الفصل السادس

كاشفات مساحة
Area detectors

(٦,١) مقدمة Introduction

حتى بضع سنوات قليلة ماضية، كانت الغالبية العظمى من جمع بيانات حيود البلورة الوحيدة للتطبيقات الكيميائية تجرى بواسطة أجهزة قياس الحيود رباعية الحلقات. وجدت كاشفات المساحة الإلكترونية تطبيق محدود، الأكثر ملاحظة في EPSRC الممولة في خدمة علم البلورات الوطنية البريطانية، ثم بكارديف Cardiff، لكن المستخدمين الأساسين لكاشفات المساحة هم العاملين في مجال كريستالوجرافيا البروتين. إن إدخال أنظمة تصوير لوح إلى معامل الكريستالوجرافيا الكيميائية في أوائل ١٩٩٥م كان متبوعاً في ١٩٩٤م بأول جهاز شحنة- مقرنة تجاري متاح (CCD) مندمجاً داخل أنظمة معمل جاهزه. في السنوات ما بين الفترتين أصبحت هذه متاحة بشكل واسع من عدد من الممولين، قد انخفضت في السعر وأسست نفسها كتقنية اختيارية بين المشتغلين بالكريستالوجرافيا الكيميائية. حلت بسرعة محل أجهزة قياس الحيود رباعية الحلقات كأجهزة جمع بيانات قياسية.

إن النظرية الأساسية لجمع بيانات باستخدام كاشفات المساحة هي نفسها لأجهزة قياس الحيود رباعية الحلقات، كونها تعتمد على مفهوم الشبكية المعكوسة ومعادلة براغ. تظل مصفوفة توجيه البلورة، التي نوقشت سابقاً تلعب نفس الدور

المركزي في حسابات شروط الحيود وإعدادات هندسة جهاز قياس الحيود لكن تكون التطبيقات الجبرية المفصلة مختلفة. إن استبدال كاشف نقطة منفردة بكاشف مساحة يحمل معه كلا المميزات والعيوب رغم أن المميزات يمكن بصفة عامة اعتبارها هي السائدة. إنها ملخصة في الجدول رقم (٦,١).

(٦,٢) أنواع كاشفات مساحة Types of area detectors

شكل واحد من كاشف مساحة قد تم بالطبع استعماله في كريستالوجرافيا الشعاع السيني من بداية الموضوع. الفيلم الفوتوغرافي. لهذا ميزّات مرغوبة عديدة لكن تعاني من العيوب التي تتطلب تطور كيميائي للصورة، أنها ليست قابلة لإعادة الاستخدام وليست هناك احتمالية لمعرفة بالضبط متى تكون حزمة شعاع سيني معينة مرصودة (لا يوجد زمن تحليل). أنها أيضاً لا تملك نطاق ديناميكي مرتفع (نطاق الشدات الذي يمكن رصده بثقة). إن معظم أشكال صور فوتوغرافيا الشعاع السيني تعتمد على امتلاك بلورة موجهة، التي فيها يتراصف محور خلية وحدة التركيب أو متجه شبكية رئيس آخر في اتجاه معين (مثل أن يكون على طول أو عمودي على حزمة الشعاع السيني). رغم أن هذا لا يكون ضرورياً لكي نلاحظ تأثيرات الحيود فإنه ينتج نماذج حيود أكثر سهولة في التفسير، تعتمد التفاصيل الدقيقة على هندسة نوع معين من كاميرا الشعاع السيني المستخدمة (دوران، حركة مخروطية، ويسنبرج Weissenberg، دقة...إلخ). إن تقنيات الفيلم يمكن اعتبارها الآن وبشدة ذات اهتمام تاريخي بشكل أساسي.

إن أجهزة كاشفات المساحة الحديثة هي فعلياً نسخ إلكترونية من فيلم فوتوغرافي، التي تتغلب على بعض أو كل من عيوبه بدرجات متفاوتة. إنها، مع ذلك لها مساوئها التي قد تتضمن، لأنواع كواشف مختلفة، تكلفة عالية وقيود حجم فيزيائي، مدى ديناميكي للرصد، حساسية وتحليل فراغي وزمني. إن الاستمرار في تطوير الأنواع

الموجودة من كاشفات مساحة وتطوير أنواع جديدة، بعض منها باعتماد مالي تجـــاري وعمومي رئيسي يكون من شأنه تقليل هذه المساوئ.

