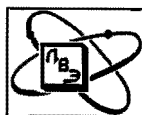




ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Д13-88-602

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ
ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ ДЕТЕКТОРЫ
ДЛЯ СТРУКТУРНЫХ
И РАДИОИЗОТОПНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ



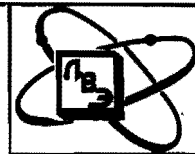
POSITION-SENSITIVE DETECTORS
FOR APPLICATIONS
IN STRUCTURE ANALYSIS
AND IN TL-RADIOCHROMATOGRAPHY

Дубна 1988

Объединенный институт
ядерных исследований
БИБЛИОТЕКА

Ю.В.Заневский,
А.Б.Иванов,
С.А.Мовчан,
Т.Нэтушил,
В.Д.Пешехонов,
С.П.Черненко,
Г.А.Черемухина,
Чан Дык Тхань

**Yu.V.Zanevsky,
A.B.Ivanov,
S.A.Movchan,
T.Netushil,
V.D.Peshekhonov,
S.P.Chernenko,
G.A.Cheremukhina,
Tchan Duc Thanh**



Автоматизированные позиционно-чувствительные детекторы ионизирующего излучения — детекторы "изображений" — широко используются для исследований в различных областях науки — биологии, медицине, астрономии и т.п. Применение таких детекторов в отличие от традиционных позволяет сократить радиационную дозу и существенно ускорить процедуру исследований.

Лаборатория высоких энергий ОИЯИ совместно с организациями стран-участниц ОИЯИ осуществляет широкую программу сотрудничества по разработке детекторов "изображений" для рентгеноструктурных и радиоизотопных исследований.

В состав детектора входят:

- газовая многопроволочная позиционно-чувствительная камера с линиями задержки для считывания координатной информации;
- регистрирующая электронная аппаратура, выполненная в стандарте КАМАК;
- микрокомпьютер;
- комплект программ, обеспечивающих прием и представление данных, а также контроль системы.

ДВУМЕРНЫЕ ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Предназначенные для параллельной регистрации дифракционной картины в координатных дифрактометрах, двумерные детекторы позволяют в 50 раз увеличить скорость набора информации по сравнению с одноканальными дифрактометрами.

The automatic position-sensitive detectors of ionizing radiation are widely used for many investigations in the field of biology, medicine, astronomy, etc. The application of position-sensitive detectors allows one to reduce the radiation dose and to accelerate the research.

Now a wide project is being realized at the Laboratory of High Energies, JINR, in collaboration with other institutes of the JINR member states, on the development of imaging detectors for the structure analysis by means of X-ray and neutron radiation and for studies, where the area distribution of radioisotopes is the object of interest.

The typical imaging-detector system consists of:

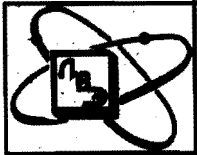
- a gaseous multiwire chamber with delay line readout of coordinate information,
- read-out electronics (developed in CAMAC standard),
- a microcomputer (PC computer),
- software for data acquisition and data visualization allowing, as well, to control the whole device.

TWO-DIMENSIONAL DETECTORS FOR ROENTGENOSTRUCTURAL INVESTIGATIONS

The 2-D detector has been constructed for protein crystallography to perform quasi-simultaneous measurements of many reflections. The efficiency of these 2-D diffractometer is higher than that of a single-channel one by a factor of 50.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



Сокращение времени измерений приводит к уменьшению в том же отношении дозы облучения образцов. Это позволяет исследовать радиационно нестойкие образцы, образцы малых размеров и т.д. Основные функциональные элементы системы представлены на блок-схеме (рис.1).

The reduction of exposure time makes it possible to study radiation-nonresistant proteins, small crystals and proteins with a large molecular weight. A block diagram of the system is shown in Fig.1.

The MWPC with drift gaps and delay line readout is used as an X-ray detector (Fig.2).

