

+

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

3756/2-80

11/8-80
P14-80-264

Ю.С.Анисимов, Ю.В.Заневский, А.Б.Иванов,
Л.Ф.Малахова, В.Д.Пешехонов, А.Н.Попов,
С.А.Рожнятовская, Д.М.Хейкер, С.П.Черненко

ДВУХКООРДИНАТНАЯ
ПРОПОРЦИОНАЛЬНАЯ КАМЕРА
С ВЫСОКИМ РАЗРЕШЕНИЕМ
ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ
МОНОКРИСТАЛЛОВ

Направлено в "Nuclear Instruments and Methods"

1980

1. ВВЕДЕНИЕ

Рентгеноструктурный анализ монокристаллов - эффективный метод исследования структуры макромолекул. Для исследования структуры монокристаллов белков с периодами кристаллической решетки 100-200 Å необходимо измерить интенсивность нескольких сот тысяч отражений. По сравнению с обычными кристаллами /где измеряют всего несколько тысяч отражений/ в данном случае интенсивности отражений значительно слабее и накладываются на значительный фон. Поэтому время дифракционного эксперимента при использовании современных одноканальных дифрактометров увеличивается с 10^2 ч для обычных кристаллов до 10^4 ч для монокристаллов белков. Ситуация осложняется радиационным повреждением кристаллов при столь длительных экспозициях.

Необычайно большие периоды решетки монокристаллов белков приводят к тому, что в каждом положении кристалла возникает не один, а сотни и тысячи дифрагированных пучков. Параллельное измерение интенсивности одновременно возникающих отражений позиционно-чувствительным детектором - наиболее целесообразный метод ускорения съемки белков. В этом случае такое ускорение сопровождается уменьшением дозы облучения, в то время как другие способы ускорения съемки /путем повышения интенсивности источника излучения или путем расширения спектрального интервала в энергодисперсионных дифрактометрах/ оставляют дозу неизменной.

Двумерный детектор на основе плоской пропорциональной камеры с числом элементов пространственного разрешения 128×128 и мертвым временем, равным 3,5 мкс, был применен в дифрактометре для исследования монокристаллов белков и привел к десятикратному ускорению съемки^{1,2/}.

В лаборатории высоких энергий ОИЯИ создается координатный дифрактометр с общим числом элементов разрешения порядка 60 000 и мертвым временем 0,6 мкс. В качестве позиционно-чувствительного детектора используется пропорциональная камера /ПК/ с дрейфовыми промежутками со съемом информации с помощью линий задержки^{3,4/}.

2. ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ДЕТЕКТОРА ДЛЯ ДИФРАКТОМЕТРИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Степень ускорения съемки в дифрактометре определяют: эффективность регистрации, число элементов пространственного разрешения и быстродействие. Число элементов разрешения должно обеспечить раздельное измерение соседних дифракционных пучков и одновременную регистрацию многих пучков в достаточно большом телесном угле. Необходимую величину углового разрешения можно получить, изменяя расстояние от кристалла до детектора. Например, детектор с числом элементов 240×240 позволяет регистрировать 80×80 порядков отражений при регистрации одного отражения в группе элементов 3×3 . Мертвое время, равное $0,6$ мкс, позволяет регистрировать $3 \cdot 10^5$ фотонов в секунду при потерях счета 20% , это дает возможность использовать лабораторные источники рентгеновского излучения повышенной мощности /трубки с вращающимся анодом/. Можно полагать, что дифрактометр с таким детектором позволит ускорить эксперимент на два порядка. Чтобы получить эффективность регистраций $\text{CuK}\alpha$ -излучения около 80% , необходим слой ксенона при атмосферном давлении толщиной около 1 см. Для того, чтобы уменьшить эффект косоуго падения, необходимо иметь детектор больших размеров и устанавливать его на достаточно большое расстояние от кристалла. При размерах камеры 350×350 мм и расстоянии до кристалла 500 мм размытие дифракционного пятна при отклонении пучков от нормали на 20° сравнимо с размерами элемента разрешения $1,5$ мм/. Угловое разрешение, равное $0,15^\circ$, дает возможность исследовать кристаллы белков с периодами решетки 200 Å. Для кристаллов с меньшими периодами можно уменьшать расстояние кристалл-детектор и увеличивать тем самым телесный угол, в котором регистрируется дифракционная картина. Возможность гибко изменять угловое разрешение детектора - преимущество плоской пропорциональной камеры.