الجدول رقم (٦,١). كواشف مساحة ضد أجهزة قياس الحيود التقليدية.

المميزات

- تسجيل آني لانعكاسات عديدة
- جمع بيانات أسرع يكون ممكناً
- لا يعتمد زمن جمع البيانات على حجم التركيب
- بيانات متكافئة التماثل زائدة كثيراً عن الحاجة ممكناً
- حجب سريع للعينات
- ليس من الضروري أن نحصل على خلية وحدة تركيب صحيحة قبل جمع البيانات
- نموذج حيود كامل مقاس، ليس فقط مواضع انعكاس براغ
- اختزال احتمالية الحصول على خلية غير صحيحة من بضع انعكاسات موجودة أصلاً
- يمكن تحميل بلورة رديئة النوعية وحيود أضعف
- حركة بلورة أقل ضروري، أسهل أن تستخدم درجة حرارة منخفضة وملحقات أخرى
- سهولة إبصار نموذج الحيود، جيد للتعليم والتدريب

العيوب

- تكلفة صيانة وربما رأسمال أعلى
- الحاجة إلى أجهزة حاسوب بسرعة عالية وسعة عالية
- الحاجة إلى تصحيحات بعناية للتأثيرات اللا منتظمة وأخرى
- تمييز أقل ضد أطوال موجية أخرى للشعاع السيني أي التوافقية
- حجم الكاشف المحدود قد يؤدي إلى صعوبات مع خلايا وحدة تركيب كبيرة بأشعة سينية من Cu Kα

إن الميزة الأساسية الواضحة لكاشفات مساحة إلكترونية على عدادات ومـــضية scintillation counters تقليدية على أجهزة قياس الحيود هي قدرتها على رصد بيانـــات حيود على زاوية مجسمة أساسية. طالما تكون حيود براغ الطبيعي هو المعني، فإن هـــذا

يعني قياس متزامن لعدد انعكاسات بدلاً من قياس انعكاسات متسلسل في ترتيب معين؛ يعتمد عدد الانعكاسات المقاسة بالتزامن على حجم خلية وحدة التركيب وأيضاً على حجم الكاشف. بالإضافة، فإن كاشف مساحة يرصد فعلياً كل نموذج الحيود الاعتراضية وليست انعكاسات براغ فقط أي أن كل الحيّز المعكوس يكون مرصوداً وليست فقط المناطق المباشرة حول نقاط الشبكية المعكوسة. إن هذا يمكن أن يكون مفيداً لأغراض خاصة مثل دراسة تراكيب غير قابلة للقياس، لكنه بصفة عامة لم تستغل بعد في تحليل تركيب. ميزة ذات علاقة هي أنه ليس في الواقع من المهم أن تؤسس خلية وحدة التركيب الصحيحة ومصفوفة توجه البلورة قبل بداية جمع البيانات (رغم أن هناك أسباب جيدة لعمل هذا متى كان متاحاً)، بسبب أن هذا يمكن أن يكون موجوداً فيما بعد من الصورة المرصودة والمخزنة. في حالة جهاز قياس الحيود رباعي الحلقات، تعني مصفوفة توجه غير صحيحة عدم جدوى حزمة بيانات بسبب أن مواقع الانعكاس المتنبأ بها فقط تكون مستكشفة.

على الجانب الآخر من التوازن، لا تشمل فقط مساوئ التكلفة الكبيرة (يتزايد الطلب الآن لكاشفات المساحة ويتضاءل الاهتمام بالآلات رباعية الحلقات) لكن أيضاً طلب أعلى على مصادر حاسوبية للتعامل مع حزم بيانات أكبر وقياسات أسرع لها والحاجة إلى تصحيحات دقيقة لعدم انتظام لاستجابة كل من الشدة والفراغية للكاشفات. قد تتطلب حزمة كاملة من الصور لبلورة ذاكرة تخزين بقدرة جيجا بايت أو أكثر للتشغيل لاستخلاص الانعكاسات منها. إن النمو القوي في الطاقة وهبوط أسعار الحاسوبات يعني أن ذاك أيضاً ليس بذات أهمية كبرى.