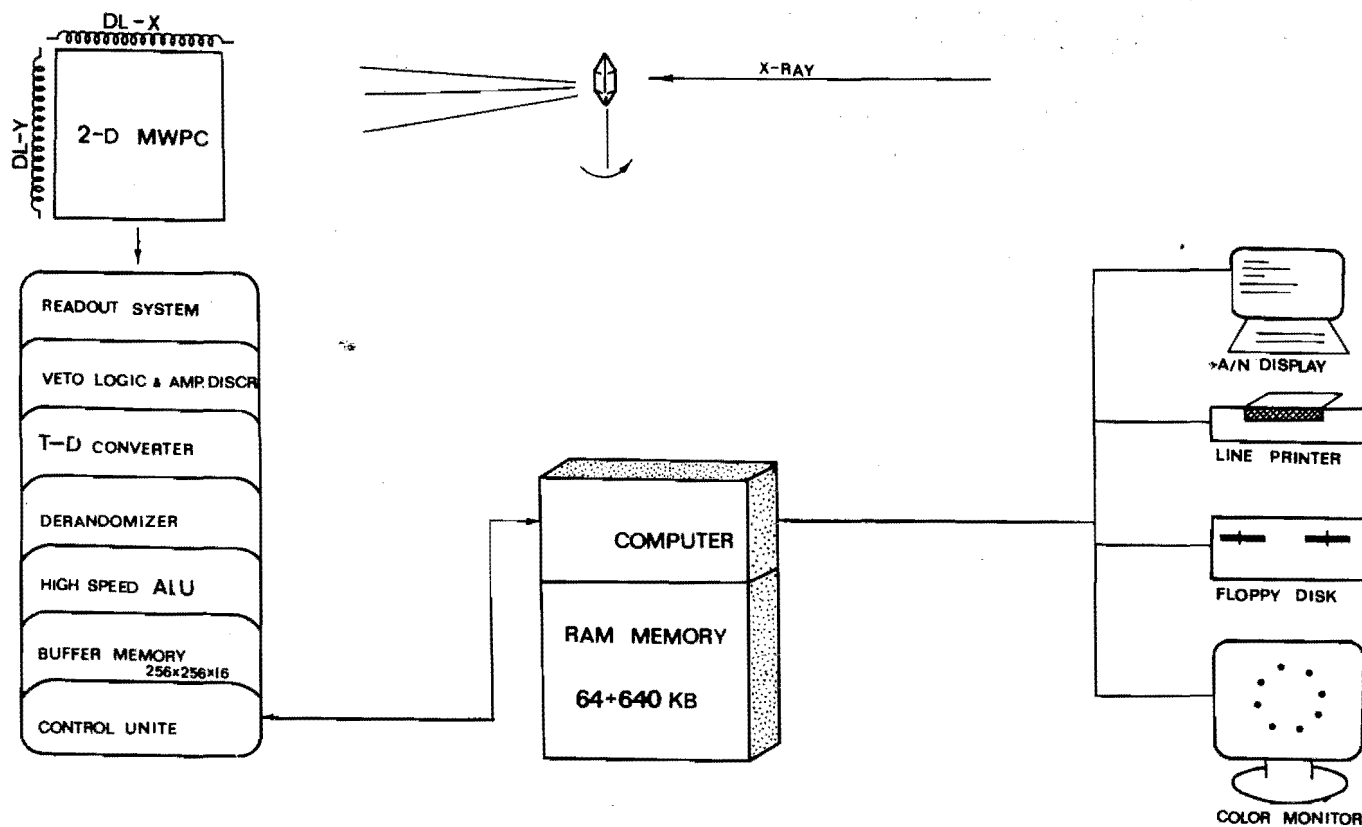


Рис.1. Блок-схема двумерного позиционно-чувствительного детектора – электронного аналога рентгеновской пленки.

Fig.1. A block diagram of the 2-D position-sensitive detector – an electron analog of the Roentgen film.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR

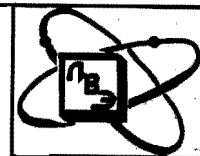


Рис.2. Многопроволочная пропорциональная камера, размещенная на гониометре. С 1980 года используется в Институте кристаллографии АН СССР для изучения белковых монокристаллов.

Для регистрации рентгеновского излучения используется многопроволочная камера с дрейфовыми промежутками (рис.2). Газовое наполнение — ксенон с метаном (90% и 10% соответственно). Скорость продува камеры газовой смесью — $10 \text{ см}^3/\text{мин}$. Полное число каналов считывания информации — пять: четыре — координатных с быстрых линий задержки, один — с анода для управления и энергетического отбора.

Основные параметры^{/1-3/}:

Чувствительная площадь	320x320 мм или 460x460 мм
Эффективность регистрации излучения CuK_α	70%
Число элементов пространственного разрешения	250x250
Пространственное разрешение	1,4x1,4 мм
Быстродействие (при 20% просчетов)	$3,0 \times 10^5 \text{ I/c}$

Дифрактометры, созданные на основе разработанных в ЛВЭ ОИЯИ двумерных рентгеновских детекторов, эффективно используются для расшифровки структур сложных белковых комплексов^{/4-6/} (рис.3,4).

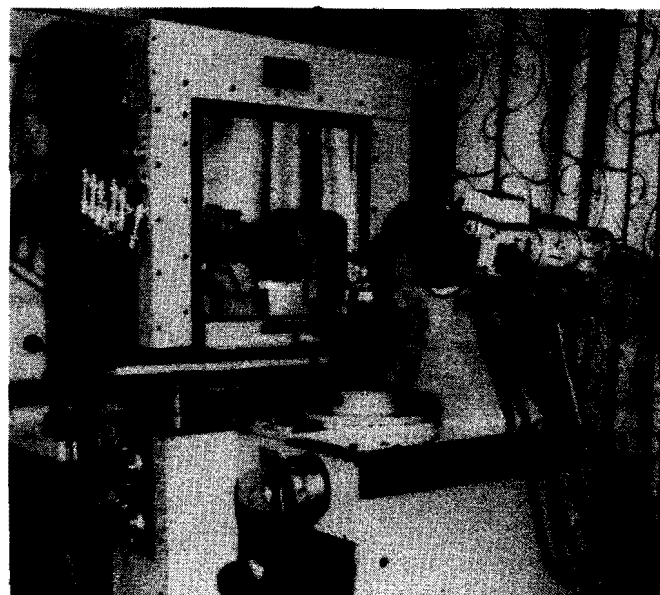


Fig.2. The MWPC and the goniometer are used at the Institute of Crystallography, USSR Academy of Sciences.

