

*Makromolekulių struktūros
&
Rentgeno kristalografija
(1)
Difrakcijos eksperimentas*

S. Gražulis
2012 m.

Paskaitos

- Duomenų surinkimas
- Fazių problema
- Fazių problemos sprendimas
- Modelio konstravimas ir patikslinimas
- Modelio interpretavimas

Makromolekulių struktūros:

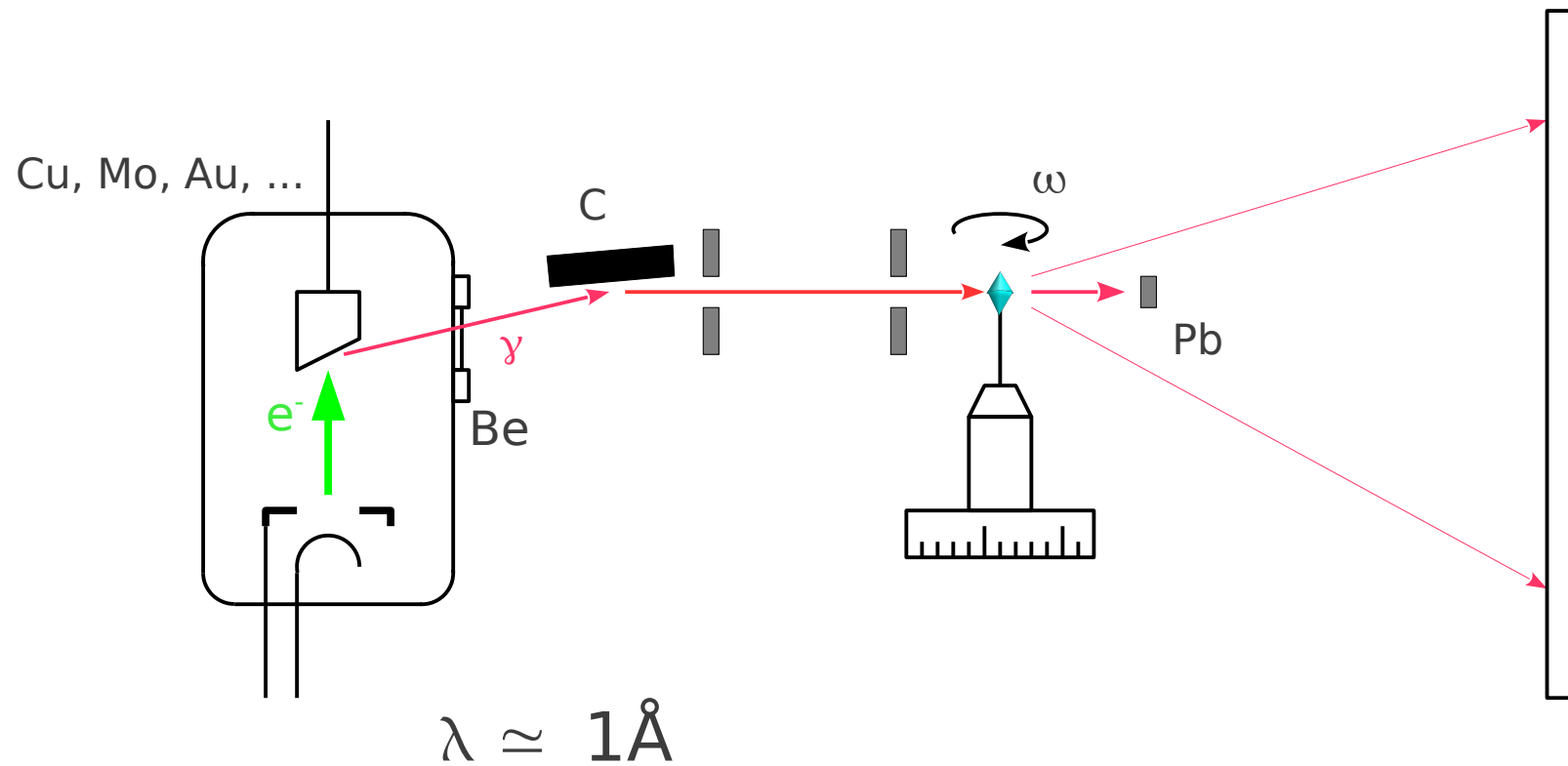
tai labai įdomu (ir kartais naudinga :-)

- Makromolekulių funkcija priklauso nuo jų struktūros
- Iš sekos pilnai nuspėti erdvinės struktūros (kol kas) negalime...