توجد هناك عدة أنواع مختلفة من كاشف مساحة تستخدم حالياً على أجهزة قياس حيود الشعاع السيني:

١- غرف تناسبية متعددة- الأسلاك Multi-wire proportional chambers (MWPC).
في العدادات التناسبية يُحدث كل فوتون شعاع سيني ساقط تأين في غاز الكاشف، ومن ثم تيار في سلك عالي الجهد MWPC عادة له حزمة واحدة من أسلاك متوازية وحزمة ثانية عند زوايا قائمة ويحث تيار في سلك أو أكثر من كل حزمة لفوتون الشعاع السيني. هكذا يكون الزمن والموضع الذي يصل عنده الفوتون معلوماً. تملك MWPC ميزات عن كاشفات مساحة أخرى في أن الإشارة الخارجة تكون لحظية (زمن التحليل يكون مثالياً). لا يوجد تشويش متآصل في الكاشف وفاعلية العد تكون عالية. مع ذلك، توجد مشكلة مع اختلاف الوضع الظاهري، خاصة عند الأطوال الموجية القصيرة، مختزلة الإحكام الفراغي، ويكون معدل العد الإجمالي مقيداً بفترة الهمود التي تؤثر على الكاشف ككل لكل فوتون منفرد مسجل. قد تم استعمال أجهزة MWPCs حتى الآن بشكل رئيسي لبلورات البروتين مع إشعاع النحاس، التي تكون فيه مشكلة اختلاف الوضع الظاهري ليست ذات أهمية كبيرة ولا تكون الشدات عاليه بصفة خاصة. لم يتم استعمالها بشكل ملحوظ للكريستالوجرافيا الكيميائية. الكاشفات التي يمكن أت تتحمل معدلات عد أكبر يتم تطويرها حالياً خاصة للاستخدام على مصادر مسرّع جسيمات مغناطيسي (السنكروترون)، لكنها غالية جداً لتأسيسها وصيانتها.

٢- مادة متفسفرة مقرونة بكاميرا TV. يكون الاقتران بواسطة الألياف البصرية، تحول المادة المتفسفرة الأشعة السينية الساقطة إلى ضوء مرئي ليستدل عليه بكاميرا TV بمستوى ضوء منخفض. يعطي هذا النوع من الكاشف أيضاً قراءة فورية، لكن تكون المساحة الفعالة صغيرة نسبياً كذلك المدى الديناميكي وتكون نسبة الإشارة إلى التشويش أقل ملاءمة عن كاشفات مساحة أخرى. إن

نظام TV الأوسع استعمالاً هو Enraf-Nonius FAST؛ إن تطبيقها للكريستالوجرافيا الكيميائية قد تم بشكل رئيسي في مركز خدمة الكريستالوجرافيا القومي ESPSRC بكارديف حتى ١٩٩٨م. إنها لم تُعد متاحة تجارياً، إنها للأهمية التاريخية فقط.

٣- ألواح تصوير (IPs). بدلاً من تحويل الأشعة السينية إلى ضوء مرئي، تختزن المادة الفسفورية في هذه الأجهزة الصورة في شكل مراكز إلكترون مقتنص ملونة. يمكن لهذه أن "تقرأ" بالإثارة من ضوء ليزر مرئي (الذي يتسبب في أن تطلق الضوء المميز الخاص بها للكشف بواسطة مضاعف ضوئي) ومن ثم تتحرر بضوء مرئي قوي قبل تعرض آخر لأشعة سينية. الميزة الرئيسة لألواح التصوير هي أنها متاحة بأحجام كبيرة وغير مكلفة نسبياً؛ أنها تملك أيضاً كفاءة رصد عالية وتحليل فراغي مرتفع. العيب الأساسي هو الحاجة إلى طريقة منفصلة لقراءة البيانات المستخرجة، التي تشمل آلات معقدة لمسح حزمة الليزر على كل السطح وتكون أبطأ بكثير عن أي كاشف مساحة إلكتروني آخر، غالباً ما تأخذ دقائق بدلاً من ثواني. ألواح تصوير أسرع حالياً تحت التطوير وطريقة أخرى لاختزال الزمن اللا متاح للتعريض الشعاع السيني هو استخدام لوحين أو أكثر بحيث يقوم أحدهما بتسجيل صورة بينما يكون الآخر للقراءة، رغم إن هذا سوف يضيف إلى التكلفة والتعقيد. تزود أنظمة IP التجارية المستخدمة للكريستالوجرافيا الكيميائية بعدد من المصنعين؛ يمكن الحصول على ألواح التصوير أيضاً من مصادر أخرى وتستخدم بمسح مفصول ولكن يكون هذا أقل ملاءمة بدرجة كبيرة.

