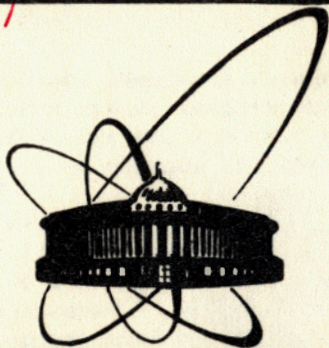


83-121

2971/83



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

P13-83-121

6/6-83

Ю.В.Заневский, А.Н.Попов,* Д.М.Хейкер,*
С.П.Черненко

ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ
НАКЛОННОГО КООРДИНАТНОГО
РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА,
СОЗДАННОГО НА ОСНОВЕ
ПЛОСКОЙ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ
С БЫСТРЫМИ ЛИНИЯМИ ЗАДЕРЖКИ

Направлено в журнал "Аппаратура и методы
рентгеновского анализа"

* Институт кристаллографии АН СССР, Москва

1983

1. ВВЕДЕНИЕ

Параллельное измерение интенсивности одновременно возникающих рентгеновских лучей, дифрагированных от монокристаллов с большими периодами решетки, приводит к ускорению проведения эксперимента более чем на порядок при таком же уменьшении дозы облучения образца ^{/1,2/}.

Для этих целей предложено несколько типов координатных дифрактометров: 1/ со сцинтилляционным детектором телевизионного типа ^{/3/}; 2/ с цилиндрическим мозаичным детектором из миниатюрных полупроводниковых ^{/4/} или пропорциональных ^{/5/} счетчиков; 3/ с плоской многопроволочной пропорциональной камерой /МПК/ ^{/6/}; 4/ с МПК со сферическим дрейфовым промежутком ^{/7/}. Для дифрактометров второго и третьего типа работы давно вышли из стадии методической разработки.

К настоящему времени в координатных дифрактометрах уже получен ряд полных наборов интегральных интенсивностей, использованных для расшифровки или уточнения атомной структуры макромолекул белков ^{/8-11/}. Опыт использования этих приборов показал, что время эксперимента сокращается с многих месяцев до нескольких дней, уменьшается число необходимых для исследования образцов и их величина, оказывается возможным исследование нестабильных при облучении кристаллов при низком уровне радиационных повреждений. Эти обстоятельства имели решающее значение при исследовании большого числа нестабильных белковых комплексов для выяснения структурного механизма функционирования леггемоглобина ^{/10,11/}.

На современном этапе развития конструкций координатных дифрактометров наиболее эффективными, надежными и вместе с тем относительно простыми являются дифрактометры, созданные на основе плоских многопроволочных пропорциональных камер МПК с числом каналов от 16 до 64 тысяч ^{/12-14/}. Важнейшее преимущество дифрактометров с плоским детектором по сравнению с дифрактометрами, основанными на цилиндрических ^{/4,5/} или сферических ^{/7/} детекторах, - возможность, увеличивая расстояние между образцом и детектором, улучшать угловое разрешение прибора и, уменьшая это расстояние, повышать разрешающую способность. Дифрактометры на основе МПК с цифровым считыванием информации ^{/13/} имеют лучшее временное разрешение /0,1 мкс/, что важно при использовании мощных пучков синхротронного излучения; недостаток по сравнению с аналоговыми системами с линиями задержки - в сотни раз больше число измерительных каналов. Дифрактометры на основе МПК с линиями задержки /ЛЗ/ зарекомендовали себя как наиболее надежные в работе, относительно простые и недорогие устройства ^{/12,14/}.