Struktūrinēs informācijas gavimo būdai

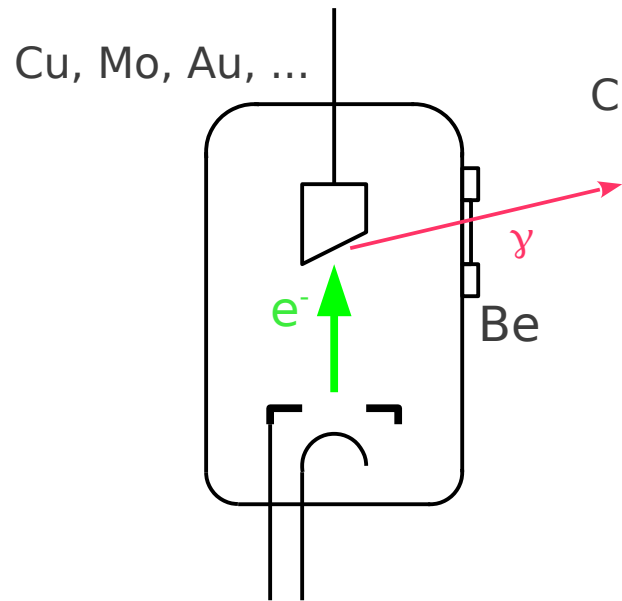
- BMR (NMR)
- **Rentgeno kristalografija (X-ray crystallography)**
- Sklaidymas mažais kampais (SAXS/SANS – Small Angle X-ray/Neutron Scattering)
- EM (Electron microscopy)
- EXAFS, XANES
- EPR (Elektronų Paramagnetinis Rezonansas – ESR – Electron Spin Resonance)
- ...