3. КОНСТРУКЦИЯ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ

Схематическое изображение детектора /пропорциональной камеры с дрейфовыми промежутками/ показано на рис. 1. Рабочая площадь детектора составляет 354×354 мм². Межэлектродные расстояния ПК равны 4 мм. Катодные плоскости намотаны проволокой из бериллиево-бронзы $\phi 0,05$ мм с шагом 1 мм. Анодная плоскость намотана проволокой из золоченого вольфрама $\phi 0,02$ мм с шагом 2 мм. Проволоки анодной плоскости объединены общей шиной, с которой снимается анодный сигнал. Соседние катодные проволоки секционированы в группы по четыре, и от каждой группы отве-

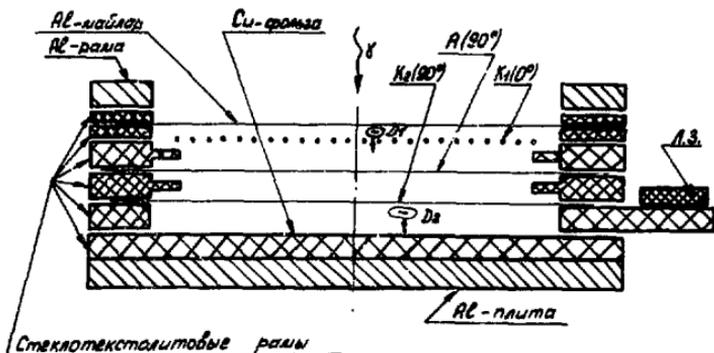


Рис.1. Схематическое изображение детектора: А - проволоки анодной плоскости, К - проволоки катодной плоскости, Д - дрейфовый промежуток, ЛЗ - линия задержки.

дена контактная шина для пайки к электромагнитной линии задержки /ЛЗ/. Погонная задержка ЛЗ равна $\approx 1,5$ нс/мм.

Газовый объем детектора ограничен с одной стороны алюминизированным майларом толщиной 0,05 мм /входное окно/ а с другой - фольгированным стеклотекстолитом, расстояние между металлическими покрытиями которых до соответствующих катодных плоскостей равно 2 мм /D1/ и 4 мм /D2/. Напряжение, подаваемое на алюминизированный майлар или фольгу, обеспечивает включение либо отключение соответствующего дрейфового промежутка. Внешние алюминиевая плита и рама обеспечивают необходимую жесткость детектора, установку его на гониометре, а также предусматривают присоединение гелиопровода. Общий вид детектора, размещенного на гониометре ^{15/}, показан на рис.2.

4. БЛОК-СХЕМА АППАРАТУРЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ

Блок-схема аппаратуры приведена на рис.3. Positionно-чувствительный детектор исследовался на линии с ЭВМ ЕС-1010. Размещенная на гониометре ПК могла перемещаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях относительно пучка рентгеновских лучей /8 кэВ/. В качестве источника излучения использовался аппарат ВИП-50-60 с отпаянной рентгеновской трубкой БСВ-11, монохроматизация первичного пучка осуществлялась с помощью пиролитического графита.

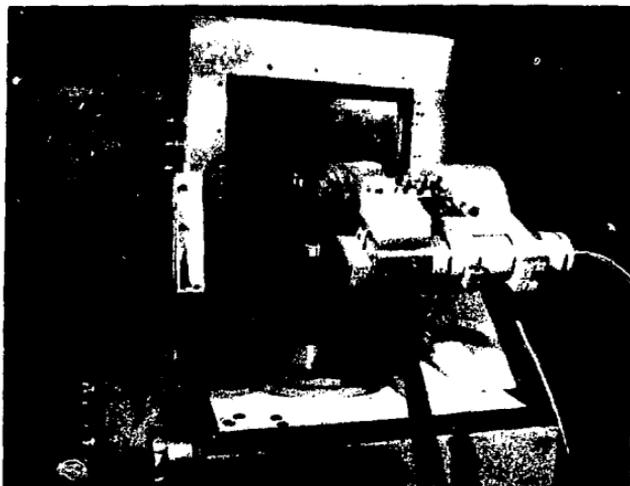


Рис.2. Общий вид позиционно-чувствительного детектора, установленного на гониометре.

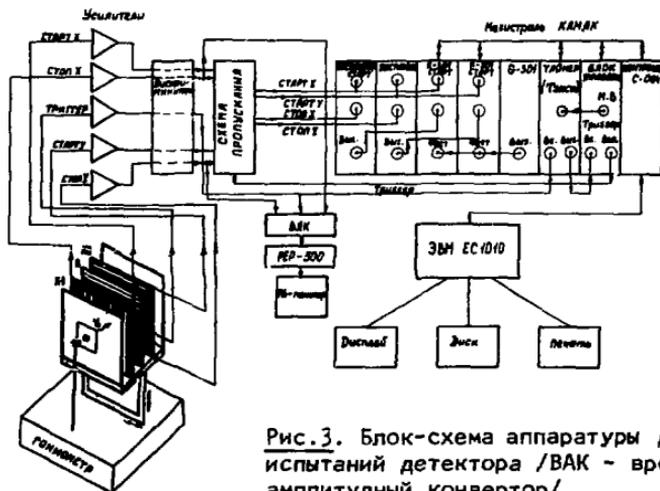


Рис.3. Блок-схема аппаратуры для испытаний детектора /ВАК - время-амплитудный конвертор/.

