

3-276

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

ДУБНА



5068/2-77

19/12-77

P14 - 10934

Ю.В.Заневский, А.Б.Иванов, В.Д.Пешехонов,  
И.А.Тяпкин, С.П.Черненко, Л.Б.Каминир,  
Е.П.Сенченков, В.Н.Калинин

ПРИМЕНЕНИЕ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ  
ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО  
И КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА  
ТОНКОСЛОЙНЫХ РАДИОХРОМАТОГРАММ

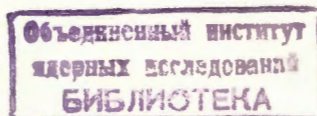
**1977**

P14 - 10934

Ю.В.Заневский, А.Б.Иванов, В.Д.Пешехонов,  
И.А.Тяпкин, С.П.Черненко, Л.Б.Каминир,<sup>1</sup>  
Е.П.Сенченков<sup>2</sup>, В.Н.Калинин<sup>2</sup>

ПРИМЕНЕНИЕ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ  
ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО  
И КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА  
ТОНКОСЛОЙНЫХ РАДИОХРОМАТОГРАММ

Направлено в "Nuclear Instruments and Methods"



<sup>1</sup> Институт молекулярной биологии АН СССР, Москва.

<sup>2</sup> Лаборатория биоорганической химии Московского государственного университета.

Применение пропорциональной камеры для количественного и качественного анализа тонкослойных радиохроматограмм

Показана возможность применения многопроволочных пропорциональных камер для количественного и качественного анализа тонкослойных радиохроматограмм.

Приведены предварительные результаты пространственной локализации хроматографических зон, меченных изотопами  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{32}\text{P}$ , а также результаты анализа активностей зон, меченных изотопами  $^{14}\text{C}$  и  $^{32}\text{P}$ .

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1977

Application of Proportional Chamber for Quantitative and Qualitative Analysis of Thin-Layer Radiochromatograms

A possibility of using multichannel proportional chambers for quantitative and qualitative analysis of thin-layer radiochromatograms is studied.

Preliminary results on the space localization of chromatographic zones labelled with  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{32}\text{P}$  isotopes, as well as results obtained from an analysis of zone activities labelled with  $^{14}\text{C}$  and  $^{32}\text{P}$ , are presented.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1977

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Хроматография - эффективный способ разделения микроколичеств многокомпонентных смесей различных веществ на отдельные компоненты, применяемый для исследований в биохимии, молекулярной биологии, фармакологии, а также для анализа минерального сырья, природных соединений и т.д.

Тонкослойная радиохроматография широко применяется для исследований биологически активных веществ, меченных изотопами  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{32}\text{P}$ . Обработка радиохроматограмм заключается в локализации радиоактивных зон и измерении их активности, а также в определении вида изотопа в случае применения нескольких изотопов при изготовлении хроматограммы.

Известны четыре метода анализа хроматограмм <sup>(1-4)</sup>: а/ автордиография; б/ измерение радиоактивности с помощью жидких сцинтилляторов; в/ сканирование образцов газоразрядными счетчиками; г/ определение локализации хроматографических зон с помощью искровой камеры.

Основными недостатками этих методов являются:

- большое время обработки хроматограмм /"а", "б", "в"/;
- недостаточная точность количественных измерений /"а" и, особенно, "г"/;
- сложность идентификации изотопов.

С целью устранения в той или иной степени перечисленных недостатков была проверена возможность применения для анализа хроматограмм пропорциональной камеры.

## 2. ПРОПОРЦИОНАЛЬНАЯ КАМЕРА И РЕГИСТРИРУЮЩАЯ ЭЛЕКТРОНИКА

Использовалась пропорциональная камера с чувствительной площадью  $200 \times 200 \text{ мм}^2$ , межэлектродное расстояние составляло 6 мм. Анодная плоскость намотана проволокой диаметром 20 мкм с шагом 2 мм, катодные - проволокой диаметром 100 мкм с шагом 1 мм. Координатная информация снималась с катодов камеры, намотанных ортогонально, при помощи электромагнитных линий задержки<sup>5,6</sup>. Газовый объем камеры изолирован майларом толщиной 20 мкм. При работе с хроматограммой, меченной изотопом трития, образец можно было вводить в газовый объем и устанавливать в непосредственной близости от катодной плоскости камеры. Камера продувалась газовой смесью аргона с 10%  $\text{C}_4\text{H}_{10}$  и 3%  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ .

Сигнал с анодной плоскости камеры являлся "стартовым" и задавал начало измерения времени задержки катодных сигналов, проходящих через линии задержки /время задержки составляло 7,2 нс/мм/. Блок-схема установки показана на рис. 1.

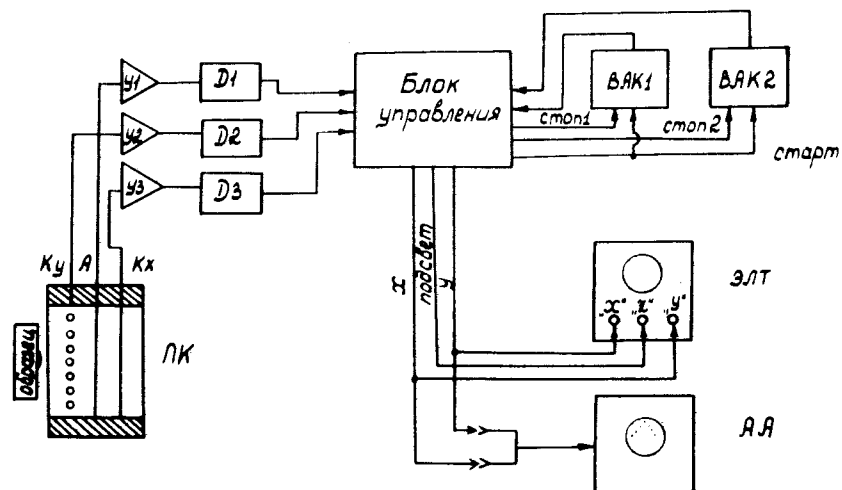


Рис. 1. Блок-схема установки для анализа радиохроматограмм. ПК - пропорциональная камера, У - усилитель, Д - дискриминатор.

Регистрируемые сигналы с пропорциональной камеры поступали на предусилители, проходили через дискриминаторы пересечения нуля и поступали на блок управления ЛТ-201. Блок управления осуществлял временной анализ сигналов и пропускал их на время-амплитудные конверторы /ВАК - X и ВАК - Y /, а также вырабатывал импульс подсвета для катодно-лучевой трубки, используемой в качестве дисплея. Локализация хроматографических зон исследуемого образца регистрировалась с помощью фотокамеры типа "Полароид". Подавая сигналы с ВАК - X или ВАК - Y на многоканальный амплитудный анализатор, можно было регистрировать соответственно X - или Y-проекции хроматографических зон.

## 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Эффективность пропорциональной камеры проверялась с помощью  $\beta$ -источника  $^{144}\text{Ce}$  и соответствовала - 99%, собственные шумы камеры составляли величину около  $10^{-3} \text{ 1/с} \cdot \text{мм}^2$ .

Возможность детектирования мягкого  $\beta$ -излучения хроматографических зон, меченных изотопом  $^3\text{H}$ , иллюстрирована фотографией на рис. 2. Хроматограмма со-

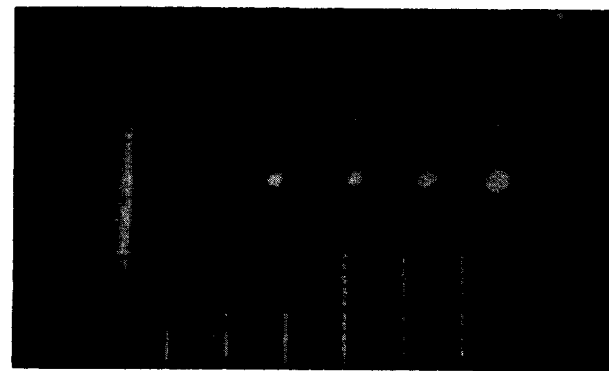


Рис. 2. Хроматографические зоны, меченные изотопом трития. Снимок с дисплея.

держит четыре радиоактивные зоны, расстояние между центрами которых  $\sim 30$  мм. Минимальная активность одной из зон около 4,5 нКи, максимальная - около 90 нКи.