В Институте кристаллографии АН СССР и Лаборатории высоких энергий ОИЯИ в 1981 году создан координатный автоматический рентгеновский дифрактометр КАРД-3 с двукружным гониометром наклонного типа и МПК с быстрыми ЛЗ, обладающей высоким пространственным $/1,4 \div 1,6 \text{ мм}/$ и временным $/0,55 \text{ мкс}/$ разрешением $/14,15/$. Особенности конструкции МПК, специально разработанной для регистрации двумерной дифракционной картины, заключаются в наличии плоского дрейфового промежутка, съеме обеих координат с катодных плоскостей, больших размерах эффективной зоны $/350 \times 320 \text{ мм}^2/$, большом числе элементов дискретизации дифракционной картины $/256 \times 256 = 64\text{К}/$, меньшей величине шага дискретизации по сравнению с шагом намотки анодных проволочек и малом диаметре катодных проволочек $/50 \text{ мкм}/$ $/16,17/$. Благодаря этим особенностям МПК, а также реализации в рентгеновском детекторе АД-1 $/17/$ высокого пространственного разрешения и быстродействия, использованию наклонного гониометра с неподвижным детектором, методике измерения интегральных интенсивностей в одной и той же группе каналов при непрерывном вращении кристалла в пяти последовательных интервалах $\Delta\omega$ $/14/$ и автономной автоматической системе реального времени, базирующейся на мини-ЭВМ $/15/$, дифрактометр позволил сократить время проведения эксперимента и дозу облучения образца в 50 раз по сравнению с наклонным одноканальным дифрактометром при высокой точности и надежности измерений.

Настоящая работа посвящена оценке основных параметров дифрактометра КАРД-3 на основе анализа характеристик детектора и результатов эксплуатации дифрактометра.

2. МАКСИМАЛЬНЫЙ ПЕРИОД РЕШЕТКИ И РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ

Максимальный период решетки кристалла, который может быть исследован в дифрактометре, определяется угловым разрешением Δ_α , то есть минимальным углом, разделяющим дифракционные пучки, интегральная интенсивность которых может быть измерена отдельно. Максимальный период решетки a_{max} следующим образом связан с Δ_α :

$$\frac{(a_{\text{max}})^{-1}}{\lambda^{-1}} = \Delta_\alpha. \text{ В свою очередь } \Delta_\alpha \text{ определяется пространственным раз-}$$

решением детектора, размерами дифракционных пучков, "размытием" дифракционных пятен из-за наклонного падения пучков на камеру.

При уменьшении расстояния R между образцом и детектором размытие из-за не перпендикулярного падения увеличивается в связи с увеличением максимального угла наклона, а сечение дифракционных пучков с постоянной расходимостью k уменьшается так, что практически при изменении расстояния R от 300 до 750 мм размер дифракционных пятен остается постоянным и равен на краях камеры /наибольшее размытие/ приблизительно 7 мм, или 5 каналам $/18/$. Угловое разрешение Δ_α и a_{max} для излучения CuK_α будет равно: $\Delta_\alpha = 1,0^\circ$,

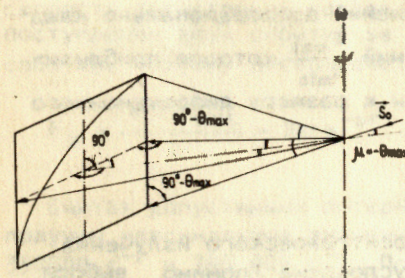


Рис.1. Геометрическая схема дифрактометра.

$0,7^\circ$ и $0,5^\circ$; $a_{\text{max}} = 90\text{Å}, 130\text{Å}$ и 180Å соответственно для $R = 300, 500$ и 750 мм .

$$\text{Разрешение съемки } \frac{1}{d_{\text{min}}} = \frac{2 \sin \theta_{\text{max}}}{\lambda}$$

определяется телесным углом, в котором регистрируется дифракционная картина и увеличивается при приближении плоского детектора к образцу. Если первичный пучок направлен в угол МПК, как показано на рис.1, разрешение съемки следующим образом зависит от расстояния образец-детектор R и размеров L входного окна МПК:

$$\frac{1}{d_{\text{min}}} = \frac{2}{\lambda} \sin \left(\arctg \frac{L}{\sqrt{4R^2 + L^2}} \right). \quad //$$

Значения разрешения съемки для трех вышеуказанных значений R в дифрактометре КАРД-3 составляют соответственно $\frac{1}{1,6\text{Å}}$, $\frac{1}{2,5\text{Å}}$ и $\frac{1}{3,5\text{Å}}$.

