

Д.М.Хейкер

Станции белковой кристаллографии «Белок» и рентгеноструктурного анализа «РСА» на накопителе «Сибирь-2»

- Применение синхротронного излучения (СИ) в совокупности с быстродействующим двумерным детектором позволяет увеличить плотность потока фотонов, падающих на исследуемый образец, улучшить угловое разрешение на дифракционной картине при большом разрешении съемки, уменьшить спектральный интервал монохроматического пучка, снизить фон на рентгенограмме, настроиться на любую длину волны (в том числе и близкую к краю поглощения).
- Одну и ту же оптику и дифрактометр можно использовать для исследования монокристаллов, диффузного фона и поликристаллических материалов

Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

Назначение - ИССЛЕДОВАНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ

- **Биоорганические объекты:**
макромолекулярные кристаллы (белки, вирусы и т.п.),
- Поликристаллические материалы, монокристаллы с параметрами ячейки $< 50 \text{ \AA}$, аморфные материалы и полимеры

Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИ ПОЗВОЛЯЕТ: при исследовании макромолекул

- сократить время эксперимента на 2 порядка
- повысить угловое разрешение
- уменьшить радиационные повреждения образца
- применять методы определения структуры, основанные на аномальном рассеянии рентгеновского излучения

Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

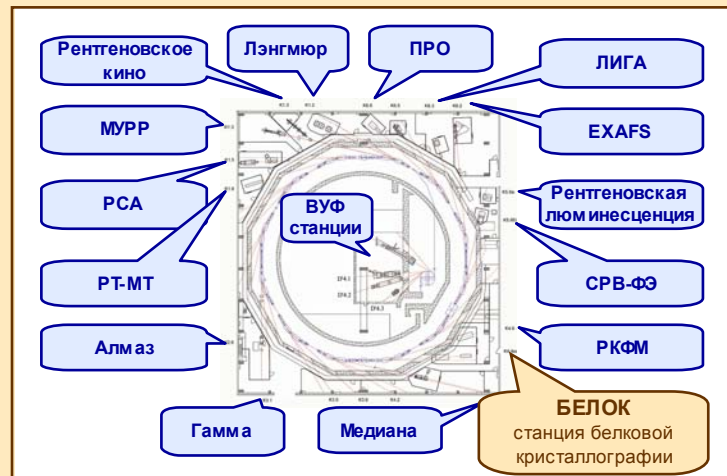
«Белок»

Исследование поликристаллических материалов

- автоиндентирование
- уточнение структуры методом Ритвельда
- исследование структуры на очень маленьких образцах
- исследование изменение структуры во времени
- ускоренное определение фазового состава
- расширение области определения размеров кристаллов
- быстрое определение преимущественных ориентировок и напряжений



РОССИЙСКИЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»
Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий

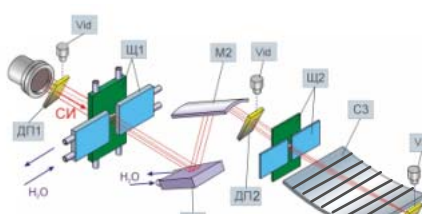


Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

Рентгено-оптическая схема



Щ1, Щ2, Щ3 – системы щелей
 М1, М2 - кристаллы-монохроматоры
 ДП1, ДП2, ДП3 - датчики положения пучка
 С3 - фокусирующее зеркало; БФ - блок фильтров
 МК1, МК2 - ионизационные камеры
 К - коллиматор; СЮ - столик юстировочный
 НТУ - низкотемпературное устройство
 ОБ - образец; Мис - микроскоп с видеокамерой
 Д - детектор типа ССД; φ, χ - двукружный гониометр

Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

ПАРАМЕТРЫ:

- Расходимость используемого пучка СИ в горизонтальной плоскости до 4,0 мрад
- Размеры сфокусированного на исследуемом кристалле пучка $H \times V = 2 \times 1 \text{ мм}$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$)
- Плотность потока фотонов на образце $10^{11} - 10^{12} \frac{\text{фотонов}}{\text{сек} \cdot \text{мм}^2}$
- Диапазон длин волн 0,6 – 2,5 \AA
- Разрешение по энергии $\Delta\lambda/\lambda \cong (1-2) \cdot 10^{-3}$
- Высшие порядки дифракционного отражения подавляются с помощью отражения пучка от зеркала
- Температура исследуемого образца до 100 К
- Для расстояния образец-детектор $R = 200 \text{ мм}$ разрешение съемки $d_{\text{min}} = 2,4 \text{ \AA}$ при максимальных параметрах элементарной ячейки 225 \AA

Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»



Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

Исследование кристаллов белков

Рентгенограммы белков *лизоцима* и *пирирофосфатазы* получены на станции «Белок»

за 20 и 60 минут соответственно

при $E=2,5$ Гэв, $I=80$ ма, монохроматор Si (220), $\lambda=1,54$ Å, расстояние образец-детектор 50 мм, наклон детектора 30° , размер пикселей 0,08 мм, число пикселей 2048×2048

При этих условиях было получено разрешение съемки для *лизоцима*

$d_{\min} = 1,86$ Å

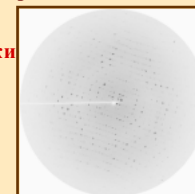
$R_{\text{фактор}} = 7,2\%$

для *пирирофосфатазы*

$d_{\min} = 1,9$ Å

$R_{\text{фактор}} = 6,54\%$

Таким образом, за несколько часов можно получить полный набор интегральных интенсивностей с приемлемой точностью и разрешением



Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

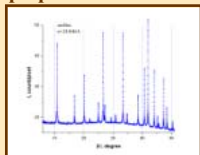
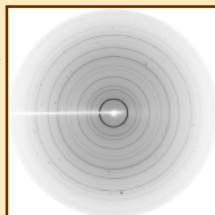
«Белок»

Исследование поликристаллических материалов

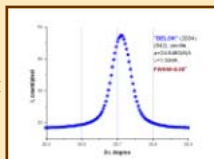
Рентгенограмма порошка *цеолита* $a = 24,8460(8)$ Å получена в капилляре диаметром 0,3 мм, $\lambda = 1,54$ Å за несколько минут

расстояние образец-детектор 380 мм, размер пикселей 0,08 мм, их число 2048×2048

ошибка в угле рассеяния $\Delta 2\theta = (1 \cdot 10^{-3})^\circ$
угловое разрешение (ПППВ) $\delta 2\theta = 0,05^\circ$
разрешение съемки $d_{\min} = 2,15$ Å



угловое разрешение $\delta 2\theta = 0,5^\circ$
разрешение съемки $d_{\min} = 1,0$ Å



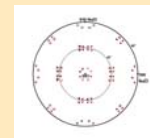
Станция белковой кристаллографии

К 4.4 е

«Белок»

Исследование структуры монокристаллов NaCl, облученных электронами

Уточнены размеры (350–400 Å), форма и ориентация нанокристалло в металлическом натрия. При 95°К обнаружены молекулярные нанокристаллы хлора, ограниченные их размеры (500–600 Å), форма и ориентация относительно решетки NaCl. Решетки Na и Cl на границах нановключений согласуются с под решеткой Na в NaCl - матрице.



$\{110\}_{\text{Na}} \parallel \{111\}_{\text{NaCl}}$
 $\langle 111 \rangle_{\text{Na}} \parallel \langle 110 \rangle_{\text{NaCl}}$
Ориентация металлических нановключений Na в решетке NaCl



$\{001\}_{\text{Cl}} \parallel \{001\}_{\text{NaCl}}$
 $\langle 110 \rangle_{\text{Cl}} \parallel \langle 110 \rangle_{\text{NaCl}}$
Ориентация молекулярных нановключений Cl в решетке NaCl

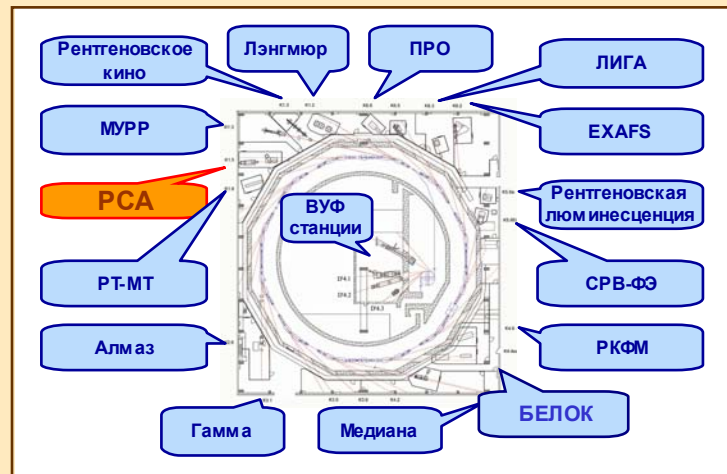
СТАНЦИЯ РЕНГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА «РСА»

К 4-1

Станция предназначена для исследования атомной структуры, распределения электронной плотности монокристаллов неорганических соединений, нанокристаллов, кластеров, а также органических соединений с малыми молекулами, поликристаллических и аморфных материалов.



РОССИЙСКИЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»
Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий



СТАНЦИЯ РЕНГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА «РСА»

К 4-1



Сравнение параметров станций «РСА» и «Белок».

	«РСА»	«Белок»
Критическая длина волны, λс, Å	1.0	1.7
Спектральный поток источника СИ при E = 2.5ГэВ, I=0.1А, N(1.0А), фотон/с, мрад, 0.1% Δλ/λ	7.6 · 10 ¹³	2.5 · 10 ¹²
Яркость источника СИ при E = 2.5ГэВ, I=0.1А, N* (1.0А), фотон/с, (мрад)², м² 0.1% Δλ/λ	4.0 · 10 ¹⁵	6.3 · 10 ¹³
Вертикальная расходимость пучка СИ ψv(1.0А), мрад	0.55	0.43
Мощность излучения P, Вт/мрад	48	12

Сравнение параметров станций РСА и «Белок».

	«РСА»	«Белок»
Горизонтальная расходимость пучка СИ ψ_n , мрад	<3.5	<4
Диапазон длин волн λ , Å	0.6 – 2.5	0.6 – 2.5
Разрешение по длинам волн для Si(111), $\lambda = 1.54 \text{ Å}$, $\Delta\lambda/\lambda$	$3 \cdot 10^{-4}$	$2.0 \cdot 10^{-3}$
Размеры фокусированного пучка $\lambda = 1.0 \text{ Å}$	b_v , мм	0.5
	b_n , мм	2.5
Интенсивность гармоник $I(\lambda/2)/I(\lambda)$	< 10^{-5}	< $3 \cdot 10^{-3}$

Сравнение параметров станций РСА и «Белок».

	«РСА»	«Белок»
Температура исследуемого образца, Т, К	100 – 400	100 – 400
Угловое разрешение $\Delta 2\theta^\circ$	0.02	0.05
Максимальный угол $2\theta^\circ$	160	96
Плотность спектрального потока фотонов на образце для $\psi_n = 2$ мрад, $\lambda = 1.54 \text{ Å}$, фот/с, мм ²	10^{13}	10^{11}

СТАНЦИЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА «РСА»

К 4-1

Оценка тепловой нагрузки на элементы рентгенооптической схемы:

Полная мощность СИ $J, \text{ кВт} = 88.5 \cdot E^3 \cdot I / R$

$R(\text{м}) = 33.3 (E/\text{В})$

$J = 2.66 \cdot E^3 \cdot I \cdot V$

Для $E = 2.5 \text{ ГэВ}$, $I = 0.1 \text{ А}$, $V = 17.5 \text{ кГц}$

$J = 73 \text{ кВт}$

$\text{Рмаг} = 73 \text{ кВт} / 2\pi \cdot 1000 \approx 12 \text{ Вт/мрад}$

Тепловая нагрузка на 1 мм^2 в первом кристалле монохроматора станции «Белок» при настройке на $\lambda = 1 \text{ Å}$

$\text{Р}'_{\text{маг}} = \text{Рмаг} / S = 0.044 \text{ Вт/мм}^2$, где S - засвечиваемая площадь кристалла

При горизонтальной расходимости 2 мрад, тепловая нагрузка на кристалл - 24 Вт
 $\text{Р}'_{\text{виг}} = 48 \text{ Вт/мрад}$ для нецентрального пучка, $\theta = 22.8^\circ$.

Тепловая нагрузка в первом зеркале-конденсоре станции РСА при $\lambda = 1.0 \text{ Å}$

$\text{Р}'_{\text{виг}} = 0.0023 \text{ Вт/мм}^2$ $R_p = 25$ км по сравнению с $R = 2.5$ км изгиба зеркала

При горизонтальной расходимости пучка СИ 2 мрад, тепловая нагрузка на сегмент зеркала составит 6.4 Вт, а на зеркало в целом 70 Вт.