На рис. 3 показана пространственная локализация четырех хроматографических зон с различной активностью, меченных изотопом  $^{14}\text{C}$ . Активность зоны с минимальной интенсивностью излучения /№4/ около 0,4 нКи, с максимальной /№1/ - около 12 нКи. Межцентровое расстояние соседних зон составляет  $\sim 16$  мм.

На рис. 4 показаны X-проекции этих же зон, представленные с помощью анализатора. Хроматограмма помещалась вне газового объема детектора на расстоянии от ближайшей катодной плоскости в несколько миллиметров.

Возможность идентификации хроматографических зон различной активности, меченных изотопами  $^{14}\text{C}$  или  $^{32}\text{P}$ , показана на рис. 5. Хроматограмма, содержащая две зоны, меченные изотопом  $^{14}\text{C}$ , и одну, меченную  $^{32}\text{P}$ , помещалась вне газового объема пропорциональной камеры. Расстояние между центрами зон около 25 мм.

На рис. 5а показаны X-проекции всех трех зон, полученные за один цикл измерения. Введение алюминиевого фильтра между камерой и хроматограммой, поглощающего электроны от  $^{14}\text{C}$  и отсекающего мягкую составляющую  $\beta$ -спектра  $^{32}\text{P}$ , позволяет регистрировать только зону, меченную изотопом фосфора /рис. 5б/. Алгебраическая сумма информации, записанной в памяти анализатора при измерениях с применением фильтра и без него, выделяет зоны, меченные изотопом углерода /рис. 5в/. Время набора статистики в случае "б" было увеличено с учетом ослабления интенсивности излучения  $^{32}\text{P}$  фильтром и не превышало 5 мин. Зоны, меченные  $^{14}\text{C}$ , имеют активность  $\sim 3,6$  нКи и  $\sim 36$  нКи.

Радиоактивные зоны тестовых хроматограмм разной активности выделялись с помощью анализатора, и информация использовалась для определения корреляционных коэффициентов  $K_c$  и  $K_p$  между истинной активностью зоны и величиной загрузки камеры. Для изотопа углерода корреляционный коэффициент  $K_c$  был равен  $12 \pm 1,1$ .

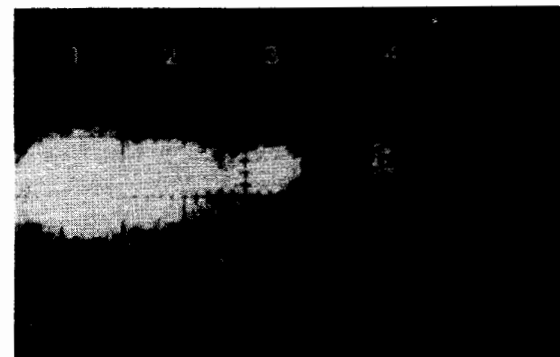


Рис. 3. Хроматографические зоны разной активности /1÷4/, меченные изотопом углерода. Снимок с дисплея.

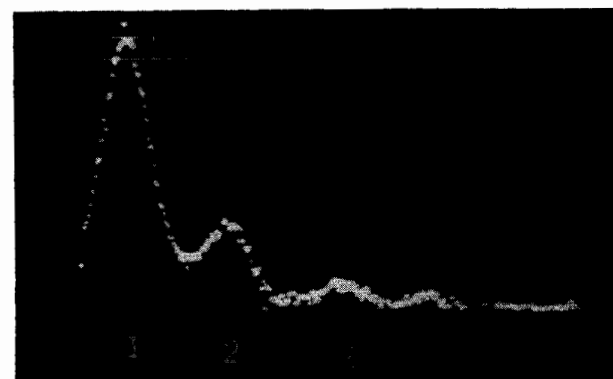


Рис. 4. Проекция хроматографических зон разной активности, меченных изотопом углерода. Снимок с экрана анализатора.