The coordinate information is determined by signals from only four channels (two from X- and two from Y-delay line). Pulses from the anode plane are used for gating and for the energy selection of events. The MWPC is flown by Xe-CH_4 (90/10%) at a flow rate $10 \text{ cm}^3/\text{min}$.

Main parameters^{/1-3/}:

sensitive area of the MWPC	320x320 mm or 460x460 mm
quantum efficiency (CuK_α radiation)	70%
number of spatial resolution elements	250x250
spatial resolution (FWHM)	1.4x1.4 mm
count rate (at 20% losses)	$3 \times 10^5 \text{ events/s}$.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR

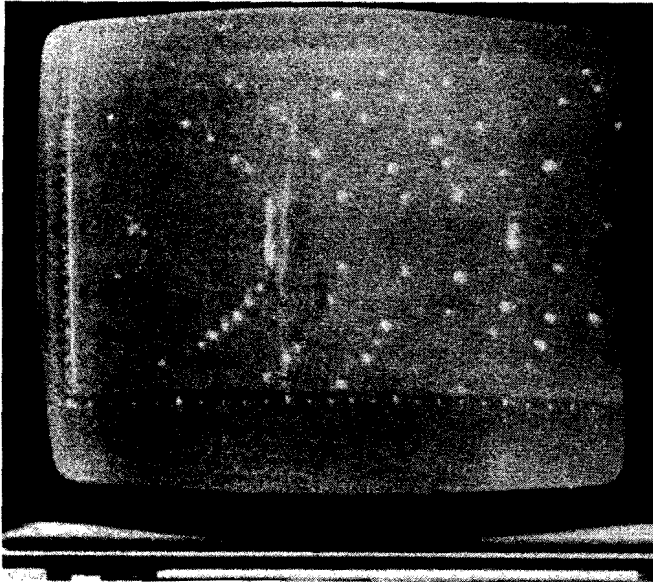
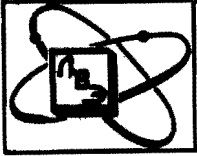


Рис.3. Дифракционная картина, полученная от монокристалла белка леггемоглобина (слева). Оперативная служебная информация об интенсивности отражений на одном из участков площади камеры (справа).

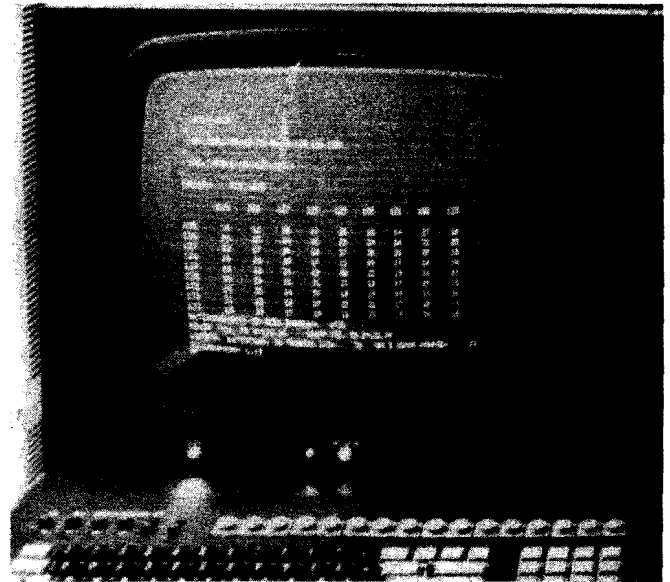


Fig.3. The leghemoglobin crystal diffraction pattern (on the left). The measured intensities are shown on the monitor for controlling a group of 3x3 spatial resolution elements (on the right).

На них получены полные наборы интенсивностей отражений от 70 монокристаллов, исследование большинства из которых ранее было невозможно.

С помощью этих дифрактометров было измерено в общей сложности более 4,5 миллионов отражений.

Для исследований белков с помощью синхротронного излучения разрабатывается новый двумерный рентгеновский детектор с пространственным разрешением 0,25 мм, числом элементов пространственного разрешения 500x500 и быстродействием около двух мегагерц.

Using this diffractometer, integral intensities (more than 4.5×10^6 reflections) of 70 protein single crystals have been recently measured⁴⁻⁶ (Figs.3, 4).

A new 2-D detector is being constructed for protein crystallography at synchrotron radiation sources.