3. ЧИСЛО ИЗМЕРЯЕМЫХ ПОРЯДКОВ, ЭФФЕКТИВНОСТЬ РЕГИСТРАЦИИ И ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТЬ ДИФРАКТОМЕТРА

Производительность дифрактометра определяется числом измеряемых в единицу времени отражений при заданном уровне статистических ошибок. Производительность зависит от характеристик прибора, а также от параметров решетки, размеров и свойств исследуемого кристалла. Это обстоятельство приводит к тому, что экспериментальное сравнение производительности дифрактометров должно выполняться на одном и том же "эталонном" кристалле. К собственно приборным параметрам, обуславливающим производительность, относятся: интенсивность источника рентгеновского излучения; светосила монохроматора и коллимационной системы, формирующих первичный пучок; эффективность регистрации детектора и его быстродействие; число одновременно измеряемых отражений; быстрота предварительных расчетов и первичной обработки результатов измерений. Эффективность регистрации и число параллельно измеряемых отражений определяют ускорение съемки при соответствующем сокращении дозы; остальные факторы обуславливают ускорение съемки при неизменной дозе облучения образца.

Число одновременно измеряемых отражений пропорционально квадрату числа измеряемых порядков отражений $\frac{a_{\max}}{d_{\min}}$, которое приблизительно равно отношению размеров камеры к размеру дифракционного пятна и составляет для данного случая

$$\frac{a_{\max}}{d_{\min}} = \frac{350 \text{ мм}}{7 \text{ мм}} = 50.$$

Высокая эффективность регистрации рентгеновского излучения использованной в дифрактометре МПК обусловлена /помимо выбора газовой смеси на основе Хе/ применением входного окна из тонкого алюминизированного майлара /50 мкм/ и исключением мертвой зоны между входным окном и плоскостью первого катода. Электроны от фотонов, поглощенных между окном и катодом, под действием разности потенциалов в 300 В дрейфуют к анодным проволочкам.

Полученная эффективность регистрации, равная 72% для CuK_α - излучения, определяется пропусканием входного окна /98%/ и поглощением в слое газовой смеси Хе + 20% CH_4 + 3% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ толщиной в 10 мм /74%/; эффективность для MoK_α - излучения составляет 10%. Для уменьшения поглощения в воздухе между камерой и образцом устанавливается гелиевый буфер.

4. БЫСТРОДЕЙСТВИЕ ДИФРАКТОМЕТРА

Предельная скорость счета в дифрактометре должна быть адекватна суммарной интенсивности излучения, рассеиваемого кристаллом в телесный угол, образуемый попадающими во входное окно детектора дифракционными лучами. Быстродействие дифрактометра должно быть достаточно большим, чтобы не ограничивать размеров исследуемого образца и мощности источника излучения.

Предельная скорость счета в дифрактометре КАРД-3 ограничивается либо длительностью цикла инкрементного канала, по которому информация с МПК поступает в память ЭВМ, либо допустимым уровнем статистических потерь счета из-за конечного временного разрешения. Возможные дополнительные потери счета вследствие мертвого времени время-цифровых преобразователей /ВЦП/ исключаются путем использования в рентгеновском детекторе АРД-1^{17/} двойного комплекта быстрых ВЦП, работающих по методу интерполяции периода тактовой частоты.

При этом быстрый временной процессор производит переключение сигналов ЛЗ на свободный в данный момент кодировщик. Такое решение приводит к тому, что, несмотря на съем сигналов с двух концов ЛЗ, эффективное время кодирования практически равно времени разрешения детектора и дополнительные потери информации полностью отсутствуют.

Наличие разравнивающей памяти на 18 событий и длительности цикла инкрементации 4 мкс^{19/} приводят к тому, что предельная

скорость регистрации составляет 250 000 событий в секунду. При поступлении двух событий за время разрешения отбрасываются оба события, поэтому потери счета составляют /в первом приближении/

$$\delta_{\Pi} = \frac{n - n_{\text{изм.}}}{n} \approx 2n\tau e^{-n\tau} \quad /2/$$

Считая допустимыми потери счета $\delta_{\Pi} \leq 30\%$, из выражения /2/ получим максимальные значения для n и $n_{\text{изм.}}$ соответственно: 350000 с^{-1} и $245 000 \text{ с}^{-1}$. Поскольку суммарная интенсивность дифракционных пиков I_{Π} равна по величине приблизительно 10% от интенсивности фона I_{Φ} по всей камере, потери счета при вращении кристалла /определяемые общей загрузкой $I_{\Pi} + I_{\Phi}$ / колеблются не более чем на +1,5%, и ими можно пренебречь.