Difraktometras ir eksperimento eiga

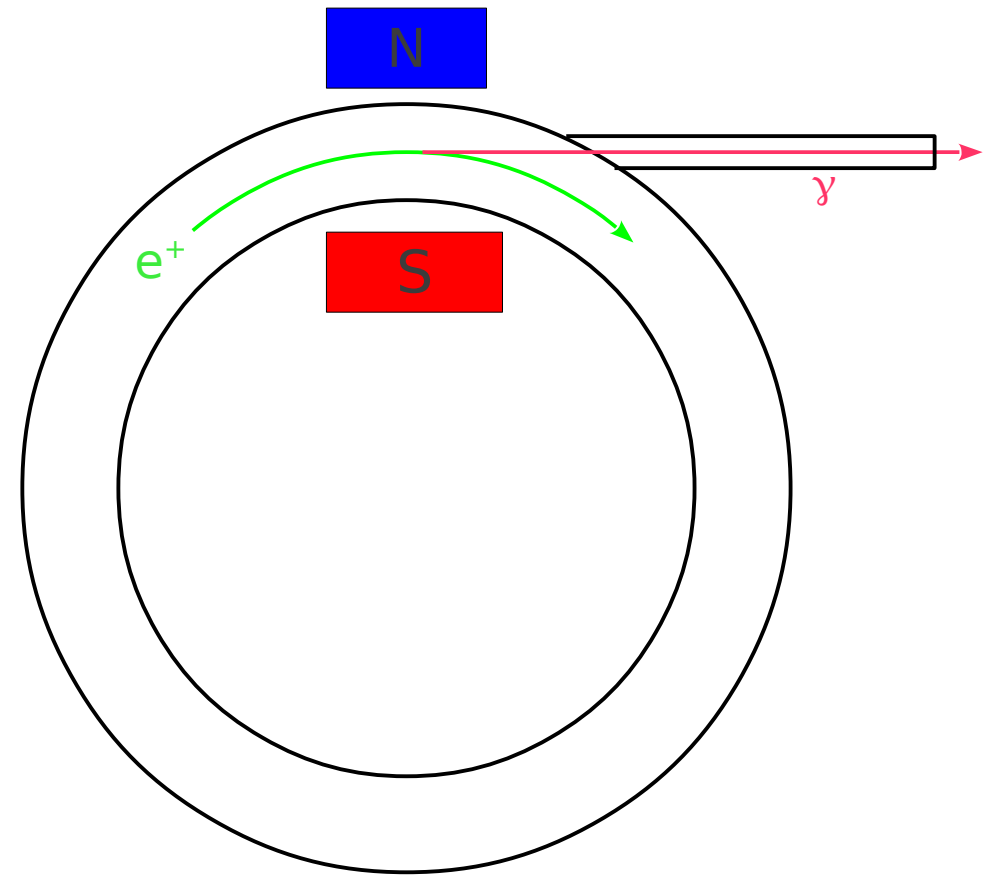


Rentgeno spindulių šaltiniai