Для фосфора  $K_p = 2,28 \pm 0,06$ . Активности зон, меченных изотопом  $^{14}\text{C}$  или  $^{32}\text{P}$ , радиохроматограммы, показанной на рис. 5а, были экспериментально определены с помощью выражения

$$A^i = 5,4 \cdot 10^{-11} K_{c(p)} N^i,$$

где  $A^i$  - величина активности  $i$ -зоны в кюри,  $N^i$  ( $\text{с}^{-1}$ )- количество регистрируемых сигналов по  $i$ -участку площади пропорциональной камеры. Полученные значения

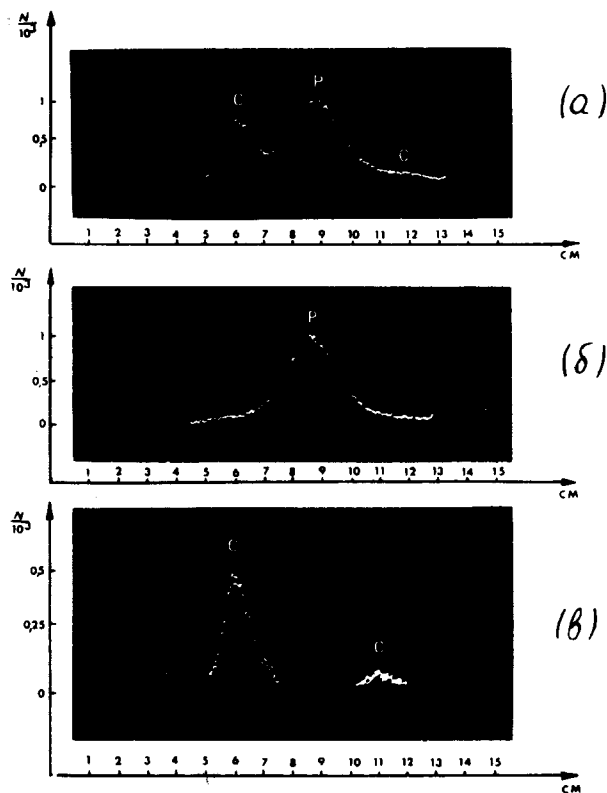


Рис. 5. Идентификация зон радиохроматограммы, меченных разными изотопами. Снимки с экрана анализатора: а/ проекции зон, меченных изотопами  $^{14}\text{C}$ ,  $^{32}\text{P}$ ,  $^{14}\text{C}$ ; б/ проекция зоны, меченной изотопом  $^{32}\text{P}$ ; в/ проекции зон, меченных изотопом  $^{14}\text{C}$ .

активностей исследуемых зон хорошо совпали с величинами активностей, заданными изготовителем хроматограммы /величина активностей была задана с точностью  $\pm 10\%$ /.

#### 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Пропорциональная камера, являясь достаточно простым высокоэффективным детектором  $\beta$ -излучения, может успешно использоваться для проведения быстрого трехмерного анализа радиохроматограмм с достаточной точностью /не хуже  $\pm 10\%$  для  $^{14}\text{C}$  и  $^{32}\text{P}$ /.

Чувствительность детектора ограничивается собственными шумами камеры и соответствует  $\sim 10^{-3} \text{ I/с} \cdot \text{мм}^2$ . Эта величина определяет возможность регистрации хроматографических зон, меченных  $^{14}\text{C}$  и  $^{32}\text{P}$  с минимальной активностью  $10^{-4} \div 10^{-5} \text{ нКи/мм}^2$ . Способность разрешения двух соседних радиоактивных зон следует ожидать не хуже, чем в случае применения искровой камеры, т.е. менее 6 мм /расстояние между зонами/ в случае  $^{14}\text{C}$  и менее 3 мм в случае  $^{32}\text{P}$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шеллард Э. Количественная хроматография на бумаге и в тонком слое. М., "Мир", 1971.
2. Chaur E.B. e.a. J.Chromatogr., 1970, 53, p. 293.
3. Туква Р. e.a. J.Chromatogr., 1974, 93, p. 399.
4. Pullan B. e.a. Nucl.Instr. and Methods, 1975, 124, p. 149.
5. Rindi A. e.a. Nucl.Instr. and Methods, 1970, 77, p. 325.
6. Заневский Ю.В. и др. ОИЯИ, Р14-10410, Дубна, 1977.

Рукопись поступила в издательский отдел 25 августа 1977 года.