

СТАРЕНИЕ ЯДЕРНОЙ ФОТОГРАФИЧЕСКОЙ ЭМУЛЬСИИ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ

Н. С. Коновалова, Н. И. Старков, Т. В. Щедрина

Представлены результаты исследования по старению фотографической ядерной эмульсии производства российской компании “Славич” в различных условиях – в термокамере и в естественных условиях. Полученные результаты демонстрируют стабильность свойств протестированной ядерной эмульсии, заявленного производителем, при всех режимах старения.

Ключевые слова: фотографическая ядерная эмульсия, ускоренное и естественное старение, объёмная вуаль, регрессия треков.

Введение. Ядерная фотографическая эмульсия представляет собой высококонцентрированную высокодисперсную эмульсию на основе микрокристаллов бромистого серебра, распределённых в желатине [1]. Ядерные эмульсии (ЯЭ) широко применяются для регистрации элементарных частиц и реконструкции треков в пространстве детектора. При более или менее продолжительном хранении ЯЭ её чувствительность снижается, растёт плотность объёмной вуали, т. е. происходит так называемое “старение”, обусловленное окислением входящего в состав эмульсии серебра. В результате эффективность эмульсионного детектора снижается.

В статье представлены результаты исследований по старению ЯЭ в различных условиях – в термокамере (ускоренное старение) и в естественных условиях (естественное старение). В ходе эксперимента изучались свойства ЯЭ, произведённой на российском предприятии ОАО “Компания Славич”, где была восстановлена технология производства релятивистской ЯЭ. Тестировалась эмульсия с размером кристаллов галогенида серебра ~ 250 нм и содержанием Ag^+ в геле порядка 40%. Эмульсия данного типа планируется для использования в экспериментах с длительной экспозицией от 3 месяцев и более (см., напр., [2–5]). Для испытаний брались образцы с двусторонним нанесением эмульсии на триацетатцеллюлозную основу. Цель представленного исследования –

изучение и анализ изменений свойств ЯЭ “Славич” с течением времени в различных условиях.

Ускоренное старение. Ускоренное старение осуществлялось в термостатической камере (термокамере) GENVIRO производства Италии, в которой может поддерживаться постоянная температура в диапазоне от -40° до $+180^{\circ}$ C и влажность от 0 до 99%. Система управления термокамеры позволяет контролировать условия проведения испытаний в режиме реального времени, объединяя непрерывное считывание данных с мониторингом и записью текущих значений параметров. В данном эксперименте использовался эмпирически подобранный режим ускоренного старения для данного типа эмульсии (см. табл. 1). Экспозиция в термокамере производилась в подземной лаборатории итальянского Национального института ядерной физики Гран-Сассо (Laboratori Nazionali del Gran Sasso; сокр. LNGS).

Т а б л и ц а 1

Временной режим ускоренного старения образцов ядерной эмульсии “Славич” в термокамере GENVIRO

Номер образца	Начало ускоренного старения	Конец ускоренного старения	Общая экспозиция	Температура, °C	Влажность, %
№ 1	—		2 недели	14–16	45–55
№ 2	—		3 мес.	14–16	45–55
S-3	19.07.2019	20.07.2019	4 мес.	35	50
S-4	19.07.2019	21.07.2019	5 мес.	35	50
S-5	19.07.2019	22.07.2019	6 мес.	35	50
S-6	19.07.2019	23.07.2019	7 мес.	35	50
S-7	19.07.2019	24.07.2019	8 мес.	35	50
S-8	19.07.2019	25.07.2019	9 мес.	35	50
S-9	19.07.2019	26.07.2019	10 мес.	35	50
S-10	19.07.2019	27.07.2019	11 мес.	35	50
S-11	19.07.2019	28.07.2019	12 мес.	35	50

Два взятых для исследований слоя ЯЭ размером по 100×125 мм² были разрезаны на 6 частей каждый и упакованы по одному в светонепроницаемые пакеты. Контрольный образец № 1 был проявлен спустя две недели после изготовления ЯЭ и использовался для определения качества произведённой ЯЭ. Тестируемые образцы и контроль-

ный образец № 2, находившиеся в горизонтальном положении в естественных условиях, подвергались облучению частицами космического излучения в течение 3 месяцев после изготовления. Затем все образцы, за исключением контрольных, выдерживались в термокамере от 1 до 10 дней, в соответствии с табл. 1. С учётом результатов предварительных исследований один день ускоренного старения приравнивался к месяцу естественного старения и включён в расчёт общей экспозиции (см. табл. 1).