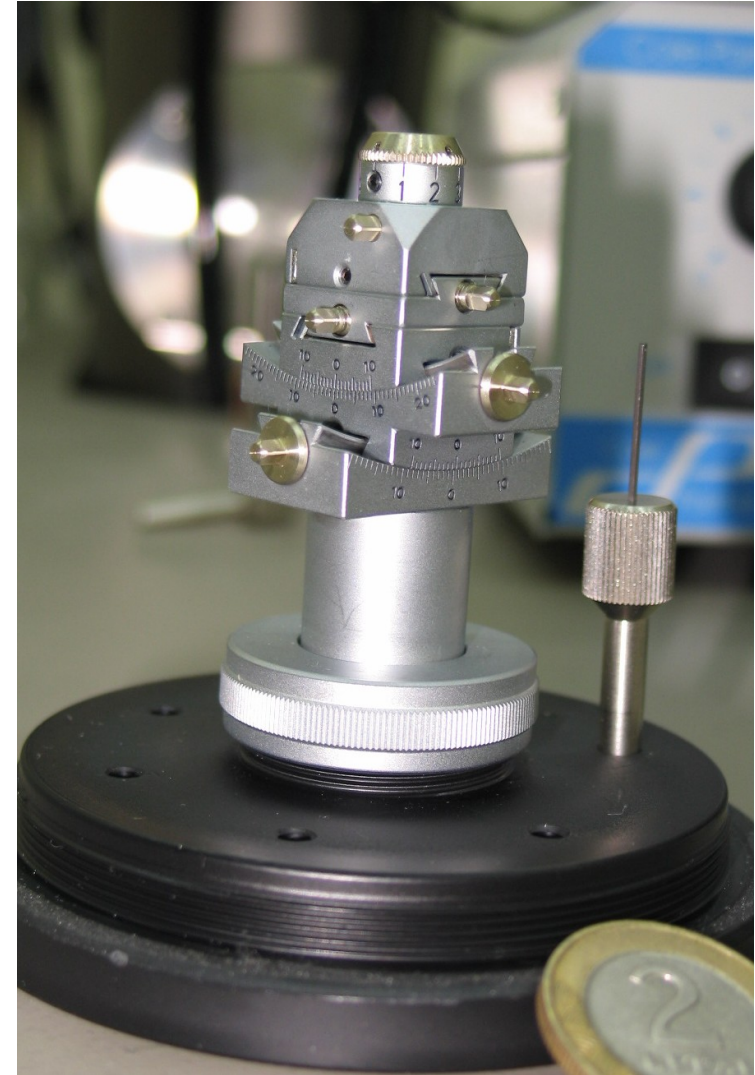
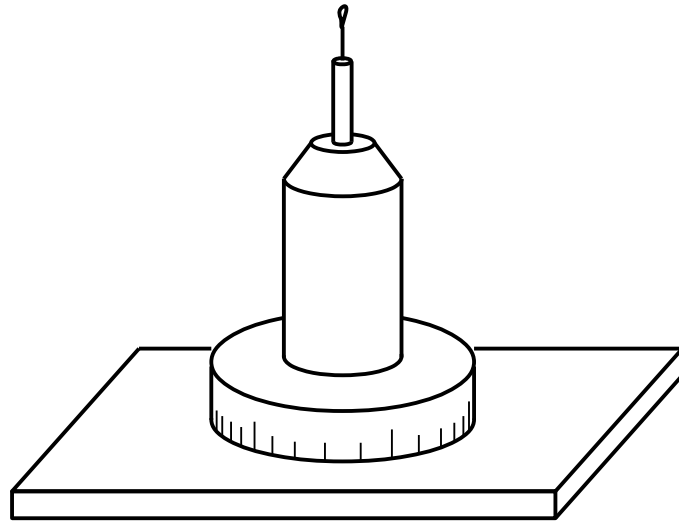
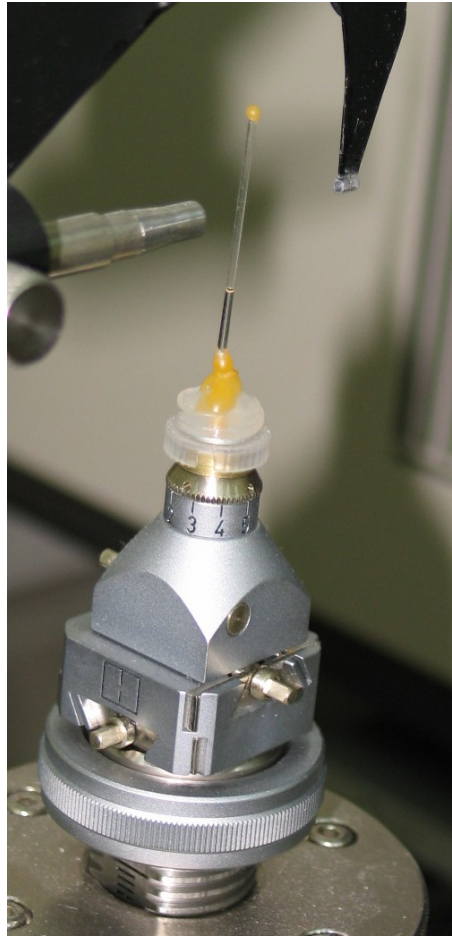
Rentgeno vamzdeliai