Предельный поток фотонов CuK_α , падающих на всю камеру /с учетом квантовой эффективности/ не должен превышать $5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$. Сравнивая эту величину с оценками загрузки при использовании различных источников излучения, можно сказать, что быстродействие дифрактометра достаточно для использования в нем: отпаянных рентгеновских трубок в сочетании с коллимацией фокусирующими скрещенными зеркалами; трубок с вращающимся анодом; синхротронного пучка с монохроматором высокого разрешения $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-3} \div 10^{-4}$ /7/.

Экспериментально время разрешения МПК τ определялось методом "одной фольги"^{20/}. Величина интенсивности дифрагированного излучения от монокристалла белка $n_{\text{изм.}}$ регулировалась током рент-

геновской трубки. На рис.2 приведены величины $K = \frac{n_{\text{изм.}}}{n_{\Phi \text{ изм.}}}$ в зависимости от загрузки камеры, $n_{\Phi \text{ изм.}}$ - измеренная скорость счета первичного пучка, ослабленного фольгой. Разрешающее время $\tau = 0,56 \text{ мкс}$ было определено из выражения

$$\tau = \frac{1}{2} \frac{n_{\Phi \text{ изм.}} \cdot K_0 - n_{\text{изм.}}}{K_0^2 (n_{\Phi \text{ изм.}})^2} \quad /3/$$

На рис.3 показана зависимость δ_{Π} от n для $\tau = 0,56 \text{ мкс}$, построенная в соответствии с выражением /2/. Экспериментальные точки получены путем измерения скорости счета непосредственно на аноде, которая принималась равной n .

Загрузочная способность МПК ограничивается также при регистрации интенсивных узких пучков. Это связано с увеличением потерь и ухудшением характеристик камеры из-за возникновения пространственного заряда вблизи анодной проволочки. Для определения допустимых локальных загрузок измерялись потери счета и амплитуда сигнала при регистрации пучков различного сечения с шириной на половине высоты, равной 1,6; 2,5 и 3 мм. Результаты для каждого

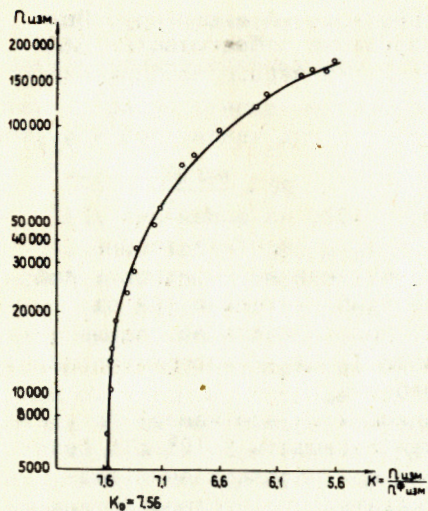


Рис.2. Зависимость коэффициента поглощения фольги от загрузки камеры.

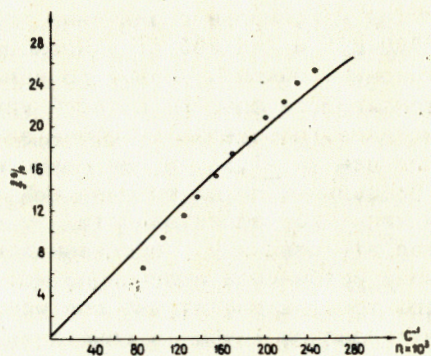


Рис.3. Зависимость потерь счета от загрузки.

сечения пучка были приведены к единице площади и оказались приблизительно одинаковыми. При загрузке $1,2 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1} \text{ мм}^{-2}$ амплитуда регистрируемого сигнала уменьшилась на 30%, потери счета, не связанные с временем разрешения, не превысили 1%, все другие параметры камеры не изменились. При плотности потока $3 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1} \text{ мм}^{-2}$ дополнительные потери счета составили 7% и наблюдалось ухудшение пространственного разрешения детектора. Поскольку размеры реальных дифракционных пучков превышают 10 мм^2 , пучки с интенсивностью до $1,2 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$ могут быть зарегистрированы без дополнительных потерь. Эта величина в два раза превышает значения наиболее сильных отражений от кристаллов леггемоглобина, наблюдаемых нами при $R = 300 \text{ мм}$ и общей загрузке камеры 10^5 с^{-1} .

5. ТОЧНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕГРАЛЬНЫХ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ

Точность измерений в нашем случае определяется, как и в одноканальном дифрактометре, уровнем статистической ошибки, относительным уровнем фона, временной стабильностью и, как при фотографических измерениях, неоднородностью эффективности регистрации детектора в различных элементах дискретизации.

Отношение полезного сигнала к фону в значительной степени зависит от соответствия объема узла и сканируемого объема в обратном пространстве. В частности, чрезмерная величина интервала сканирования — принципиально неустранимый недостаток фотографической методики.

Неоднородность эффективности детектора связана с локальной неоднородностью эффективности и неоднородностью ширины элементов дискретизации.

Неоднородность эффективности по входному окну МПК приводит к ошибке измерения относительных интенсивностей. Неоднородность эффективности связана с увеличением эффективности при отклонении регистрируемого пучка от нормали к плоскости камеры, поглощением пучка в проволочках переднего катода, неоднородностью входного окна и изменением эффективной толщины конверсионного слоя из-за прогиба входного окна.

Для лучей, отклоняющихся от нормали к плоскости камеры на угол α , путь в камере составляет $\frac{t}{\cos \alpha}$, эффективность увеличивается для $\alpha = 20^\circ$ — на 3%, для $\alpha = 30^\circ$ — на 5%^{17/}. Без гелиевого буфера между образцом и детектором при расстоянии от образца до детектора 300 мм это увеличение эффективности может компенсироваться увеличением поглощения дифрагированных лучей в воздухе на пути, равном $\frac{R}{\cos \alpha}$. При наличии гелиевого буфера вводится соответствующая поправка, зависящая от угла α . Изменения эффективности от центра к краям МПК из-за прогиба входного окна не превышают +2%, и ими можно пренебречь^{16/}, также можно пренебречь поглощением в проволочках первой катодной плоскости, так как их диаметр равен 50 мкм^{17/}, а сечение пучка обычно $> 0,5 \text{ мм}$. Величиной и неоднородностью поглощения во входном окне ввиду малости их значений можно пренебречь.

Неоднородность эффективности можно определить, перемещая по камере монохроматизированный пучок с сечением, равным сечению дифрагированного пучка, и регистрируя его в группе каналов с площадью, превышающей сечение пучка. В работе^{14/} было показано, что при перемещении пучка по камере путем наклона рентгеновской трубки с монохроматором на угол μ в группе из 3×3 каналов измеряется одна и та же величина интенсивности, в пределах +1% / $R = 275 \text{ мм}$ /. При засвечивании камеры удаленным на 1 м источником ^{55}Fe регистрируется суммарный эффект, вызванный неоднородностями эффективности регистрации и ширины каналов. Для того чтобы исключить влияние статической ошибки, число импульсов, накопленных в каналах за 1,5 часа, суммировалось по строкам /с одинаковой координатой Z/ и по столбцам /с одинаковой координатой X/, после чего вычислялись средние квадратичные отклонения σ_x и σ_z . Были получены следующие величины: $\sigma_x = 2\%$; $\sigma_z = 4\%$. Оценка величины неоднородности по координате Z, связанная с несогласованностью шага намотки проволочек и ширины канала $\sigma_z = 4,7\%$ ^{18/}, хорошо согласуется с указанными данными, полученными при облучении МПК изотопом ^{55}Fe .

Временная стабильность дифрактометра зависит от стабильности источника рентгеновских лучей и стабильности параметров детектора. Стабильность эффективности регистрации МПК определяется ста-

бильностью высокого напряжения на камере, постоянством состава используемой газовой смеси. Изменение процентного содержания Хе приводит к пропорциональному изменению эффективности. Использование заранее приготовленных газовых смесей практически устраняет этот вид нестабильности. Другим фактором, влияющим на стабильность эффективности регистрации, является величина атмосферного давления, которая определяет плотность газа, а следовательно, и линейный коэффициент поглощения. Так, изменение атмосферного давления на 30 мм рт.ст. приводит к изменению эффективности приблизительно на 4%. Поскольку атмосферное давление изменяется медленно, обычная процедура учета дрейфа с помощью контрольных отражений компенсирует возможную ошибку в измерении интенсивностей.