По окончании экспозиции в термокамере все образцы, включая контрольный № 2, были проявлены, причём режим проявки в течение всего эксперимента был постоянным. При визуальном осмотре проявленных образцов не было обнаружено каких-либо заметных недостатков: образцы прозрачные, без дихроической (цветной) вуали, пузырей, черных и белых точек, грязевых включений, царапин и других дефектов, влияющих на качество изображения.

Сканирование образцов осуществлялось на многоцелевом автоматизированном измерительном комплексе ПАВИКОМ (Полностью АВтоматизированный Измерительный КОМПлекс) [6]. Каждый образец сканировался в его центральной части в области размером 1×1 см². Такой выбор области сканирования был обусловлен наименьшим количеством возможных механических дефектов, связанных с разрезанием эмульсионного слоя и с процессом химической проявки, в котором технический отступ от края составляет около 0.5 мм. На основе сканирования проводилась процедура реконструкции треков, разработанная для эксперимента OPERA [7]. Пример реконструкции так называемых микротреков (участков трека, восстановленных отдельно в верхнем и нижнем эмульсионных слоях одной плёнки) представлены на рис. 1. Значения на осях абсцисс и ординат на рис. 1 соответствуют размеру отсканированной зоны в мкм, цветовая шкала обозначает количество реконструированных треков.

Как показали измерения, микротреки распределены равномерно по отсканированной площади во всех образцах, что указывает на равномерность свойств эмульсии на всей площади.

Одной из важнейших технических характеристик ЯЭ является так называемая объёмная вуаль, которая характеризуется числом проявленных зерен серебра в 1000 мкм³ эмульсии. При избыточном количестве таких зерен значительно затрудняется как процесс сканирования, так и последующая реконструкция треков. Допустимая плотность вуали, при которой возможна эффективная обработка данных, составляет до 10 зерен на 1000 мкм³. На рис. 2 представлено изменение плотности зёрен в границах отсканированной площади с момента производства эмульсии до 12 месяцев ускоренного старения.

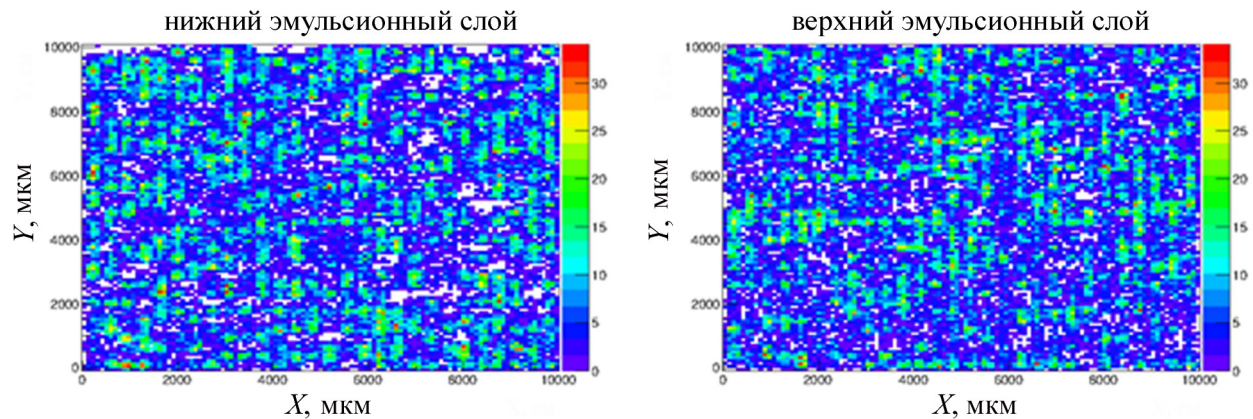


Рис. 1: Плотность микротрасс частиц в одной из плёнок ЯЭ: в нижнем эмульсионном слое (слева) и в верхнем эмульсионном слое (справа).

