

3-271

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА



2433 / 2-78

P13 - 11310

Ю. В. Заневский, А. Б. Иванов, В. Д. Пешехонов,
И. А. Тяпкин

ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ДЕТЕКТОР

β -ИЗЛУЧЕНИЯ ^3H , ^{14}C , ^{32}P

1978

Заневский Ю.В. и др.

P13 - 11310

Позиционно-чувствительный детектор β -излучения
 ^3H , ^{14}C , ^{32}P

Для проведения автоматизированного анализа тонкослойных радиохроматограмм разработан и изготовлен высокочувствительный детектор, который позволяет существенно уменьшить время анализа и проводить, при необходимости, идентификацию изотопов. Детектор регистрирует β -излучение в широком диапазоне энергий и обладает малым уровнем собственных шумов (около $0,1 \text{ Гц/см}^2$).

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований, Дубна 1978

Zanevsky Yu.V. et al.

P13 - 11310

Position-Sensitive Detector of ^3H , ^{14}C , ^{32}P Electrons

A high-sensitivity detector has been developed and constructed to perform an automatic analysis of thin-layer radiochromatograms. The detector permits the analysis time to be significantly decreased and radionuclides to be identified. It detects β -radiation in a broad energy range and has a small noise level of about 0.1 Hz/cm^2 .

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research.

Dubna 1978

ВВЕДЕНИЕ

Одним из основных этапов анализа тонкослойных радиохроматограмм является определение пространственной локализации радиоактивных зон на подложке и измерение их активностей¹. Наиболее широко в радиохроматографии применяются β -активные изотопы углерода и фосфора. Максимальная величина энергии электронов, эмитируемых ^{14}C , составляет 155 кэВ . Изотоп фосфора ^{32}P эмитирует электроны с максимальной энергией $1,7 \text{ МэВ}$. В последние годы широкое применение, особенно при проведении молекулярно-биологических исследований, получил тритий. Максимальная энергия электронов, испускаемых ^3H достигает величины $18,9 \text{ кэВ}$. Однако сложность получения биологического материала, меченого тритием с высоким уровнем активности, а также невысокий выход электронов из образца в связи с поглощением их в несущем слое радиохроматограммы, несколько ограничивают область применения трития. Так, например, время анализа тритиевой радиохроматограммы методом автордиографии на фотопленке исчисляется месяцами.

Применение пропорциональной камеры /ПК/ для анализа радиохроматограмм уменьшает время анализа и позволяет сохранять меченое биологическое вещество для последующих исследований^{2/}. Для проведения автоматизированного анализа тонкослойных радиохроматограмм разработана и изготовлена установка "Уран"^{3/}, высокочувствительный детектор которой позволяет существенно уменьшить время анализа и проводить, при

необходимости, идентификацию изотопов, используемых при изготовлении радиохроматограммы.

ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ ДЕТЕКТОРА

Для обеспечения возможности анализа радиохроматограмм с веществом, меченым как ^3H , так и ^{14}C или ^{32}P , детектор должен обеспечивать высокую эффективность регистрации β -излучения в широком энергетическом диапазоне.

На рис. 1 показано схематическое изображение детектора, который состоит из трех пропорциональных камер с дрейфовыми промежутками, помещенными в единый газовый объем. Анализируемая радиохроматограмма вводится в газовый объем детектора и благодаря газовым дрейфовым промежуткам /ДО, Д1/ находится в непосредственном контакте с чувствительным объемом первой пропорциональной камеры.

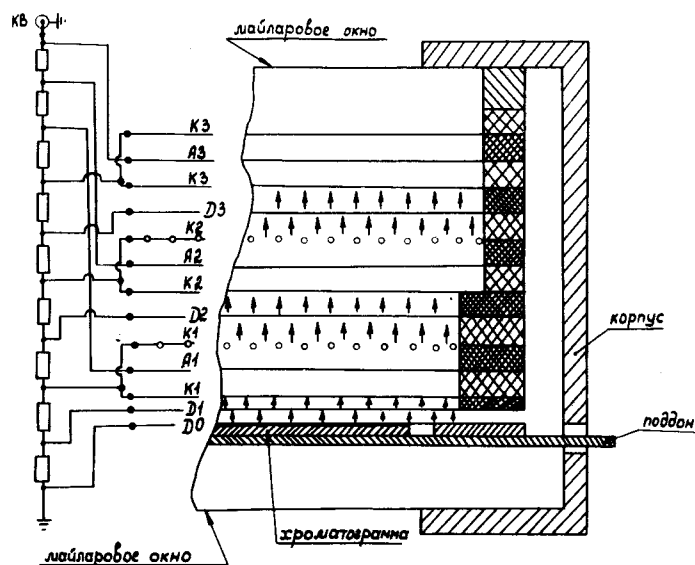


Рис. 1. Схематическое изображение детектора.