Expected parameters:

spatial resolution	0.25 mm
number of spatial resolution elements	500x500
count rate	$\sim 2 \times 10^6$ events/s.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR

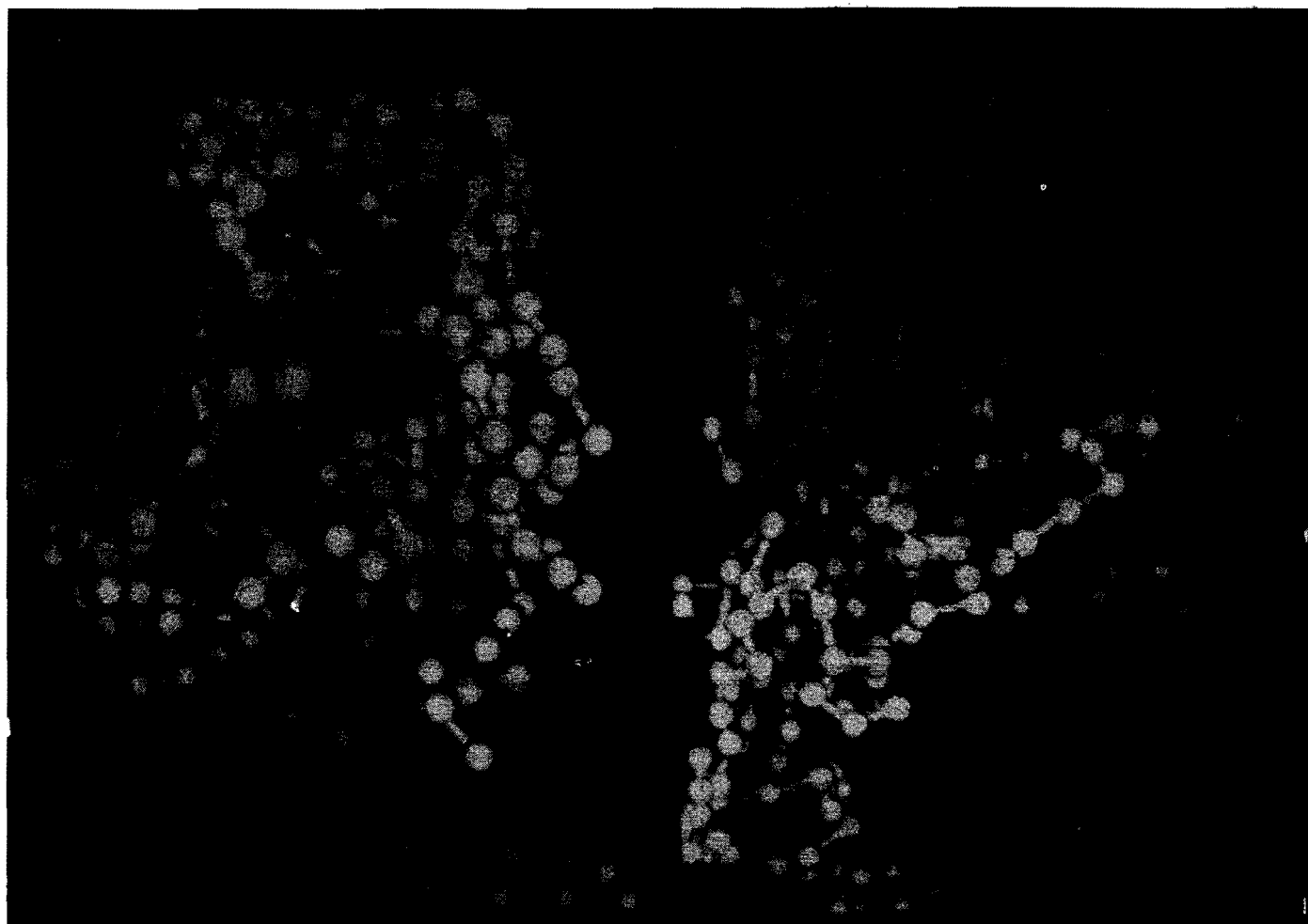


Рис.4. Пространственная структура белка каталазы ($M = 200\ 000$). Белок расшифрован впервые. Исследования выполнены на дифрактометре КАРД-3 в Институте кристаллографии АН СССР. Дифрактометр создан совместно ЛВЭ ОИЯИ и ИК АН СССР. Съемки белка выполнены за 40 часов, разрешение съемки — $2,7\ \text{Å}$.

Fig.4. For the first time reconstruction of the three-dimensional structure of the catalase crystal is shown. ($M = 200\ 000$). The investigation has been performed at the Institute of Crystallography, USSR Academy of Sciences (Moscow) by using the KARD-3 diffractometer. The measuring time was 40 hours, the resolution was $2.7\ \text{Å}$.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



ОДНОМЕРНЫЕ ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эти детекторы позволяют на основе параллельного метода осуществлять малоугловые исследования, изучать структуру вещества в условиях высоких температур и давлений, получать рентгенограммы динамических процессов и т.д.

Для регистрации рентгеновского излучения служит однокоординатный многопроводный счетчик (размером 110x10 мм), заполненный смесью ксенона с метаном при давлении до 5 атмосфер (рис.5). Координатная информация считывается по двум каналам регистрации с катодной линии задержки. Информация с анода счетчика используется для управления и энергетического отбора событий. Блок-схема одномерного детектора для рентгеноструктурных малоугловых исследований аналогична представленной на рис.1.