٤- أجهزة مقترنة- الشحنة (CCDs). هذا النوع من الكاشف أكثر ألفة في كاميرات فيديو، تطبيقات سوق أخرى هو شبه موصل الذي فيه تنتج الأشعة

الساقطة أزواج إلكترون- ثقب؛ تقتنص الإلكترونات في آبار جهد ومن ثم تخرج المعلومات كتيارات. لا يجرى عادة تسجيل مباشر للأشعة السينية، لأسباب متنوعة. بدلاً من ذلك تكون المادة المتفسفرة مقرونة بليف بصري بشريحة CCD، التي تكون مبردة لكي تختزل مستوى تشويشها الإلكتروني المتأصل (إثارة حرارية للإلكترونات). يكون الترتيب الكامل للأحداث الواقعة: (أ) يصدم الشعاع السيني المادة المتفسفرة عند مقدمة الكاشف وينتج ضوء مرئي؛ (ب) تنقل الألياف البصرية الضوء إلى شريحة CCD الأصغر، عادة تحجم تكبير الصورة؛ (ج) تتولد أزواج إلكترون/ثقب داخل الشريحة بالضوء الساقط (د) تستخرج بيانات الإلكترونات المقتنصة في آبار الجهد كتيارات بعد اكتمال زمن التعريض المطلوب. يتحد رصد فعال، مدى ديناميكي مرتفع، مستوى تشويش منخفض وزمن قراءة في ثانية أو جزء من الثانية لكي تعطي CCD بعض المميزات الواضحة ككاشف مساحة سريع، لكن حتى الآن، فإن شرائح بجودة متوسطة نسبياً هي المتاحة، متطلباً اتساع ليفي بصري جوهري ليحرز مساحة مادة متفسفرة متوسطة الفاعلية في معظم الحالات. من الأنواع المتنوعة من كاشف مساحة المستخدمة حالياً تمتلك أفضل جهد لتطوير أبعد وجهود مكثفة تُصنع حالياً في إنتاج شرائح أكبر وأكثر حساسية بدون إطالة زمن البيانات المستخرجة بشكل ملحوظ. إن أنظمة CCD التجارية للكريستالوجرافيا الكيميائية متاحة حالياً من عدة مؤسسات رئيسية تجارية (شركات). من المستحب أن نرى في السنوات القليلة القادمة إدخال ما يسمى مجموعات من عناصر مرتبة "pixel array" كشكل أخر من كاشف الحالة الصلبة الذي ينبغي أن يكون قادراً على رصد الأشعة السينية مباشرة على مساحة أكبر.

لا توفر كاشفات مساحة إمكانية جمع بيانات الحيود بسرعة أكثر فقط، رغم كذلك بصفة عامة يعتبر هو مميزها الرئيسي. إنها أيضاً تصنع تجارب ملائمة التي تكون خارج نطاق أجهزة قياس الحيود رباعي الحلقات التقليدية، من خلال حساسيتها الأعلى وتسجيل النموذج بالكامل.

تطبق المناقشة التالية أكثر بدرجة متساوية لأي نوع من كاشف مساحة، لكن سوف نشير بصفة خاصة إلى أنظمة CCD، حيث إن هذه هي الأكثر استعمالاً في الكريستالوجرافيا الكيميائية.

(٦,٣) بعض خصائص أنظمة كاشف مساحة CCD

Some characteristics of CCD area detector systems

يكون كاشف مساحة سواءً CCD أو نوع أخر فقط مكون واحد من تجربة حيود البلورة الوحيدة. إنه يكون في حاجة إلى أن يكون متحداً مع مقياس زوايا لتركيب وتحريك عينة البلورة، مصدر للأشعة السينية، وأنظمة تحكم إلكترونية وحسابية. يتكون الكاشف نفسه من لوح وجه ومادة متفسفرة، عادة زجاج ألياف بصرية مقترنة من المادة الفسفورية إلى CCD (ولو أن هناك أشكال أخرى من الاقتران البصري قد بدأت في الاستعمال) شريحة CCD نفسها مع النظام الإلكتروني ونظام التبريد لها. تختلف تفاصيل هذه المكونات مع المولين، ولو أنها كلها قد صممت لتؤدي نفس المهمة بشكل رئيس ومواصفات تقنية مستمرة في التغير.