Наиболее удаленная от образца пропорциональная камера /ПК-3/ регистрирует электроны, начальная энергия которых более 200 кэВ. Электроны, обладающие меньшей величиной энергии, останавливаются в предыдущем газовом слое или в алюминиевом фильтре ДЗ. Вторая пропорциональная камера /ПК-2/ регистрирует электроны, начальная энергия которых более 100 кэВ. Пропорциональная камера ПК-1 регистрирует эмитируемые изотопами электроны во всем энергетическом диапазоне.

Совпадение анодных сигналов пропорциональных камер /А1, А2, А3/ указывает на то, что или детектируется электрон, испускаемый изотопом фосфора, или регистрируется космическая фоновая частица. Совпадение вида /А1, А2, А3/ свидетельствует о том, что электрон испускается изотопом углерода или фосфора. Статистическое отсутствие для некоторой координатной области информации типа /А1, А2, А3/ и /А1, А2, А3/ при наличии информации /А1, А2, А3/ говорит о регистрации тритиевого излучения.

Координатная информация (X, Y) снимается с катодов ПК-1 при помощи электромагнитных линий задержки^{4,5}. Анодные сигналы камер используются для отбора событий по приведенной выше логике. Анодный сигнал ПК-1 служит также для определения момента прохождения частицы. Камеры ПК-2 и ПК-3 работают в счетном режиме.

Таким образом, детектор позволяет определять пространственную локализацию радиоактивных зон хроматограммы по координатной информации с ПК-1. Анализ совпадений анодных сигналов трех камер для интересующего нас участка площади ПК-1 говорит о виде изотопа в соответствующей зоне радиохроматограммы. Активность этого участка можно определить с помощью калибровки по тестовым образцам.

КОНСТРУКЦИЯ ДЕТЕКТОРА

Детектор состоит из набора проволочных плоскостей, выполненных на стеклотекстолитовых рамках. Анодные

плоскости камер /А/ намотаны золоченой вольфрамовой проволокой диаметром 0,02 мм с шагом 2 мм. Катодные плоскости /К/ намотаны проволокой из бериллиевой бронзы диаметром 0,1 мм с шагом 1 мм. Межэлектродное расстояние камер составляет 4 мм. Высоковольтное напряжение через делитель подается на каждую плоскость детектора.

Проволочный электрод Д₂, установленный между катодами ПК-1 и ПК-2, служит для создания электрического дрейфового поля в близлежащих к катодам камер газовых объемах, а также для экранирования ПК-1 от ПК-2. Электрод Д₃ из алюминиевой фольги толщиной 0,17 мм, установленный между ПК-2 и ПК-3, выполняет аналогичные функции и, кроме того, служит фильтром, поглощающим низкоэнергетические электроны. Направление движения электронов в дрейфовых промежутках детектора показано на рис. 1. Рабочая площадь ПК-1 - 240x240 мм², ПК-2 и ПК-3 - 300x300 мм².

Набор стеклотекстолитовых рамок детектора помещается в газовый объем алюминиевого бокса, имеющего майларовые окна, что позволяет проверять работу детектора с помощью внешнего β-активного источника. Общий вид детектора, подготовленного к установке в газовый бокс, показан на рис. 2.

Тонкослойная радиохроматограмма устанавливается на поддон и закрывается проволочным электродом Д₀ /рис. 1/, находящимся под нулевым потенциалом. Проволоки электрода, намотанные с шагом 2 мм, непосредственно соприкасаются с несущим веществом радиохроматограммы. Поддон по точным направляющим вводится через паз в боковой стенке бокса в газовый объем детектора. Между проволочным электродом поддона и катодом первой камеры на расстоянии 2 мм установлен подобный электроду Д₀ проволочный электрод Д₁, служащий для создания электрического дрейфового поля в газовом объеме между поверхностью радиохроматограммы и катодом ПК-1.