По оси абсцисс отложено время, в течение которого экспонировалась эмульсия (общая экспозиция), а по оси ординат – число проявленных зерен в объёме 1000 мкм^3 . Ширина распределения по оси ординат отображает диапазон значений объёмной вуали на площади $1 \times 1 \text{ см}^2$.

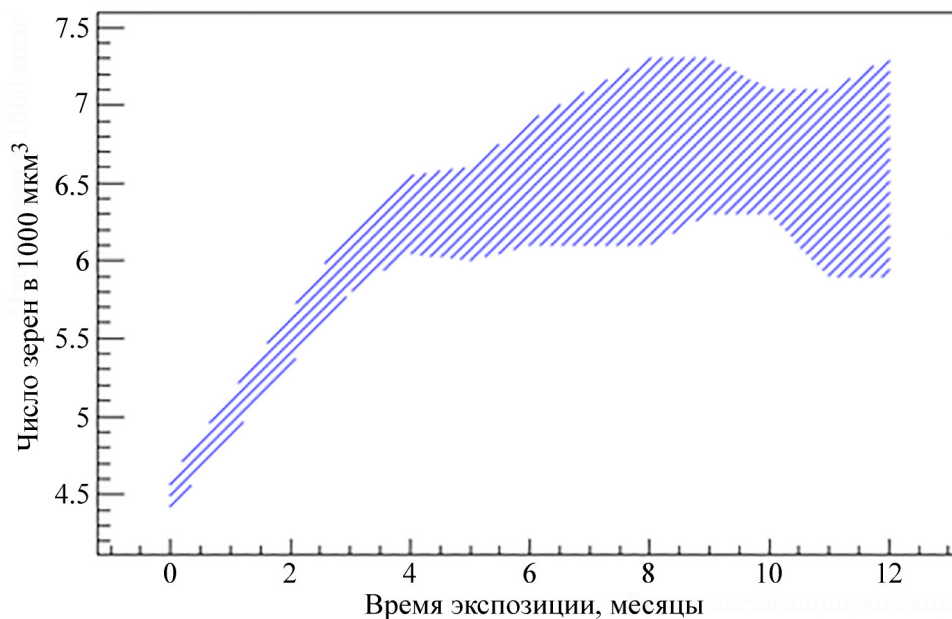


Рис. 2: Изменение плотности зерен в объёме эмульсии с течением времени.

Из представленных данных видно, что в первые 3–4 месяца общей экспозиции наблюдался незначительный рост объёмной вуали (от 5 до 15% от первоначального значе-

ния), а по истечении 6 месяцев вуаль увеличилась на 25–30% и не изменялась в течение оставшегося времени.

Подземное расположение лаборатории Гран-Сассо (3650 м водного эквивалента) позволяет на много порядков уменьшить фон космического излучения, так что его воздействием на образцы в термокамере можно пренебречь. Контрольный образец № 2 находился вместе с другими образцами на экспозиции в естественных условиях в течение трёх месяцев, и все эти образцы до помещения в термокамеру набрали одинаковое количество треков космических лучей. Следовательно, после помещения в термокамеру все изменения происходили только за счёт старения эмульсии, и расхождение в количестве реконструированных треков в контрольном образце и в тестируемых образцах могло возникнуть исключительно за счёт старения, в результате увеличения вуали и, как следствие, появления ложных фоновых треков.

Для оценки влияния старения производился подсчёт так называемых базовых треков (ВТ, basetracks), реконструированных в одной эмульсионной плёнке на основе микротреков, проходящих через оба её эмульсионных слоя. На рис. 3 показано число реконструированных треков частиц в каждом образце на площади 1×1 см², отнормированное к числу треков в контрольном образце № 2 на той же площади. Представлена зависимость этой величины от времени общей экспозиции. Каждая точка на графике соответствует отдельному эмульсионному образцу.