Sinchrononai



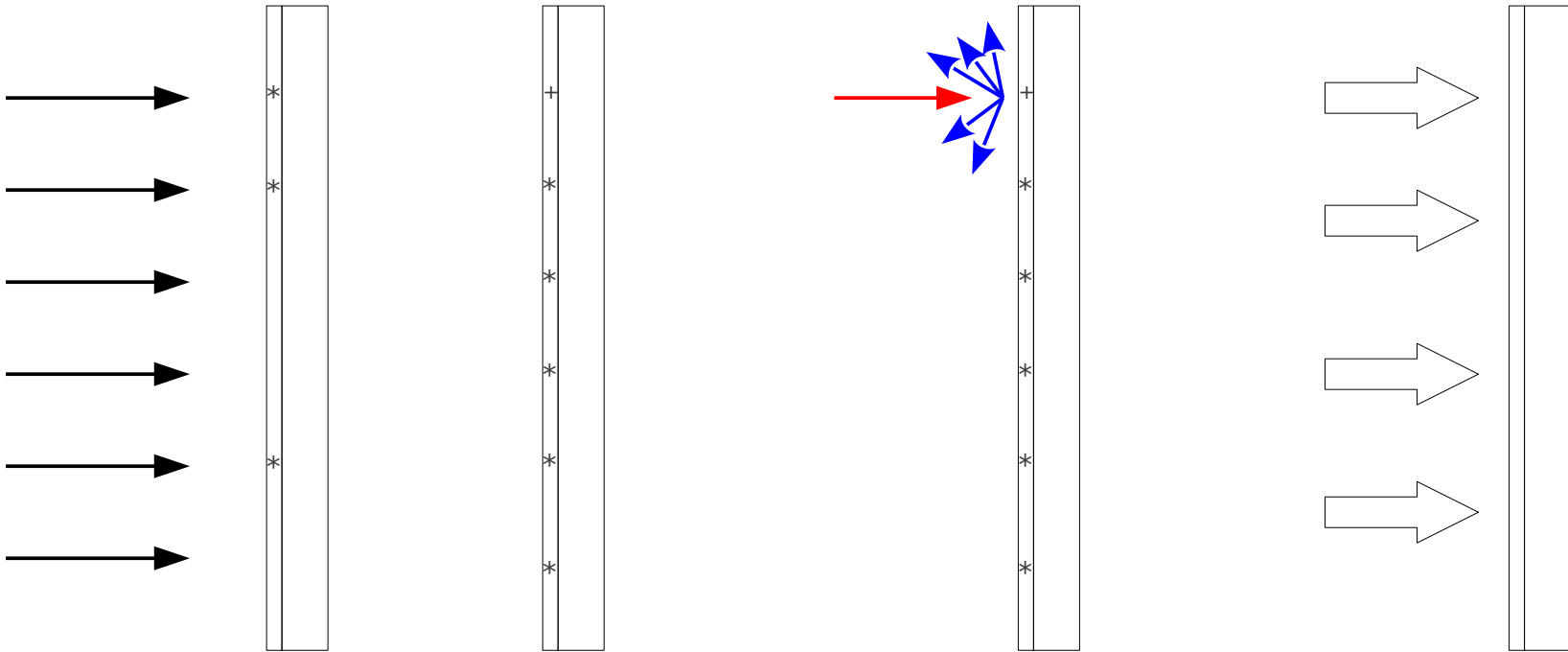
Goniometras



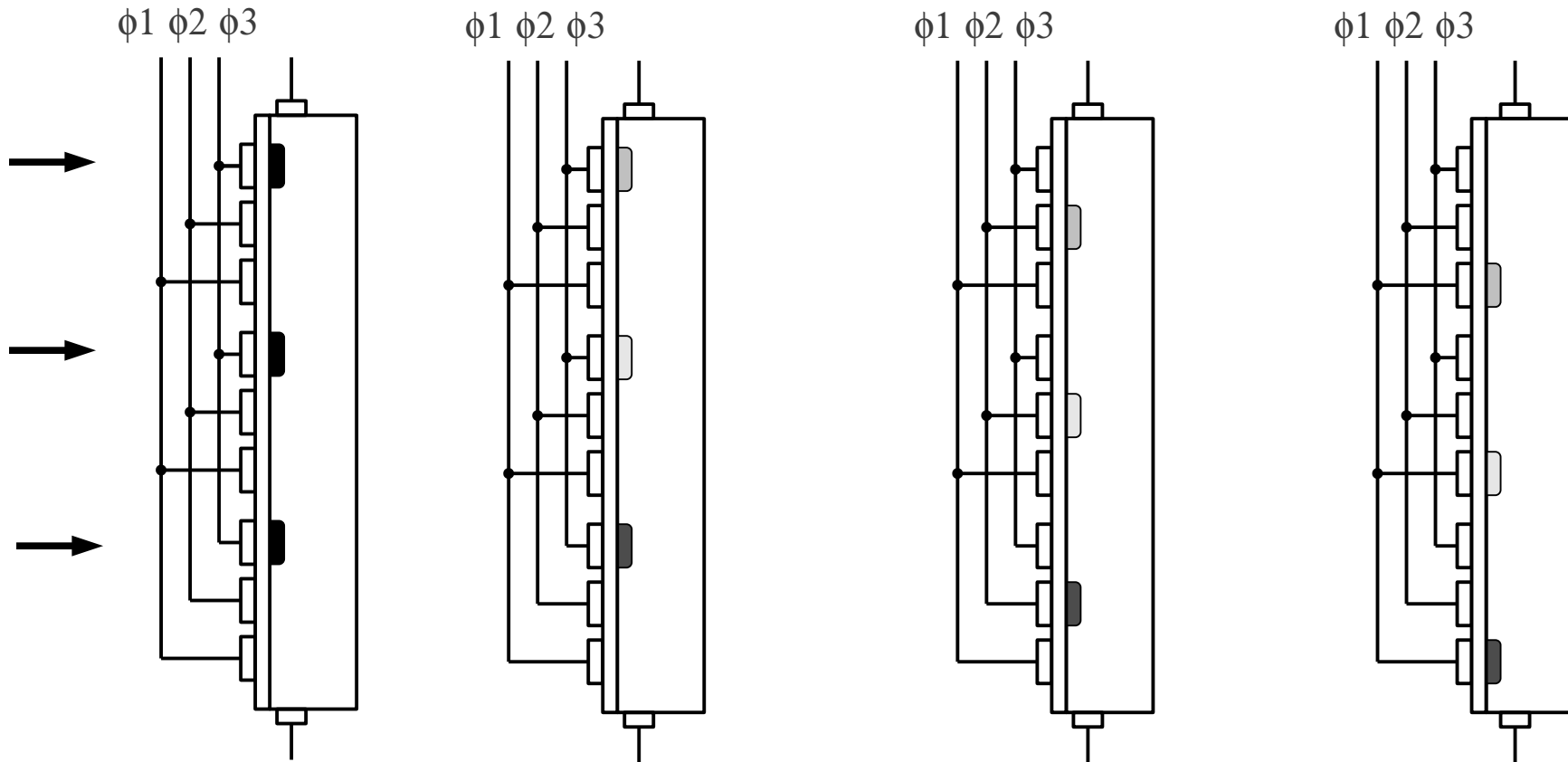
Detektoriai

- vaizdo plokštės
- CCD kameros (CCD – charge coupled device)
- sukryžiuotų vielų detektoriai
 - (televiziniai vamzdeliai)
 - (foto juostelė)
 - (Geigerio skaitikliai)