Основные параметры:

Линейный размер	110 мм
Квантовая эффективность для излучения:	
CuK_α	60%
MoK_α	40%
Пространственное разрешение	0,15 мм
Однородность эффективности	$\pm 2\%$
Быстродействие (при 20% просчетов)	3×10^5 I/c

ONE-DIMENSIONAL DETECTOR FOR ROENTGENOSTRUCTURAL INVESTIGATIONS

The 1-D detector has been developed for the small-angle scattering and static or dynamic diffraction experiments.

The 1-D sealed MWPC with delay line readout is used as an X-ray detector (Fig.5). The counter has a beryllium window and Xe/CH₄ (90/10%) with a pressure up to 5 atm is used as a gas mixture. A block diagram of the system is the same as in Fig.1.

Main parameters:

sensitive area of the counter	110x10 mm
quantum efficiency	
CuK_α radiation	60%
MoK_α radiation	40%
spatial resolution (FWHM)	0.15 mm
non-uniformity of efficiency	$\pm 2\%$
count rate (at 20% losses)	3×10^5 events/s
number of spatial resolution elements	500-1000.

The efficiency of the diffraction method using 1-D X-ray detector is higher than that of energy and angle dispersive methods by a factor of $10^{7/1}$. A new 1D curved position-sensitive detector is being developed.

Main parameters:

useful angular aperture	120°
focusing radius	150 mm
window height	10 mm
spatial resolution	0.3 mm.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ

IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ

LHE, JINR

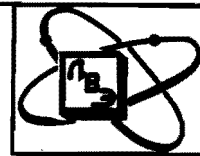


Рис.5. Одномерный позиционно-чувствительный детектор, используемый в Институте кристаллографии АН СССР для исследования структуры веществ при сверхвысоких давлениях.

Применение одномерных рентгеновских детекторов в десятки раз повышает светосилу выполняемого рентгеноструктурного анализа⁷¹, а в сочетании с мощными источниками рентгеновского излучения открывает качественно новые возможности динамических структурных исследований.

Разрабатываемый новый рентгеновский детектор представляет собой дуговой детектор с радиусом кривизны 150 мм, углом захвата около 120°. Ожидаемое пространственное разрешение — около 0,3 мм.

ДВУМЕРНЫЕ ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА ТОНКОСЛОЙНЫХ РАДИОХРОМАТОГРАММ

При биохимических исследованиях с помощью этих детекторов можно локализовать находящиеся на тонкослойной подложке компоненты соединений, меченные ^{14}C или ^{32}P , ^3H , ^{35}S , ^{125}I , а также измерять их активности (рис.6).

Регистрация β -излучения (в случае ^{125}I — γ -излучения) осуществляется двумерной по-

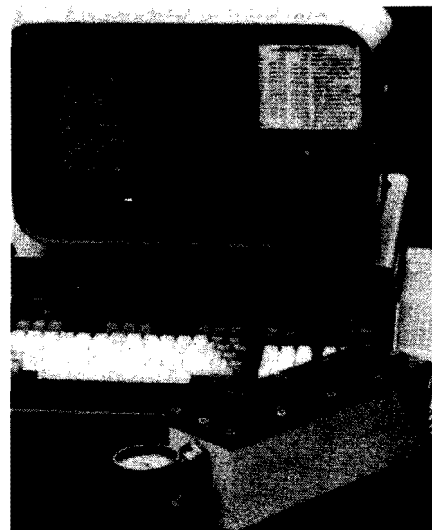


Fig.5. The 1-D position-sensitive detector has been successfully applied to the high-pressure X-ray diffraction on an extremely small volume at the Institute of Crystallography, USSR Academy of Sciences.

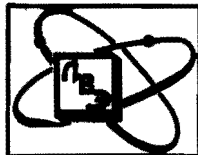
TWO-DIMENSIONAL DETECTORS FOR NONDESTRUCTIVE EXPRESS- ANALYSIS OF THIN-LAYER RADIOCHROMATOGRAMS (TLC)

The 2-D detectors have been used for the localization of radioactive zones, for measurements of their absolute integral values of activity or percentage value of single peaks compared to the total activity (Fig.6).

The 2-D position-sensitive chambers with delay line readout are used for detection of the β -radiation from ^3H -, ^{14}C -, ^{35}S -, ^{32}P -labelled com-

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



зиционно-чувствительной камерой с линиями задержки (рис.7). Блок-схема аналогична представленной на рис.1.

Рис.6. Распределение активности ^{125}I в рабочей радиохроматограмме.