رغم أن كاشف مساحة يرصد عدداً من حزم محادة بشكل آني، فإنه لا يزال من الضروري أن تدوير البلورة في حزمة الشعاع السيني حتى يمكن أن تنفذ كل الانعكاسات المتاحة. في معظم الأنظمة الكريستالوجرافيا الكيميائية يكون الكاشف محاداً إلى أحد الجوانب بدلاً من كونه معلق عمودياً على حزمة الشعاع السيني الساقطة، بحيث يمكن ملاحظة زاوية براغ بالحد الأقصى في الارتفاع لموضع كاشف منفرد. تعطي التصميمات

والتركيبات التقليدية بيانات لزاوية براغ عظمى θ بحوالي $25\text{-}30^{\circ}$ مناسبة لتحديد تركيب قياسي بأكثر من بيانات ملائمة لنسبة بارامترية لو استخدم إشعاع Mo Kα. تعني الطبيعة ثنائية الأبعاد للكاشف أنه ليس من الضروري كما في آلة رباعي الحلقات أن تحضر كل الانعكاسات إلى مستوى أفقي (يعتبر محور ω عمودي وحزمة الشعاع السيني أفقي). من ثم تحرك قليل للبلورة يكون مطلوباً لتنفذ إلى كل الانعكاسات. إن المزايا والعيوب النسبية لتصميمات مقياس الزوايا المختلفة بدوران ودورانين وثلاث دورانات متاحة لبلورة نوقشت بحرارة؛ بدون شك مع محور دوران واحد فقط ولبعض أنظمة بلورة منخفضة التماثل وتوجهات بلورة معين، قد لا تكون كل الانعكاسات مقاسة. لا يوجد أيضاً توافق عام حول جدارة جمع بيانات بالدوران حول محاور مختلفة. يعطي عدم امتلاك حلقة- χ كاملة حرية أكثر إلى حد كبير لتسهيلات إضافية مثل أنظمة درجة الحرارة المنخفضة.

يمكن لأنظمة CCD أن تكون مشتركة مع مصادر الشعاع السيني بنفس الطريقة كما في أجهزة قياس الحيود رباعي الحلقات: أنابيب مختومة تقليدية، أقطاب موجبة دوارة، أنواع جديدة من أنابيب بؤرية، وإشعاع مسرع جسيمات مغناطيسي تكون كلها مستخدمة.

هناك تصحيحات في حاجة إلى أن تطبق على صور CCD الخام لعدة عوامل. تتكامل هذه عادة بشكل تام داخل الأنظمة التجارية. بعض من هذه التصحيحات مدرجة هنا:

١- تشوه فراغي. أن تحجيم التكبير demagnification لصورة الحيود من المادة المتفسفرة إلى شريحة CCD بواسطة ألياف بصرية دقيقة الطرف مستخدم في معظم الأجهزة لا يكون خطياً دائماً وفقاً لمقياس مدرج وضع خرائط لصور CCD إلى لوح الاستناد الأصلي. لوح الاستناد الأصلي يكون في حاجة إلى

أن يعاير ومن ثم يطبق تصحيح إلى كل صورة. ممكن عمل المعايرة على سبيل المثال بتسجيل نموذج الأشعة السينية من مشتت لا بلوري أو عينة فلورية خلال شبكية مصنوعة بعناية من ثقوب دقيقة موضوعة فوق سطح الكاشف. إنه يكون في حاجة إلى أن يعمل مرة واحدة إلا إذا تغير تجميع المادة المتفسفرة- درجة الاستدقاق- CCD بأي طريقة.

٢- استجابة شدة غير منتظمة. قد تؤدي شدة الشعاع السيني الساقط المتساوية عند نقاط مختلفة على سطح الكاشف إلى عدد غير متساوي من الإلكترونات عند عناصر الصورة المقابلة على CCD لأسباب متنوعة في أجزاء مختلفة من النظام. تشتمل المعايرة على رصد شدة منتظمة "بمجال غامر" وقياس صورة CCD لهذا.