Временная стабильность дифрактометра проверялась путем определения воспроизводимости измерений интегральных отражений от кристалла белка леггемоглобина через трое суток и составила

$$R_{\text{восп.}} = \frac{\sum_{hkl} |I_1 - I_2|}{\sum_{hkl} |I_1 + I_2|} = 2,5\%$$

6. ГЕОМЕТРИЧЕСКАЯ ЛИНЕЙНОСТЬ И ТОЧНОСТЬ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ВЫЧИСЛЕНИЯ КООРДИНАТ ПЯТЕН

В координатном дифрактометре вместо поворота обычного точечного счетчика на углы κ или ν гониометра производится изменение координат X или Z группы каналов. Вместо регулировки ширины и высоты щели счетчика осуществляется изменение числа регистрирующих каналов в группе $\nu \times \mu$.

Геометрическая линейность двумерного детектора обеспечивает правильную связь между углами κ и ν , определяющими направление дифрагированного пучка, и координатами X, Z центроидов регистрируемых дифракционных пятен. Точное предварительное вычисление положения пятен позволяет правильно выбрать область интегрирования пятна, точно измерить интегральную интенсивность, измерить пик и фон в одних и тех же каналах. Исключив экспериментальное уточнение положения дифракционных пятен на каждой картине, мы можем упростить и ускорить обработку дифракционной картины в реальном масштабе времени, сократить объем требующейся памяти.

Геометрическая нелинейность камеры связана, в основном, с неоднородностью масштаба линии задержки и краевыми эффектами. Нелинейность определялась с помощью перемещения камеры в собственной плоскости относительно монохроматизированного первичного пучка CuK_α -излучения сечением 5×5 каналов. Для каждого положения камеры по гистограмме вычислялся центроид и сравнивался с действительным положением пучка в камере. Выбирая константу задержки, можно добиться того, чтобы разница между действительным положением пучка и центроидом пятна в камере не превышала 1,8 канала. Характер нелинейности показан в табл.1. Нелинейность та-

Таблица 1

Соотношение фактических и измеренных координат центроида дифракционного пятна в каналах*

	10	40	70	100	130	160	190	220	250
Z факт	10	40	70	100	130	160	190	220	250
Z изм	9,8	40,6	70,7	100,4	130,0	160,0	189,7	220,4	251,8
I факт	10	40	70	100	130	160	190	220	250
X изм	9,2	40,1	79,8	100,2	130,0	159,5	189,5	220,1	250,8

Ширина канала по X- и Z- координатам - 1,327 и 1,322 мм соответственно.

Таблица 2

Соотношение рассчитанных и измеренных координат дифракционных отражений /центроида/ для кристалла трансаминазы

	8.0.6	12.1.11	5.1.6	2.1.4	5.2.11	6.1.5	7.0.1
X _{изм}	168,5	127,5	200,8	234,3	201,0	189,6	178,3
X _{факт}	168,4	127,4	200,5	234,1	200,8	189,4	178,3
Z _{изм}	44,8	72,0	44,1	31,9	71,0	38,7	16,2
Z _{факт}	44,9	71,7	43,8	31,6	71,0	38,7	16,2

7.1.5	13.2.1	6.0.0	5.1.0
178,99	39,1	17,4	199,7
118,6	39,0	17,4	199,9
		9,7	9,2
		9,6	9,2

булируется отдельно для координат X Z. Эти таблицы используются для исключения нелинейности посредством линейной интерполяции. Локальная нелинейность по оси Z, связанная с дискретностью шага анодных проволочек, составляет +0,2 канала для пучка диаметром 0,15 мм и незначительна для пучков с шириной более 0,5 мм^{17/}.