Разработано несколько модификаций двумерных детекторов^{/8-11/} на основе:

- многопроволочной пропорциональной камеры (для ^3H) — образцы вводятся непосредственно в чувствительный газовый объем;
- многоступенчатой лавинной камеры нормального давления (для ^{14}C , ^{35}S , ^{32}P , ^{125}I) — образцы при измерении размещаются на тонкопленочном входном окне;
- многоступенчатой лавинной камеры низкого давления (для ^3H , ^{14}C , ^{35}S) — исследуемые образцы вводятся в герметичный бокс с камерой, осуществляется вакуумирование, заполнение парами изобутана до давления 5 Торр. Эти подготовительные процедуры занимают около 5 минут.

Основные параметры детектора:

Чувствительный размер	200x200 мм или 150x150 мм
Пространственное разрешение	1÷2 мм

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

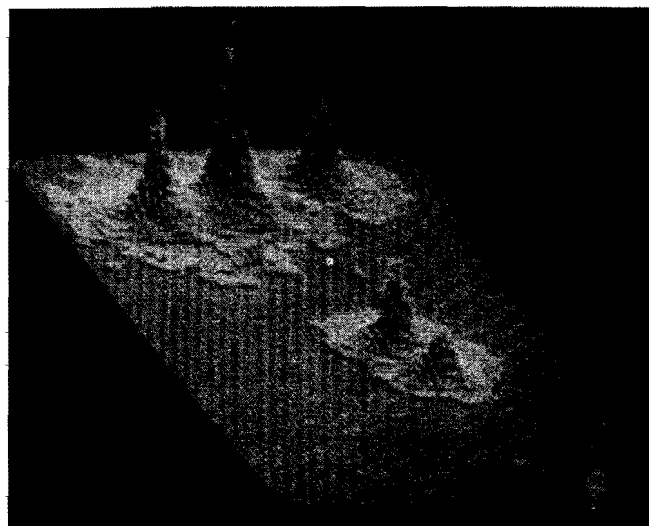


Fig.6. The distribution image of ^{125}I activity for the radiochromatogram.

pounds or γ -radiation from ^{125}I (Fig.7). A block diagram of the systems is analogous to Fig.1.

Various 2-D detectors have been developed^{/6-11/}:

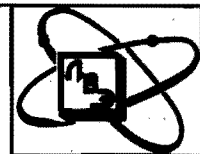
— Using the MWPC for the ^3H isotope, the TLC are placed inside the gas volume of the MWPC.

— Using the multistep avalanche chamber (MSAC) for ^{14}C , ^{35}S , ^{32}P and ^{125}I isotopes, the TLC are placed directly on the input mylar window MSAC.

— Using the low-pressure MSAC for ^3H , ^{14}C and ^{35}S isotopes, TLC are placed inside the chamber box. The box is filled with isobutane at a pressure of 5 Torr after pumping. The system is ready for operation in 5 min.

Application fields: radiochemistry, biology, pharmaceutical industry, pharmacology, etc.

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



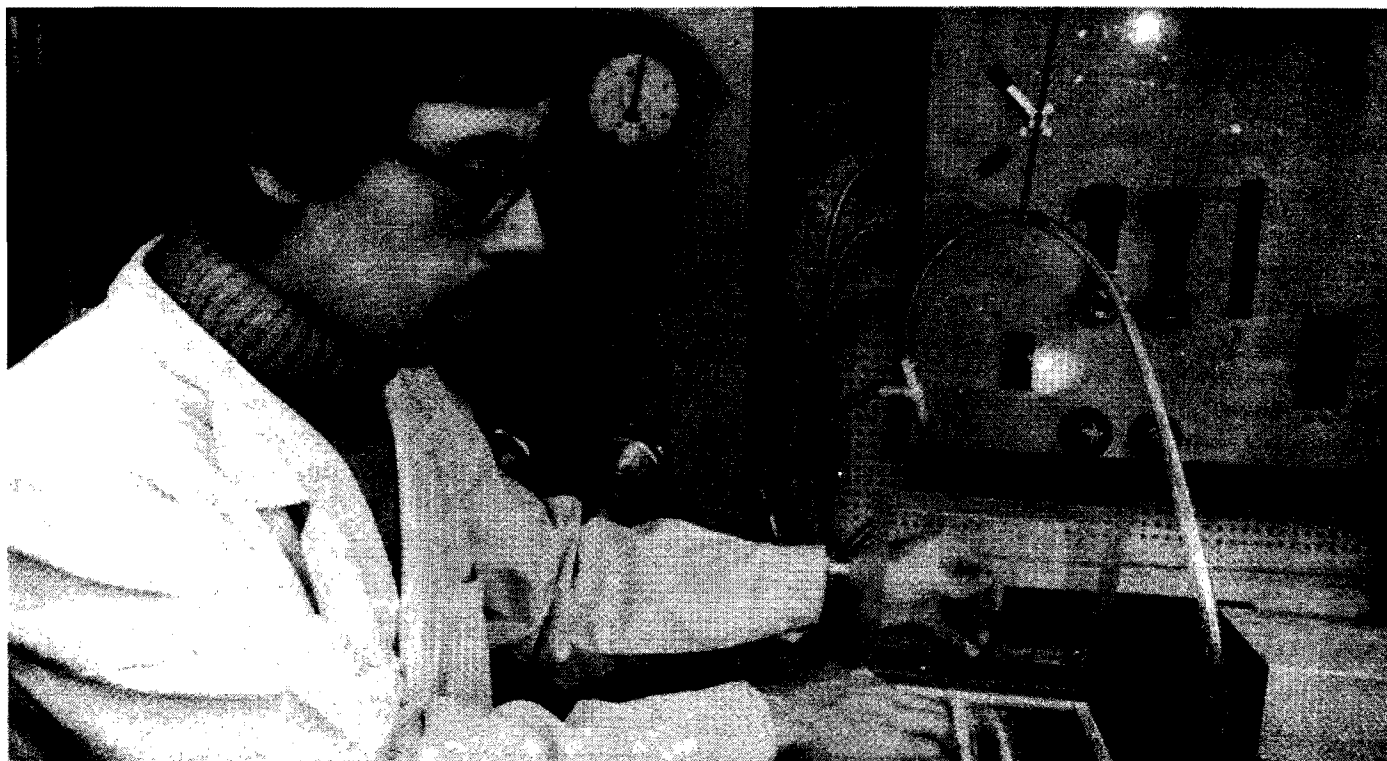
Чувствительность:

^3H (бесконечно тонкий слой)	~ 10 пКи/мм ²
^{14}C , ^{35}S	~ 2 пКи/мм ²
^{32}P	$\sim 0,6$ пКи/мм ²
^{125}I	~ 6 пКи/мм ²
Время анализа, не более	30 минут

Области применения детектора: радиохимия, биология, фармацевтическая промышленность, фармакология и т.д.

Main parameters:

Sensitive area	200x200 mm or 150x150 mm
Spatial resolution	1-2 mm
Sensitivity:	
^3H (an infinitely thin layer)	~ 10 pCi/mm ²
^{14}C , ^{35}S	~ 2 pCi/mm ²
^{32}P	~ 0.6 pCi/mm ²
^{125}I	~ 6 pCi/mm ²
Time of analysis is lower than	30 min.

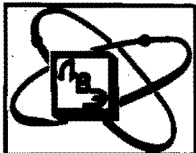


*Рис. 7. Двумерный позиционно-чувствительный детектор, используемый для локализации меченных ^{125}I белков рибосом *E.coli*. Производится установка геля на входном окне камеры.*

*Fig. 7. The 2-D position-sensitive detector has been used for studies of complex protein mixtures after 2-D separation of ^{125}I -labelled proteins from *E.coli* ribosomal in a polyacrylamid gel.*

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



ДЕТЕКТОРЫ ДЛЯ НЕЙТРОНОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Разрабатываемый двумерный детектор предназначен для цифровой координатной регистрации нейтронов с длинами волн 6 \AA при малоугловом рассеянии нейтронов до угла в 5° .

Для регистрации нейтронов служит многопроволочная пропорциональная камера с дрейфовыми промежутками, размещенная в герметичном боксе. Газовое наполнение — на основе ^3He при избыточном давлении до 3,5 атмосфер.

Основные параметры:

Чувствительный объем	260x130x12 мм
Эффективность регистрации (для $\lambda = 6 \text{ \AA}$)	80%
Число элементов пространственного разрешения	128x128
Пространственное разрешение	< 3 мм
Быстродействие (20% просчетов)	10^5 I/c

Одномерный детектор разрабатывается для малоугловых структурных исследований на пучке нейтронов с $\lambda = 1-2 \text{ \AA}$.

Ожидаемые параметры:

Чувствительный объем	250x40x20 мм
Эффективность регистрации нейтронов (для $\lambda = 1 \text{ \AA}$)	~ 50%

DETECTOR FOR MATERIAL STRUCTURE STUDIES WITH NEUTRONS

The two-dimensional detector, now being developed, is designed for coordinate detection of slow neutrons for $\lambda = 6 \text{ \AA}$ at the small angle scattering.

The neutrons are detected in the multiwire proportional chamber with two drift gaps placed in a sealed vessel. The mixture of He and hydrocarbone gas at the overall pressure of 4.5 atm is used.

Main parameters:

sensitive volume	260x130x12 mm
detection efficiency (at 6 \AA)	80%
maximum sampling (pixels)	128x128
spatial resolution	< 3 mm
count rate capability	10^5 events/s.

At present a one-dimensional detector is being constructed for small-angle studies with 1-2 \AA neutrons.

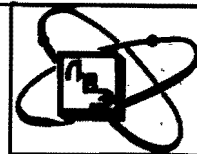
Expected parameters:

sensitive volume	250x40x20 mm
detection efficiency (at 1 \AA)	50%
number of spatial resolution elements	256
count rate	10^5 events/s
gas mixture	10 atm ^3He + hydrocarbone.

The two-dimensional detector has been developed for the digital imaging^{/12/} in neutron ra-

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



Число элементов пространственного разрешения	256
Пространственное разрешение	< 2 мм
Быстродействие	10^4 I/c
Газовая смесь на основе при давлении	^3He до 10 атм

Двумерный детектор для нейтронной радиографии предназначен для цифровой радиографии с помощью тепловых нейтронов; он используется на радиографическом пучке реактора Исследовательского института Шкода (Плзень, ЧССР).