٣- عناصر صورة سيئة. قد تشمل أخطاء ضئيلة في إنتاج CCD عناصر صورة (pixel) منفردة أو صفوف زوجية من عناصر صورة لا تستجيب بشكل صحيح إلى الضوء الساقط. تعني أخطاء جوهرية عدم استعمال الشريحة، لكن لبعض من عناصر الصورة أن تُجاز وتهمل خاصة لأنظمة تكون فيها عناصر الصورة ملبلبة بتجميع 2x2 أو بمجموعات أخرى من عناصر الصورة بدلاً من استخدام جميع العناصر بشكل منفرد.

٤- تيار مظلم. تؤدي الإثارة الحرارية إلى توليد واقتناص إلكترونات في آبار عنصر صورة CCD حتى لو لم يكن هناك ضوء ساقط ويؤدي هذا ببطء إلى بناء خلفية "صورة قاتمة" على الكاشف التي سوف تكون البيانات المستخرجة مركبة على الصورة الحقيقية. يُختزل التأثير إلى الحد الأدنى بتبريد CCD (مثالياً بين ^{o}40- و ^{o}80-) ويمكن أن يصحح برصد صورة تيار معتمة (لا أشعة سينية) في نفس الوقت كتعريض عادي وطرح هذه من كل صورة

مقاسة. تكون صورة تيار معتمة معتمدة على الحرارة وتكون في حاجة إلى أن تقاس لطول زمني ملائم، ومن الأفضل أن تكون متوسطة لعدة رصودات لاختزال التقلبات أو التذبذبات الإحصائية.

(٦,٤) تجربة مثالية A typical experiment

إن الخطوات الداخلة في تركيب وجمع بيانات بكاشف مساحة تكون مشابهة لتلك الخاصة بجهاز قياس الحيود رباعي الحلقات، لكن تكون هناك بعض الفروقات الهامة، وتكون العملية ككل عادة أسرع بكثير.

(٦,٤,١) عرض البلورة Crystal screening

يكون تثبيت وتمركز البلورة البصري بالضبط كما هو على آلة رباعي الحلقات. يمكن لكشف ثبات التوجه العشوائي (أو تذبذب بسيط) أن يقاس في ثواني معدودة ويعطي غالباً إشارة لحظية لجودة وشدة الحيود بواسطة البلورة. عند هذه المرحلة، يمكن التعرف على مشاكل مثل التبلور الرديء، انقسام واضح للانعكاسات، وحيود ضعيف بشكل عام ويتم اختيار بلورة مختلفة. يتطلب تقييم الانتشار الفسيفسائي للانعكاسات أن نجمع سلسلة من الصور، لكن هذا يمكن إحرازه خلال دقائق معدودة أو يمكن عمله بشكل ملائم كجزء من تحديد وحدة خلية التركيب وتوجه البلورة في الخطوة التالية. إن طابور أساسي من عينات رديئة الجودة يمكن التخلص منها بسهولة في مرحلة مبكرة! ينبغي ذكر أنه رغم ذلك فإن أنظمة CCD يمكنها غالباً التعامل مع عينات أقل جودة من أجهزة قياس الحيود رباعي الحلقات وتظل تعطي نتيجة تركيبية مقبولة، بسبب حساسيتها المرتفعة وكفاءتها بصفة عامة.