Проверка нескомпенсированной нелинейности проводилась двумя методами. Путем поворота трубки с монохроматором на угол μ имитировался наклон дифрагированного пучка на угол $\nu = \mu$. Координата $Z_{изм.}$ центроида пятна сравнивалась с расчетной величиной $Z_{выч.} = R_z \operatorname{tg} \nu + Z_0$. Величина $\Delta Z = Z_{изм.} - Z_{выч.}$ не превышала 0,25 канала^{14/}, она связана с нескомпенсированной нелинейностью, неточностью определения постоянных R_z и Z_0 и ошибкой установки μ . Другой способ определения остаточной нелинейности - сопоставление координат центроидов дифракционных пятен от монокристалла белка $\{X_{изм.}; Z_{изм.}\}$ с расчетными значениями координат. Расчет координат $\{X_{выч.}; Z_{выч.}\}$ производится на основании матрицы UB для хорошо отъюстированного кристалла белка с точно известными параметрами. При сопоставлении вычисленных и измеренных координат уточняются постоянные $R_x, R_z, X_0, Z_0, \kappa_0$ в применяемых расчетных формулах^{14/}. Расхождение между вычисленными и измеренными координатами не превышает 0,3 канала. В табл.2 приведены данные для кристалла трансаминазы при $\mu = -15,8^\circ$, $R_x = 408,3$ каналов, $R_z = 410,0$ каналов, $\kappa_0 = 18,3^\circ$, $X_0 = 120,5$ каналов, $Z_0 = 127,7$.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В табл.3 основные параметры дифрактометра КАРД-3 сравниваются с параметрами других дифрактометров с плоской МПК. Благодаря малой относительной толщине камеры, ее высокому пространственному разрешению и большому числу каналов дифрактометр КАРД-3 измеряет наибольшее число порядков, что вместе с высокой эффективностью регистрации обеспечивает его наибольшую производительность.

Быстродействие, угловое разрешение и точность измерений были проверены при съемке 6 массивов кристаллов нативного леггемоглобина /a = 92,3 Å; b = 38,3 Å; c = 52,2 Å; $\gamma = 99^\circ$; молекулярный вес 17000/ и его трех нестабильных комплексов при расстоянии образец-детектор R = 326 мм и разрешении съемки 1,8 Å, а также 6 массивов кристаллов трансаминазы - нативного белка /a = 62,7 Å; b = 118,1 Å; c = 124,4 Å; $P2_12_12_1$ молекулярный вес - 94000/ и его производных при разрешении 2,7 Å, R = 550 мм. Съемка леггемоглобина проводилась при скорости вращения кристалла $\omega = 0,3^\circ$ и $0,6^\circ$ в минуту, соответственно за 20 и 10 часов было измерено 27000 отражений. Для нативного кристалла леггемоглоби-

Таблица 3

Параметры дифрактометров с плоской пропорциональной камерой

	КАРД-3 ^{14/} 1981 г.	МАД ^{12/} 1981 г.	АРГУС ^{13/} 1980 г.
1. Эффективный объем камеры, мм	350x320x10	300x270x9	256x256x9
2. Пространственное разрешение, мм	по X 1,4 по Z 1,6	1,17 2,13	2 2
3. Число каналов	256x256	256x128	128x128
4. Эффективность, %	70	50	60
5. Неоднородность эффективности относительная, %	1-2	1-2	Нет данных
6. Неоднородность ширины каналов, %	по X 2 по Z 4	5 2,5	4-6*
7. Геометрическая нелинейность, мм	< 0,4	≤ 0,5	Нет данных
8. Число измеряемых порядков, $a_{max}(\text{Å})/d_{min}(\text{Å})$	90/1,6 125/2,7	95/2,2	60/1,8 150/5,0
9. Предельная скорость счета при потерях, $\Delta n < 25\%$, с ⁻¹	250000	60000	300000
10. Метод считывания координат	Линия за- держки	Линия за- держки	Цифровой

* Неоднородность скорости счета в каналах при однородной засветке изотопом.

$$\text{на } R_{\text{стат}} = \frac{\sum \sigma}{\sum I} = 3-4\%, R_{\text{экв}} = \frac{\sum |I_1 - I_2|}{\sum |I_1 + I_2|} = 4-6\%. \text{ При сравнимом уровне}$$

не статистики кристаллы нативного леггемоглобина в дифрактометре ДАРК-2,0 и ДАР-УМБ исследуются со скоростью, которая соответственно в 2,5 и 50 раз меньше^{9,10/}. Правильность измерений подтверждает фактор R = 5% между массивами данных, полученными в КАРД-3 и ДАР-УМБ. Съемка трансаминазы велась со скоростью $\omega = 0,08^\circ$ в минуту.