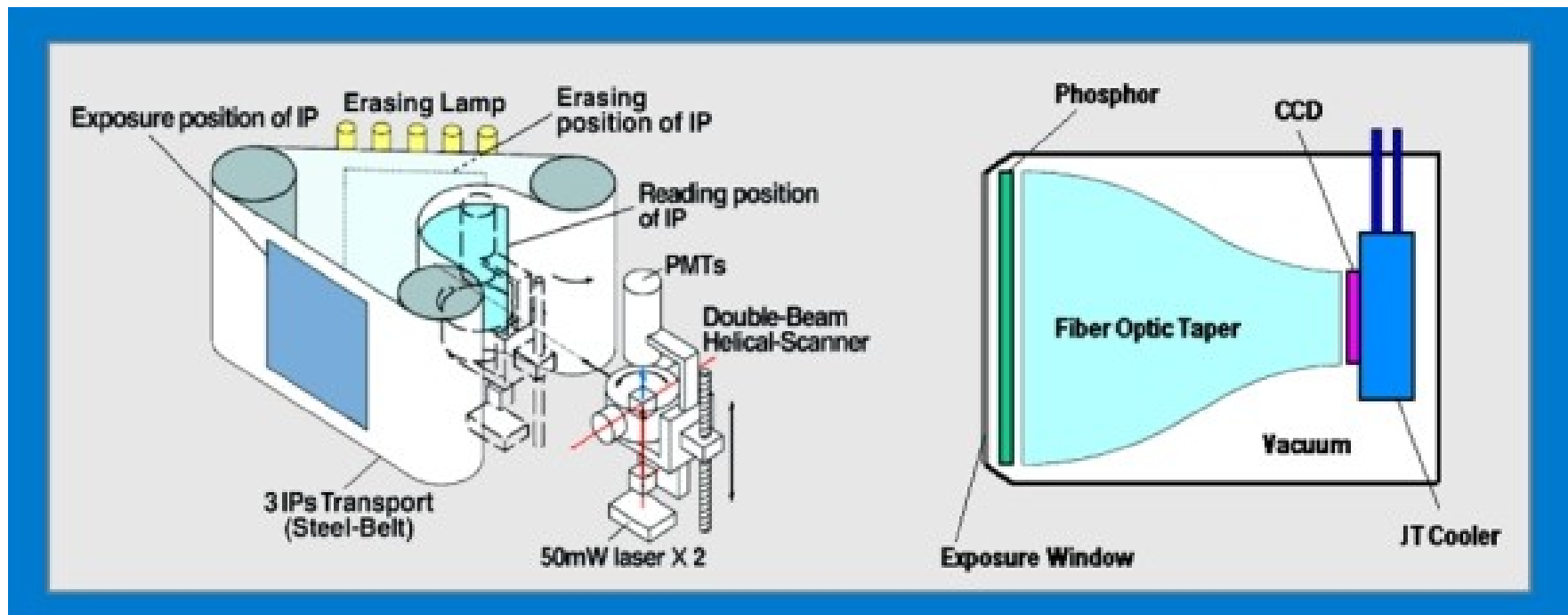
Detektoriai: Vaizdo plokštės



Detektoriai: CCD detektoriai