На рис. 3 показан общий вид собранного детектора. На внешней стороне газового бокса размещен высоковольтный делитель и установлены анодные и катодные

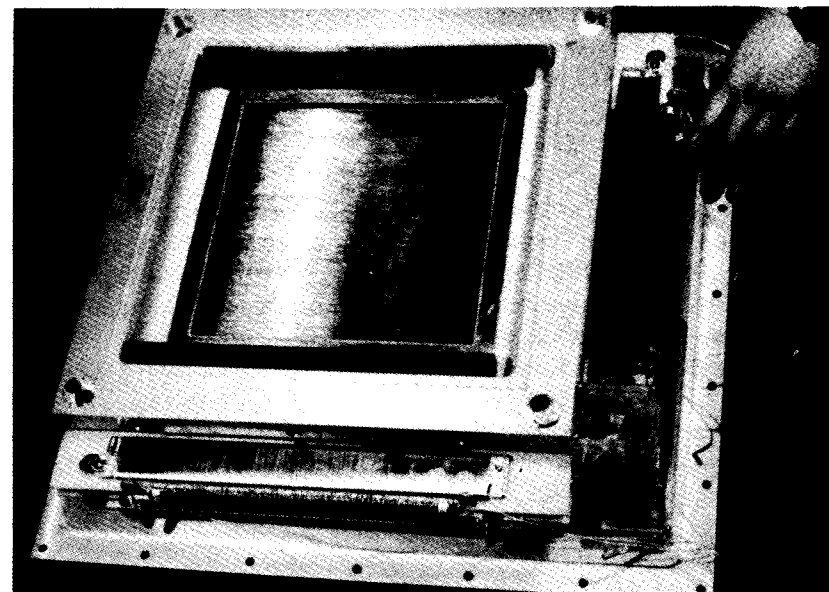


Рис. 2. Общий вид детектора перед установкой в газовый бокс.

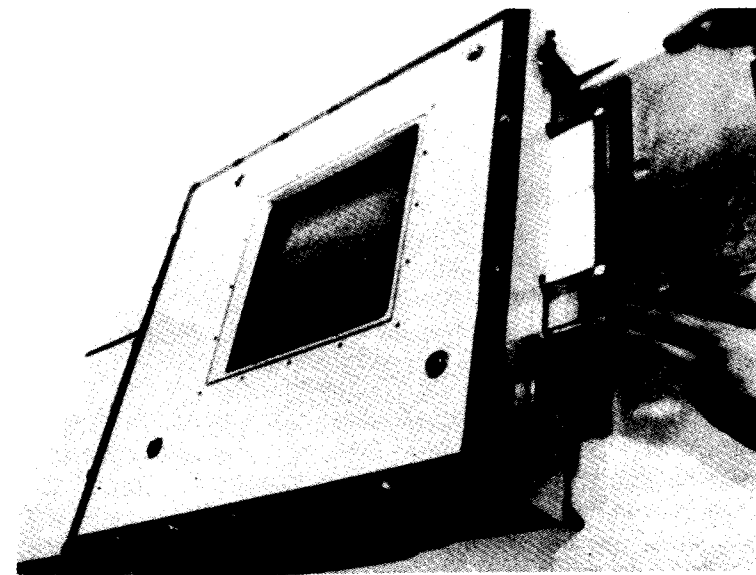


Рис. 3. Общий вид собранного детектора. Показан ввод радиохроматограммы в газовый объем детектора.

усилители камер. Детектор позволяет анализировать радиохроматограммы площадью до $200 \times 200 \text{ мм}^2$.