Массив из 50000 отражений измерялся за 40 часов /1200 отражений в час/, $R_{\text{стат.}} = 5 \div 7\%$, $R_{\text{экв.}} = 6 \div 8\%$, $R_{\text{воспр.}} = 3 \div 5\%$. Фактор расходимости для массивов нативного кристалла трансаминазы, полученных в КАРД-3 (I') и четырехкружном дифрактометре фирмы "SYNTEX" (I''), составил

$$R = \frac{\sum |I' - I''|}{\sum |I' + I''|} = 7\%.$$

В заключение авторы выражают благодарность М.Е. Андриановой, Ю.А. Анисимову, А.Б. Иванову, С.А. Мовчану и В.Д. Пешехонову за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Arndt U.W. Acta Cryst., 1968, B24, 10, p. 1355-1357.
2. Хейкер Д.М. Кристаллография, 1978, 23, №6, с. 1288-1302.
3. Arndt U.W., Ambrose V.K. IEEE Trans. Nucl. Sci., 1968, NS-15, No.3, p. 92-94.
4. Thomas R. et al. Acta Cryst., 1969, A25, p. 369.
5. Вайнштейн Б.К. и др. Кристаллография, 1975, 20, №4, с. 829-836.
6. Cork C. et al. J. Appl. Cryst., 1977, 7, p. 319.
7. Kahn R. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1980, 172, p. 337-344.
8. Xuong N.H. et al. Acta Cryst., 1978, A34, p. 289-296.
9. Агеев О.И. и др. Кристаллография, 1981, т. 26, №3, с. 451-457.
10. Хейкер Д.М. и др. ДАН СССР, 1981, 258, №4, с. 875-879.
11. Куранова И.П. и др. Биоорганическая химия, 1982, 8, №6, с. 981-995.
12. Hamlin R. et al. J. Appl. Cryst., 1981, 14, p. 85-93.
13. Мокульская Т.Д. и др. Кристаллография, 1982, 27, №4, с. 775-784.
14. Andrianova M.E. et al. J. Appl. Cryst., 1982, 15, p. 626.
15. Андрианова М.Е. и др. ОИЯИ, 18-83-48, Дубна, 1983.
16. Anisimov Yu.S. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1981, 179, p. 503-507.
17. Анисимов Ю.С. и др. Кристаллография, 1981, т. 26, №6, с. 1305-1311.
18. Заневский Ю.В. и др. ОИЯИ, 18-83-109, Дубна, 1983.
19. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 10-81-815, Дубна, 1981.
20. Хейкер Д.М. Рентгеновская дифрактометрия монокристаллов. "Машиностроение", Л., 1973, с. 67-68.

Рукопись поступила в издательский отдел
3 марта 1983 года.

Заневский Ю.В. и др.

P13-83-121

Основные параметры наклонного координатного рентгеновского дифрактометра, созданного на основе плоской пропорциональной камеры с быстрыми линиями задержки

Рассмотрены характеристики координатного рентгеновского дифрактометра КАРД-3, созданного на основе плоской многопроволочной пропорциональной камеры /МПК/ с быстрыми линиями задержки. Основные параметры КАРД-3: максимальный период решетки - 90 Å, 130 Å, 180 Å, разрешающая способность - 1,6 Å, 2,5 Å, 3,5 Å при расстояниях R=300, 500 и 750 мм между кристаллом и камерой и направлении первичного пучка в угол МПК; эффективность регистрации излучения CuK_α /8 кэВ/ - 70%; предельная скорость счета - 250 кГц /при 25% потерь событий/; степень ускорения времени экспозиции при соответствующем уменьшении дозы /по сравнению с одноканальным дифрактометром/ - 50.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ и Институте кристаллографии АН СССР.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Zanevsky Yu.V. et al.

P13-83-121

Main Parameters of Inclined Coordinate x-Ray Diffractometer Based on a Flat MWPC with Fast Delay Lines

Characteristics of coordinate diffractometer KARD-3 based on a flat MWPC with fast delay lines are described. The main parameters of the KARD-3 are as follows: a maximum period of crystal cells - 90 Å, 130 Å, 180 Å, resolution power - 1,6 Å, 2,5 Å, and 3,5 Å for distances between crystals and MWPC R=300, 500 and 750 mm, respectively, and direction of a primary beam at the MWPC corner; detection efficiency for CuK_α radiation (8 keV) - 70%; maximum count rate - 250 KHz (25% count losses); factor of accelerating the experiment with a simultaneous dose decreasing (as compared with one-channel diffractometer) - 50.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR and Institute of Crystallography of AS USSR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С. Виноградовой.