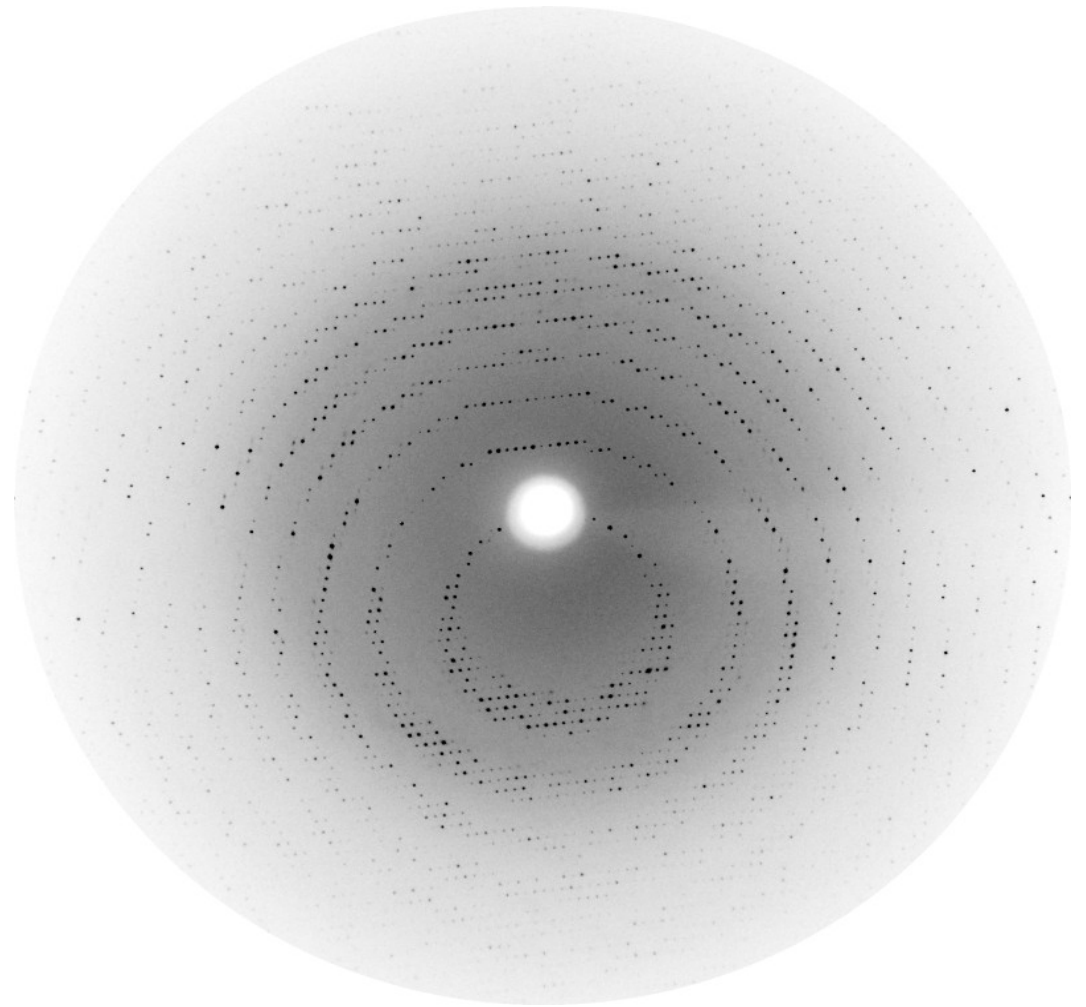
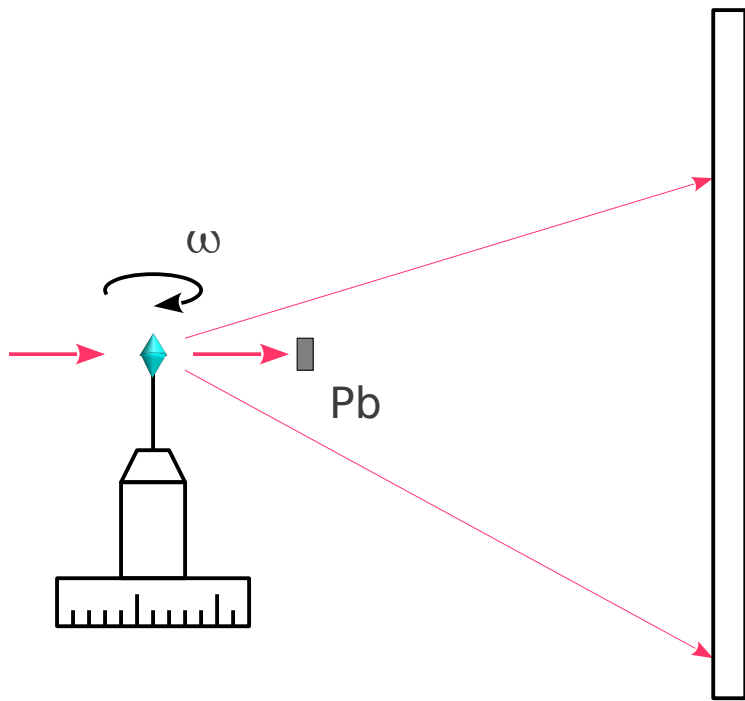