СЪЕМ ИНФОРМАЦИИ

Сигналы с анодных плоскостей пропорциональных камер, а также с одного конца X-координатной и Y-координатной линий задержки ПК-1, через импульсные трансформаторы передаются скрученными парами на входы усилителей. Используются дифференциальные усилители с максимальным коэффициентом усиления по напряжению $K_y \approx 300$ и с уровнем шумов, приведенным к входу, $U_{ш} \approx 15 \text{ мкВ}$. Усилители работают на нагрузку сопротивлением $R_H = 50 \text{ Ом}$, линейны для $U_{\text{ВЫХ}} > 0$ в диапазоне $U_{\text{ВЫХ}} \leq 2,5 \text{ В}$ и ограничены для $U_{\text{ВЫХ}} < 0$ уровнем $U_{\text{ВЫХ}} = -0,5 \text{ В}$. Усиленные сигналы поступают на дискриминаторы нуля с регулируемым порогом в пределах $30 \text{ мВ} < U_{\text{пг}} < 110 \text{ мВ}$, выходной импульс привязан к вершине входного сигнала. Сигналы с дискриминаторов поступают далее в блоки электронной регистрирующей аппаратуры. Задержка электромагнитных линий, используемых для съема информации с ортогонально намотанных катодов ПК-1, составляет 4 нс/мм .

ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕТЕКТОРА

Рабочие характеристики детектора проверялись для газовых смесей аргон-метан, аргон-изобутан, аргон-углекислый газ. В результате была выбрана для газового наполнения детектора смесь на основе аргона с $15\% \text{ CO}_2$.

Эффективность всех пропорциональных камер при регистрации анодных сигналов, а также катодных сигналов ПК-1 представлена на рис. 4. Семейство зависимостей для различных участков площади камер ограничивается показанными двумя зависимостями эффективности от величины высоковольтного напряжения U_g , подаваемого на делитель. Зависимости получены с по-

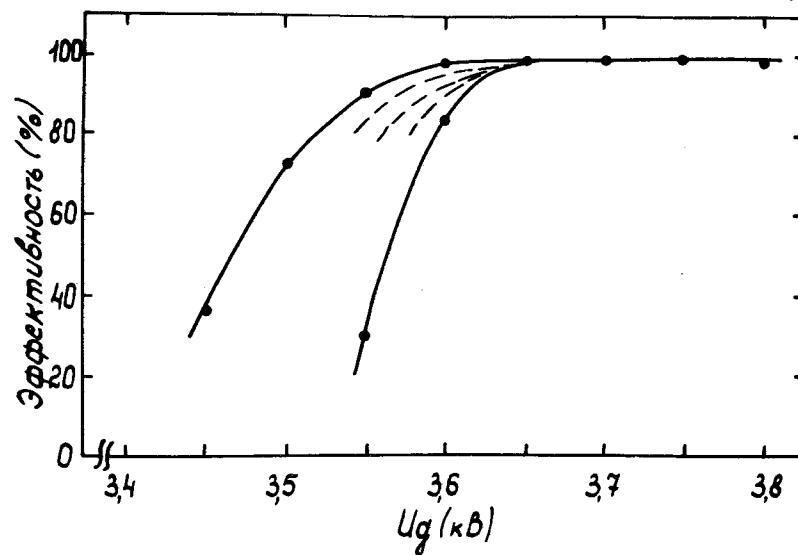


Рис. 4. График зависимостей эффективности пропорциональных камер детектора от величины напряжения.

мощью внешнего β -источника ^{144}Ce . Разность потенциалов между анодной и катодными плоскостями всех камер одинаковы в пределах $\pm 20 \text{ В}$. Напряженность электрического поля дрейфовых промежутков — около 1000 В/см .

На рис. 5 /кривая 1/ показана счетная характеристика ПК-1 в относительных единицах при регистрации β -излучения трития. Количество шумовых сигналов этой камеры в зависимости от величины напряжения представлено кривой 2. Видно, что количество собственных шумов ПК-1, определяющее чувствительность детекто-

ра при регистрации излучения от трития, около $10^{-1} \frac{1}{\text{с} \cdot \text{см}^2}$.

Уровень собственных шумов детектора при совпадениях /A1, A2, A3/ и /A1, A2, A3/ представлен кривыми 3 и 4 соответственно.