Информация о точке регистрации фотона /X- и Y-координаты/ определялась по временным интервалам между сигналами с различных концов соответствующих ЛЗ. Сигнал "Старт" дает начало интервала, сигнал "Стоп" - конец. Сигналы "Стоп" задержаны на полное время задержки ЛЗ. Момент появления импульсов "Старт" и "Стоп" "привязывался" к центру тяжести сигналов с ЛЗ. По сигналу с анодной плоскости электронная аппаратура /4/ производила прием очередного события.

Информация поступала на схему пропускания, разрешающую дальнейшее прохождение сигналов за время, равное полной задержке ЛЗ. Цифровое кодирование временных интервалов производилось преобразователями время-код типа R-301 и стабилизированным кварцевым генератором тактовой частоты /125 МГц/ типа G-301. Для получения используемого в работе шага квантования временных интервалов /2 нс/ применялись временные экспандеры /коэффициент "растяжки" - 4/.

Для проведения измерений за фиксированный промежуток времени использовался таймер, задающий время экспозиции в широком диапазоне.

Информация поступала в ЭВМ в виде двух 8-разрядных чисел X и Y, соответствующих координатам события. Накопление статистики происходило в памяти ЭВМ объемом $2^8 \times 2^8$ 16-разрядных чисел /8/. Формирование массива /матрица чисел X и Y/ осуществлялось увеличением на 1 содержимого слова, адрес которого вычислялся по значениям X и Y. При окончании набора данных по требованию оператора производилась выдача на печать /или дисплей/ накопленной матрицы чисел в удобном для анализа виде, ее сечений по ортогональным осям X и Y в форме гистограмм, а также результатов вычислений в зонах, задаваемых координатами Y_1 , Y_2 , X_1 , X_2 . В указанных зонах вычислялись интегральная сумма, центры тяжести по обеим координатам и т.д. Одновременно с передачей данных в ЭВМ имелась возможность производить визуальный контроль за выбором информации на ТВ-мониторе /7/.

5. РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ

Исследования камеры проводились на газовой смеси $Xe + 20\% CH_4 + 3\% C_2H_5OH$. Пучок рентгеновских лучей коллимировался и имел диаметр $\sim 0,15$ мм (FWHM).

Пространственное разрешение определялось по кривым разрешения: измерялась ширина на половине высоты зависимости скорости счета в ячейках матрицы X и Y в памяти ЭВМ с фиксированной координатой X /или Y/ от смещения коллимированного пучка вдоль оси X /или Y/. Разрешение (FWHM) по X-координате было равно 1 мм /рис. 4/. Разрешение по Y-координате соответствовало 1,7 мм.

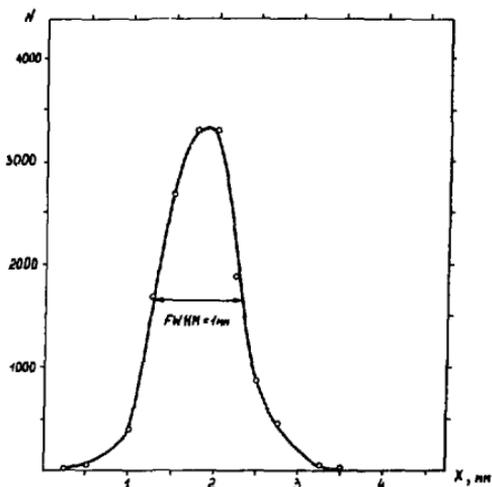


Рис. 4. Пространственное разрешение по оси X.
 $U_A = 3,3$ кВ, $U_{D1} = 350$ В.

На рис. 5 показана линейность детектора по координате X. В интервале $L_x = 30 \div 320$ мм наблюдается хорошая линейность. На краевых участках имеет место небольшая нелинейность, связанная с изменением величины погонной задержки ЛЗ.

Исследования эффективности регистрации рентгеновских лучей (ϵ) по площади ПК показали, что изменение этой величины на периферийных участках относительно центра камеры из-за прогибания майлара входного окна не превышает $\pm 2\%$ /рис. 6/. Для рентгеновских лучей, входящих в объем детектора, в интервале углов $60 \div 90^\circ$ изменения ϵ не наблюдается. При рабочем включении дрейфовых промежутков D1 и D2 /эффективная толщина $X_e = 10$ мм/ $\epsilon = 80\%$.