(٦,٤,٢) تحديد خلية وحدة التركيب ومصفوفة التوجه

Unit cell and orientation matrix determination

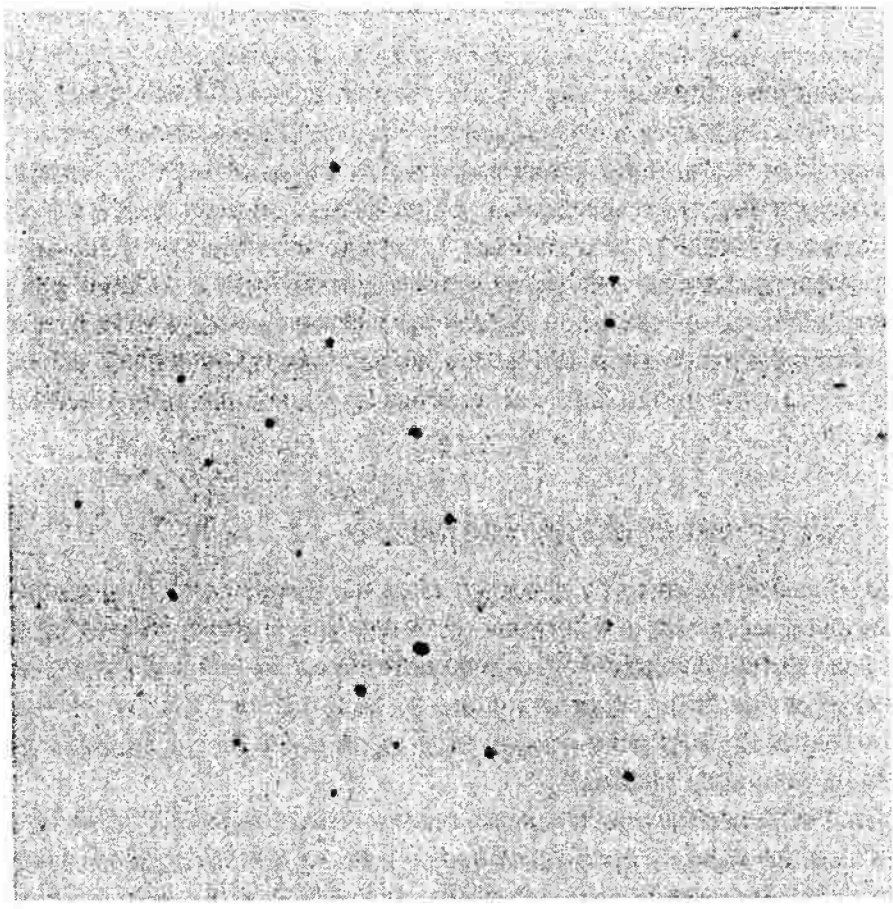
إن تجميع سلسلة من صور قصيرة التعرض (تعطى بشكل أفضل أكثر من منطقة صغيرة من حيّز معكوس) تأخذ بضع دقائق. مبين في الشكل رقم (٦,١) صورة تقليدية منفردة. يتم الحصول على مواضع الانعكاسات، شاملة استكمال بين صور متتابعة لكي نحصل على زوايا ضبط دقيقة وتخزن هذه في قائمة ببرنامج تحكم. إن هذا يكون مكافئاً لبحث انعكاس أولي على جهاز قياس الحيود رباعي الحلقات ويعطي إحداثيات الانعكاسات المشاهدة في حيّز معكوس، إسناداً إلى محور مقياس الزوايا. مع تراكيب بحجم معقول وكثافات متوسطة، قد يكون هناك أكثر من مئة انعكاس مقارنة بـ 10-25 المستخدمة غالباً في رباعي الحلقات.

إن تصنيف الانعكاسات وتحديد توجه البلورة وبارامترات خلية وحدة التركيب يتبع ما هو موصوف سابقاً، مع ميزة امتلاك عادة انعكاسات أكثر عديدة ومن ثم احتمالية أقل في الحصول على خلية غير صحيحة. إن العدد الأكبر من الانعكاسات يمكن جعله أسهل في أن نحصل على نتيجة من التوأمات والعينات الأخرى التي لا تكون بلورات منفردة، رغم أن الناتج يكون في حاجة إلى أن يفحص بعناية لنرى أي انعكاسات لا توافق الخلية المقترحة وفيما إذا كان هناك تفسير واضح لهذا. إن تقدير الانتشار الفسيفسائي يكون عادة جزء من هذه الخطوة، إنه من المهم للقرارات كيف تجمع حزمة البيانات الكاملة وكيف نستخلص شدات من صور بيانات أولية.

اختلاف واحد مهم جداً عن آلات رباعي الحلقة هو أن تحديد مصفوفة توجه مسبقاً عن جمع بيانات كاملة لا يكون أساسياً، بسبب أن نموذج الحيود الكامل يكون مقاساً بدلاً من نقاط الشبكية المعكوسة فقط (انعكاسات براغ). إن الحصول على مصفوفة يمكن تركه إلى أن يتم قياس الحزمة الكاملة من الصور، لكن لابد من عمله قبل أن يتم توقع مواقع الانعكاس وأوجه التكامل للشدات. إن مصفوفة أولية غير صحيحة

(أو غير محددة) وخلية ليست مشكلة حيث إن تحديدها يمكن أن يراجع متبعـــاً لجمـــع حزمة البيانات الكاملة بدون فقد بيانات.