Счетные характеристики детектора, полученные с помощью радиоактивного изотопа углерода, нанесенного

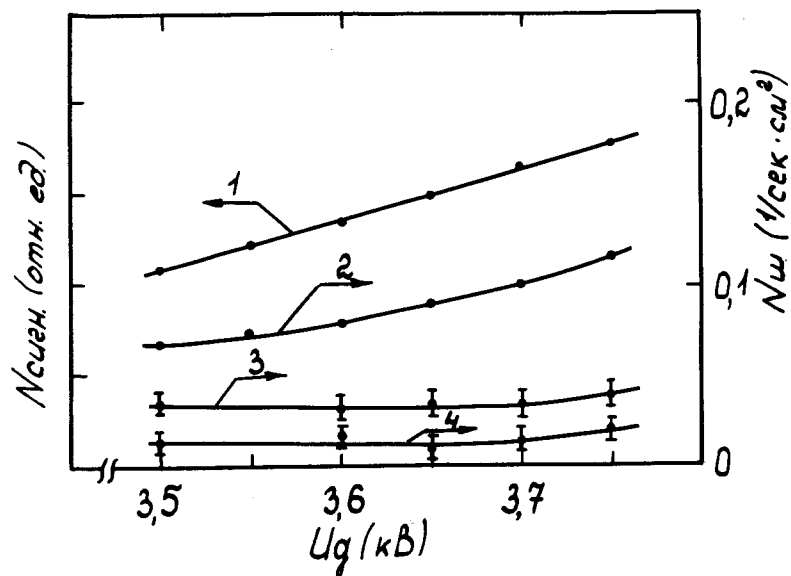


Рис. 5. Счетная характеристика ПК-1 /пояснения см. в тексте/.

в виде пятна диаметром около 1 см на образец с гипсовым покрытием толщиной около 0,1 мм, показаны на рис. 6. Кривая 1 соответствует событиям, отвечающим логике /A1, A2, A3/, кривая 2 - логике /A1, A2, A3/, суммарное количество зарегистрированных событий представлено кривой 3. Видно, что суммарная счетная характеристика имеет плато величиной около 150 В. Активность препарата обеспечивала 1000 расп./с в 2π-геометрии. Эффективность детектора на плато счетной характеристики /кривая 3/ - ~50%.

Счетные характеристики детектора, полученные с помощью изотопа фосфора, приведены на рис. 7. Кривая 1 - для событий, отобранных по логике /A1, A2, A3/; кривая 2 - по логике /A1, A2, A3/; кривая 3 - по логике /A1, A2, A3/. Суммарное количество зарегистрированных сигналов представлено кривой 4. Плато счетной характеристики - около 150 В, суммарная эффективность детектора /кривая 4/ - ~60%.

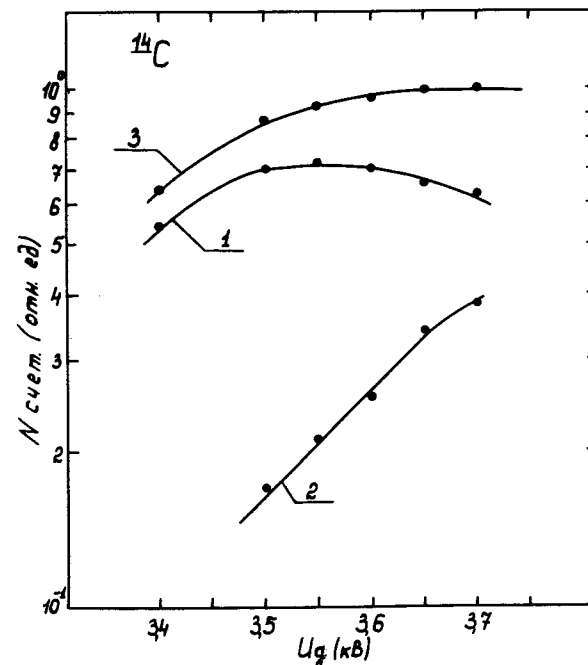


Рис. 6. Счетные характеристики детектора при регистрации излучения от изотопа углерода /в относительных единицах/ /Пояснения см. в тексте/.

Вероятность регистрации ПК-2 низкоэнергетичных электронов, обладающих малой остаточной энергией после прохождения через газовый объем ПК-1, с увеличением напряжения возрастает. Это приводит к некоторому уменьшению количества сигналов, регистрируемых только ПК-1, с увеличением напряжения /кривые 1 рис. 6, 7/.

ВВОД ОБРАЗЦА В ГАЗОВЫЙ ОБЪЕМ ДЕТЕКТОРА

При вводе и выводе образца в газовый объем детектора происходит разгерметизация детектора, сопровождающаяся изменением состава газового наполнения. Большую проблему представляет загрязнение детектора,

что сопровождается резким возрастанием общего количества шумовых сигналов и появлением локальных шумовых зон, которые могут быть приняты за радиоактивные зоны хроматограммы /меченые тритием/.