Для регистрации тепловых нейтронов применяется многоступенчатая лавинная камера низкого давления с конвертором ^{10}B .

Основные параметры^[12]:

Чувствительная площадь	230x160 мм
Эффективность регистрации тепловых нейтронов	3%
Чувствительность к γ -фону величиной 1 рентген	1 имп./см ² с
Число элементов пространственного разрешения	256x256
Пространственное разрешение	0,7 мм
Быстродействие (20-процентные просчеты)	$2 \cdot 10^5$ I/c

diography. The detector is utilized at a neutron radiography facility of Skoda-Works Research Institute (Czechoslovakia). The low-pressure multistep chamber connected to the ^{10}B convertor sheet has been used. It makes possible to obtain directly a digital radiograph apart from other conventional detection methods.

Main parameters:

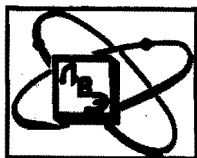
sensitive area	230x160 mm
detection efficiency (for thermal neutrons)	3%
sensitivity to the reactors gamma background of 1 R	1 event/cm ² .s
spatial resolution	0.7 mm
count rate capability (at 20% losses)	2×10^5 events/s.

REFERENCES

1. Андрианова М.Е., Заневский Ю.В., Иванов А.Б. и др. Автоматическая система сбора данных на базе двумерного детектора для структурного анализа монокристаллов белков. — В кн.: Материалы XVI Всесоюзной школы по автоматизации. Горький, 1982, с.205.
2. Andrianova M.E., Kheiker D.M., Popov A.N. et al. A Coordinate X-Ray Diffractometer Based on a Two-Dimensional Proportional Chamber and a Two-Circle Goniometer. — J.Appl.Cryst., 1982, v.15, p.626.
3. Анисимов Ю.С., Заневский Ю.В., Иванов А.Б. и др. Двумерный автоматизированный рентгеновский детектор для дифракционных экспериментов. — ПТЭ, 1986, 4, с.60.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR



4. Андрианова М.Е., Попов А.Н., Хейкер Д.М. и др. Получение дифракционных данных для монокристаллов белков в координатном рентгеновском дифрактометре с пропорциональной камерой высокого разрешения. – ДАН СССР, 1986, т.288, № 1, с.122.
5. Андрианова М.Е., Заневский Ю.В., Иванов А.Б. и др. Исследования монокристаллов белков в координатных рентгеновских дифрактометрах с пропорциональной камерой высокого разрешения. – В сб.: Краткие сообщения ОИЯИ, № 13-85. Дубна: ОИЯИ, 1985, с.41.
6. Андрианова М.Е., Заневский Ю.В., Иванов А.Б. и др. Разработка и применение новых методов и аппаратуры для исследования монокристаллов белков в координатных рентгеновских дифрактометрах на основе двумерных пропорциональных камер. – В сб.: Краткие сообщения ОИЯИ, № 2[28]-88. Дубна: ОИЯИ, 1988, с.56.
7. Заневский Ю.В., Мовчан С.А., Пешехонов В.Д. и др. Одномерный позиционно-чувствительный детектор для рентгеновских исследований при сверхвысоких давлениях. – ПТЭ, 1987, № 3, с.53.
8. Anisimov Yu.S., Chernenko S.P., Ivanov A.B. et al. Proportional Chamber Device for Thin-Layer Radiochromatogram Analysis. – *J. of Chromatography*, 1979, 178, p.117.
9. Заневский Ю.В., Иванов А.Б., Мовчан С.А. и др. Чувствительный экспресс-анализ с высоким пространственным разрешением иодированной смеси белков на плоских носителях. – *Биоорганическая химия*, 1984, т.10, № 6, с.776.
10. Abdurashidova G.G., Abdushukurov D.A., Aksentieva M.S. et al. The Use of a Multistep Avalanche Chamber for Analysing the Distribution of Radioactivity and Two-Dimensional Separation of a Mixture of Labelled Compounds. – In: *JINR Rapid Communication*, No.13-85, Dubna, 1985, p.19.
11. Anisimov Yu.S., Abdushukurov D.A., Chan Chiu Dao et al. The Development and Utilization of Multiwire Coordinate Detectors for an Express-Analysis of Labelled Compounds in Thin Layer Chromatography. – *Nucl.Instr. & Meth. in Phys.Res.*, 1986, B17, p.524.
12. Anisimov Yu.S., Chernenko S.P., Ivanov A.B. et al. A Device with Low-Pressure Multistep Avalanche Chamber for Neutron Radiography. – *Nucl.Instr.& Meth. in Phys.Res.*, 1986, A252, p.261; *Isotopenpraxis*, 1987, 23, No.11, p.405.

ДЕТЕКТОРЫ ИЗОБРАЖЕНИЯ
IMAGING DETECTORS

ЛВЭ ОИЯИ
LHE, JINR