إن خلية وحدة التركيب والمصفوفة يمكن أن تختبر بالضبط كما في تجارب جهاز قياس الحيود رباعي الحلقات كما هو موصوف في الفصل السابق.



الشكل رقم (٦,١). سلسلة صور بيانات تقليدية ضيق الزاوية قصير التعرض من كاشف CCD.

(٦,٤,٣) جمع بيانات Data collection

بعض البارامترات في حاجة إلى أن تضبط لمجموعة البيانات الكاملة اعتماداً على قياسات العرض الأولية وتحديد خلية وحدة التركيب. تشمل العوامل التي تؤثر على هذه القرارات المستوى العام للشدة (اختيار أزمنة قياس الصور)، انتشار فسيفسائي (اتساع زاوي لصور منفردة، التي تقاس فوق نطاق ضيق من محور مقياس زوايا واحد بدلاً من الثبات)، وتماثل بلورة (جزء من نموذج حيود لكامل المجال للقياس). توفر كاشفات مساحة ميزة درجة عالية من وفرة البيانات، مع عديد من انعكاسات متكافئة التماثل وقياس نفس الانعكاسات في مواضع مختلفة؛ يساعد هذا في اختزال أخطاء ويقدم أيضاً معلومات عن أي تصحيحات أساسية لتأثيرات منهجية مثل الامتصاص. حتى مع درجة عالية من الوفرة، فإن جمع البيانات يأخذ في الغالب بضع ساعات فقط.

(٦,٤,٤) تصحيحات واختزال بيانات Data reduction and corrections

تحتاج شدات متكاملة إلى أن تستخلص من الصور الأولية. يستخدم برنامج الحاسوب للتكامل مصفوفة التوجه لتحديد مواضع الانعكاس ويمكن أن يستغل تقدير الشدات للمعلومات ثلاثية الأبعاد المتاحة لكل انعكاس في شكل ما من موائمة الصورة الجانبية. قد تكون هناك تسهيلات لتحديث وتنقيح مصفوفة التوجه أثناء عملية التكامل للسماح للشكوك أو التغيرات التدريجية في توجه البلورة.

كما في قياسات جهاز قياس الحيود رباعي الحلقات، تحتاج إلى عمل تصحيحات العوامل Lp (التي تكون خاصة بالجهاز) وحيث يكون ملائماً لتغيرات امتصاص وشدة حزمة ساقطة (خاصة في عمل مسرع الجسيمات المغناطيسي) ومصادر أخرى من أخطاء منهجية.

تشمل روتينية مخرجات اختزال بيانات عادة تحليل أهمية بيانات (نسب I/σ كدالة في زاوية براغ ومتغيرات أخرى) وتقارب ووفرة بيانات. تكون حزمة البيانات حينئذ جاهزة لتحديد التركيب.

إن الدرجة العالية من وفرة البيانات مع انعكاسات منفردة مقاسة أكثر من مرة في مواضع بلورة وكاشف مختلفة ومع تقارب الانعكاسات متكافئة التماثل مقدرة غالباً لكل المنطقة من الحيّز المعكوس ضمن زاوية براغ عظمى معينة، تسمح بفحص شامل لأخطاء منهجية محتملة في الشدات ووسائل عمل تصحيحات مؤثرة. تعتمد هذه على حقيقة أنه في غياب أخطاء منهجية ينبغي لانعكاسات متكافئة التماثل أن يكون لها شدات متطابقة. قد تعزى الأخطاء إلى عدة عوامل، شاملة امتصاص، حزمة غير متجانسة تُغير الشدة المتعاقب، انحلال حزمة مسرع جسيمات مغناطيسي وعدم استقرارات خاصة بالجهاز. أنها عادة تكون منمذجة في طريقة تجريبية ما، مثل مجموع توافقيات كروية مع اتجاهات حزمة ساقطة ومحادة كمتغيرات الدالة ، ويمكن حساب عوامل تدريج وتطبيقها لصور مرصودة منفردة لتحسين التوافق لمتكافئات التماثل. قد تكون التحسينات شديدة، لكن العيب في أنه يكون من الصعب أو من المستحيل أن نحل الإسهامات المختلفة في الأخطاء.