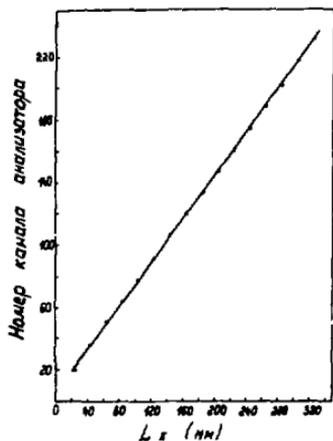
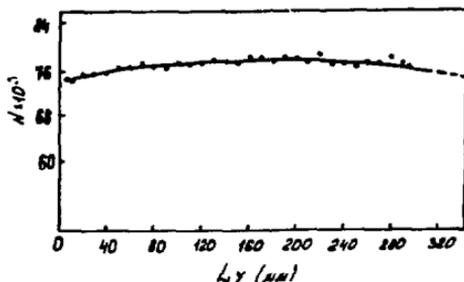


Рис. 5. Линейность по оси X. $U_A = 3,2$ кВ, $U_{D1} = -350$ В, $U_{D2} = +260$ В.

Рис. 6. Изменение скорости счета ПК в зависимости от положения пучка рентгеновских лучей вдоль оси Y.



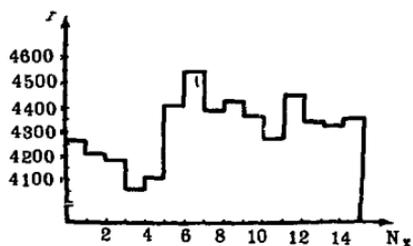


Рис. 7. Неоднородность ϵ по оси X , полученная при облучении ПК удаленным радиоактивным источником ^{55}Fe . Число импульсов суммировалось в группе из 4×4 каналов.

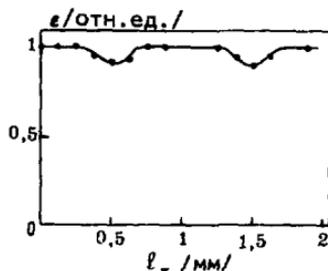


Рис. 8. Зависимость изменения ϵ от положения пучка по оси X .

Абсолютное значение эффективности регистрации SiK_α -излучения находилось путем сравнения с эффективностью сцинтилляционного счетчика БДС-6, равной 95%. Неоднородность эффективности регистрации отражений, связанная с неоднородностью ширины каналов, определялась путем облучения камеры с помощью радиоактивного источника ^{55}Fe /5,9 кэВ/. Неоднородность эффективности рассматривалась в группах 4×4 каналов, приблизительно равных размерам дифракционного пятна. На рис. 7 приведена зависимость числа импульсов, накопленных в таких группах, от их координаты X . Среднее квадратичное отклонение составило 3%, максимальные отклонения - $\pm 5\%$. Для исключения влияния неравномерности ширины каналов интегральную интенсивность и фон следует измерять в одних и тех же каналах.

На рис. 8 представлена зависимость изменения ϵ от положения пучка по оси X . Уменьшение ϵ при поглощении в нитях первой катодной плоскости коллимированного первичного пучка ($\text{FWHM} = 0,15$ мм) не превышает 10%.

Для пучков с шириной на половине высоты, равной 0,5 мм, поглощением в катодных нитях можно пренебречь.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Испытания показали, что детектор обладает высокой эффективностью регистрации рентгеновских лучей /8 кэВ/. Максимальное число элементов разрешения /каналов/ детектора составляет

350x200 = 70 000. Мертвое время детектора, определяемое параметрами ЛЗ, не превышает 0,6 мкс.

Авторы выражают признательность члену-корреспонденту АН СССР А.М.Балдину и доктору физико-математических наук В.И.Симонову за внимание и интерес к работе, а также М.Н.Михайловой, Ю.Г.Федулову, В.А.Белякову, А.Е.Московскому, Н.П.Волкову, Р.М.Базловой за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Cork S. et al. Journ.Appl.Cryst., 1974, 7, p.319.
2. Хiong N. et al. Acta Cryst., 1978, A34, p.289.
3. Заневский Ю.В. и др. Труды III Международного совещания по пропорциональным и дрейфовым камерам. Дубна, 6-10 июня 1978 г. ОИЯИ, Д13-11807, Дубна, 1978.
4. Хейкер Д.М. и др. Тезисы докладов XII Всесоюзного совещания по применению рентгеновских лучей для исследования материалов. Звенигород, 16-18 апреля 1979 г., Изд. АН СССР, М., 1979.
5. Вайнштейн Г.К. и др. "Кристаллография", 1975, 20, с.829.
6. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-11347, Дубна, 1978.
7. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, 18-11348, Дубна, 1978.