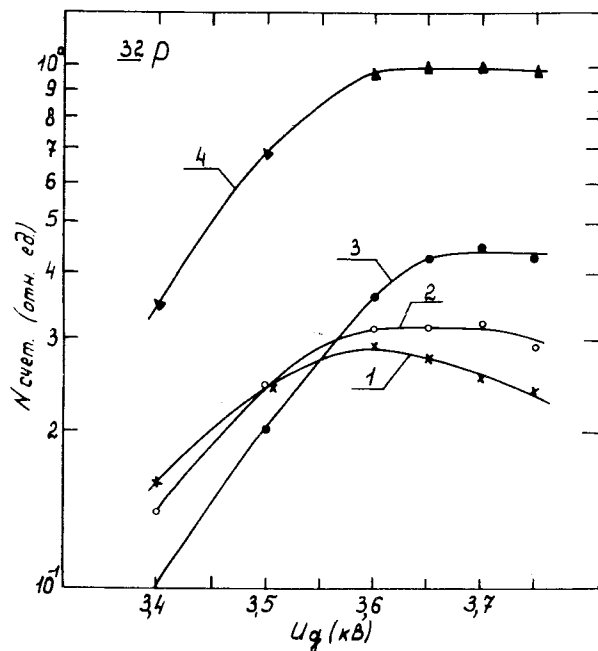


Рис. 7. Счетные характеристики в случае регистрации излучения от изотопа фосфора. Кривая 1 - события, регистрируемые только ПК-1; кривая 2 - события, регистрируемые одновременно ПК-1 и ПК-2; кривая 3 - события, регистрируемые одновременно тремя камерами; кривая 4 - общее количество регистрируемых событий.

Для устранения подобных нежелательных эффектов служат проволочные электроды D_0 и D_1 . Микрочастицы, внесенные в газовый объем детектора вместе с образцом и сорванные с поверхности образца газовым потоком, приобретают в электрическом поле электростатический заряд. Наличие двух дрейфовых промежутков между поверхностью образца и катодом ПК-1 су-

щественно уменьшает вероятность проникания микрочастиц в чувствительный объем пропорциональной камеры. Для устранения локальных шумовых зон, которые тем не менее могут образоваться, после ввода образца производится так называемый режим "тренировки" детектора. На делитель подается напряжение $3,8 \div 3,9$ кэВ, обеспечивающее работу пропорциональных камер в конце плато эффективности /рис. 4/. Через некоторое время работы детектора в таком режиме ($t_{тр}$) уровень шумовых сигналов возвращается к исходному, локальные шумовые зоны исчезают. На рис. 8а

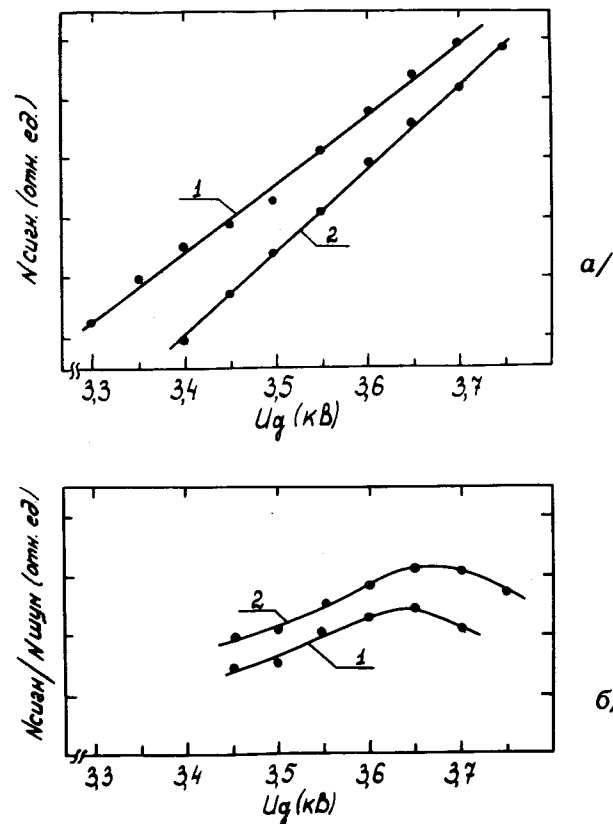


Рис. 8. Счетные характеристики ПК-1 в случае регистрации излучения трития для разных газовых смесей /а/. Величина отношения количества рабочих сигналов к числу шумовых для ПК-1 при разных газовых смесях /б/.