Detektorių konstrukcijos



Paimta iš: <http://www.rigaku.com/protein/detectors.html>

Tipiškas difrakcijos vaizdas

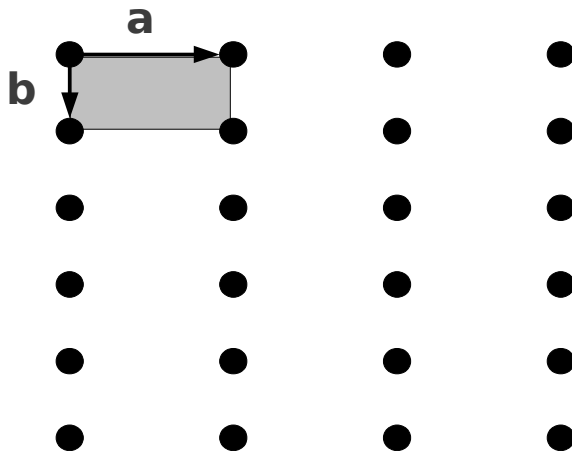


Kristalai – (betriukšmiai?) signalo stiprintuvai

Pagrindinės kristalo savybės:

1) periodiškumas

2) diskretiškumas



Rentgeno spindulių sklaidymas kristalais

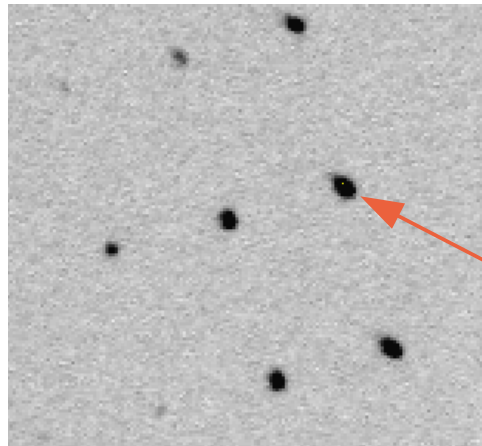
Periodiškumo ir diskretiškumo pasekmė:

**Rentgeno spinduliai nuo kristalo
išsklaidomi fiksuotais kampais.**

(Brego atspindžiai, Bragg's reflections).

Atspindžių savybės (1)

Kiekvienas atspindys
identifikuojamas trimis sveikais
skaičiais – indeksais (*tradiciškai
žymimi raidėmis h, k, l*)



Output	
Pixel X, Y	493 1294
XC, YC mm	73.8 194.1
Resolution	4.29
Indices	-16 -3 19
P Phi	329.68 width 1.74

Atspindžių savybės (2)

- Kiekvienas atspindys turi savo ***amplitudę*** (el. lauko amplitudė) ir ***fazę*** (el.-m. bangos vėlavimas, plg. su kitais atspindžiais) (amplitude, phase).
- Abu šie dydžiai sudaro *struktūrinį faktorių* (structure factor).

Atspindžių savybės (3)

- Atspindžių geometrinis išsidėstymas priklauso nuo **kristalo gardelės parametru** ir nepriklauso nuo elementarios gardelės turinio.
- Atspindžių intensyvumai (ir fazės) priklauso nuo **gardelės turinio**.

Duomenų rinkinys

Kristalą sukant, vieni atspindžiai išnyksta, kiti atsiranda. Norint surinkti visą informaciją apie kristalo turinį, reikia apsukti jį taip, kad „pamatytume“ visus galimus atspindžius, maksimum – 360° .

Kristalų simetrija ir duomenų surinkimas

- Fridelio dėsnis – apsukus kristalą 180° , atspindžiai pradeda kartotis – jų intensyvumai (beveik) lygūs tiems, kurie buvo stebimi prieš 180° .
- Kristalo simetrija gali dar sumažinti reikiamą posūkio kampą, kartais net iki 30° .

Duomenų rinkinio savybės

- Skiriamoji geba
- Pilnumas
- Kartotinumas
- Triukšmo lygis (R_{merge} , I/σ_I)

Informacija, užregistruota duomenų rinkinyje

- el.-m. bangas sklaido elektronai, nes jie daug lengvesni už branduolius,
- bet kur elektronai, ten ir atomai :-) \Rightarrow pagal elektronų tankio išsidėstymą galima nustatyti atomų pozicijas.

Informacija, užregistruota duomenų rinkinyje (2)

- Vidurkis laike
- Vidurkis erdvėje

Elektronų tankis

- Elektronų tankis yra elektrinio lauko **amplitudžių** ir **fazių** *Furje transformacija* (Fourier transform).
- ***Fazių problema***: deja, matuojami dydžiai tėra
 $I \sim |E|^2$, fazės gi prarandamos...