приведены счетные характеристики в относительных единицах ПК-1 при работе с тритием. Основные компоненты газовой смеси: аргон и 15% изобутана /кривая 1/ и аргон с 15% углекислого газа /кривая 2/. На рис. 8б представлены отношения количества рабочих сигналов ($N_{\text{сигн}}$) к количеству шумовых сигналов ($N_{\text{шум}}$) в зависимости от величины напряжения. Видно, что лучшее отношение наблюдается для газовой смеси с добавкой CO_2 . Отношения получены после проведения режимов тренировки.

Проведение тренировки детектора при равномерном облучении радиоактивным β -источником интенсивностью $\sim 10^5 \frac{1}{\text{с}}$ несколько сокращает необходимую величину $t_{\text{тр}}$. Общее количество шумовых сигналов на площади $200 \times 200 \text{ мм}^2$ в зависимости от величины $t_{\text{тр}}$ приведено

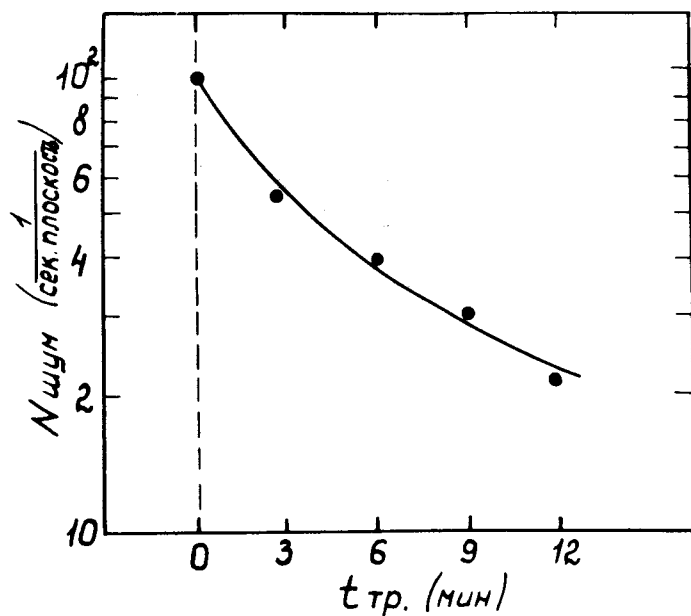


Рис. 9. Количество шумовых сигналов со всей площади ПК-1 в зависимости от времени тренировки камеры при напряжении 3,85 кВ.

на рис. 9. Видно, что время, необходимое на тренировку детектора после ввода образца, составляет 5-10 мин.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Созданный на основе пропорциональных камер детектор β -излучения позволяет проводить автоматизированный качественный и количественный анализ тонкослойных радиохроматограмм, меченых тритием, изотопами углерода и фосфора.

Чувствительность детектора составляет $10^{-1} \frac{1}{\text{с} \cdot \text{см}^2}$.

Выбранная газовая смесь позволяет обеспечивать малошумящий режим работы детектора после ввода радиохроматограмм за время около 10 мин.

В заключение авторы выражают благодарность Ю.А.Федулову, Н.П.Волкову, А.Е.Московскому, В.А.Белякову, М.Н.Михайловой, Р.М.Базловой, Н.Н.Тиханчеву за помощь в изготовлении детектора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шеллард Э. Количественная хроматография на бумаге и в тонком слое. "Мир", М., 1971.
2. Заневский Ю.В. и др. ОИЯИ, Р14-10934, Дубна, 1977.
3. Анисимов Ю.С. и др. ОИЯИ, Р14-11309, Дубна, 1978.
4. Rindi A. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1970, 77, p.325.
5. Заневский Ю.В. и др. ОИЯИ, Р14-10410, Дубна, 1977.

Рукопись поступила в издательский отдел 8 февраля 1978 года.