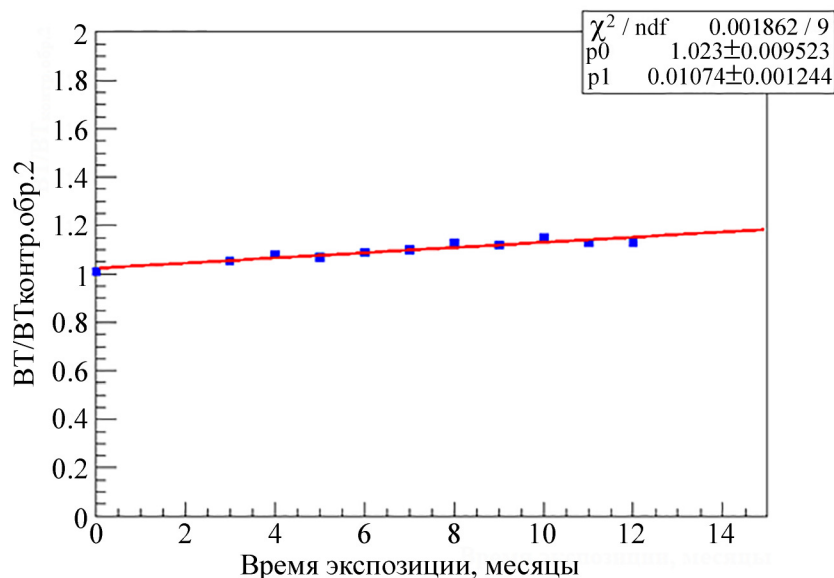


Рис. 3: Отношение числа реконструированных треков в образцах с разным временем общей экспозиции к числу треков в контрольном образце № 2.

Данные были аппроксимированы линейной функцией $f(x) = 1.023 + 0.011x$. Как видно из рис. 3, за период старения ЯЭ от одного месяца до года уменьшения числа реконструированных треков не произошло. Незначительный рост их относительного числа мог быть обусловлен небольшим увеличением вуали с течением времени и, как следствие, появлением ложных треков. Таким образом, в первые 3–4 месяца ускоренного старения эмульсия продемонстрировала стабильность основных свойств, заявленную производителем. По истечении этого времени наблюдался небольшой рост объемной вуали (порядка 20–25% от первоначального), однако от 4 месяцев до года экспозиции число проявленных зерен в единице объема существенно не изменилось.

Старение в естественных условиях. Для изучения естественного старения были взяты 16 слоёв ЯЭ одного и того же синтеза и партии размером 5×6 см² каждый. Маркировка образцов дана в табл. 2, а схема взаимного расположения слоёв в процессе экспозиции представлена на рис. 4.

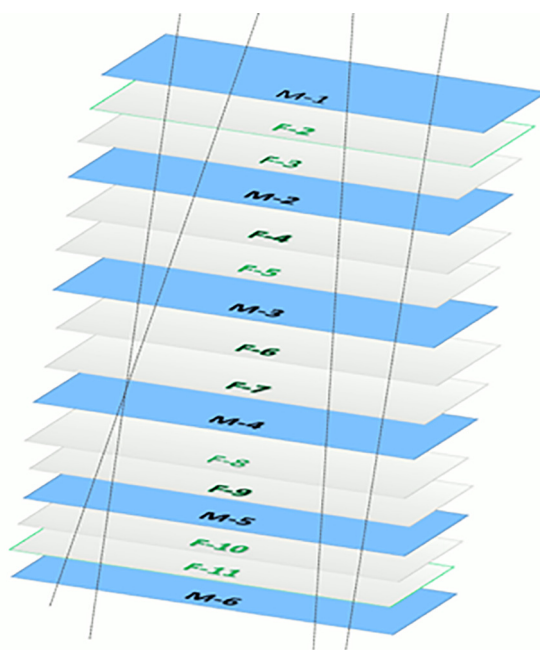
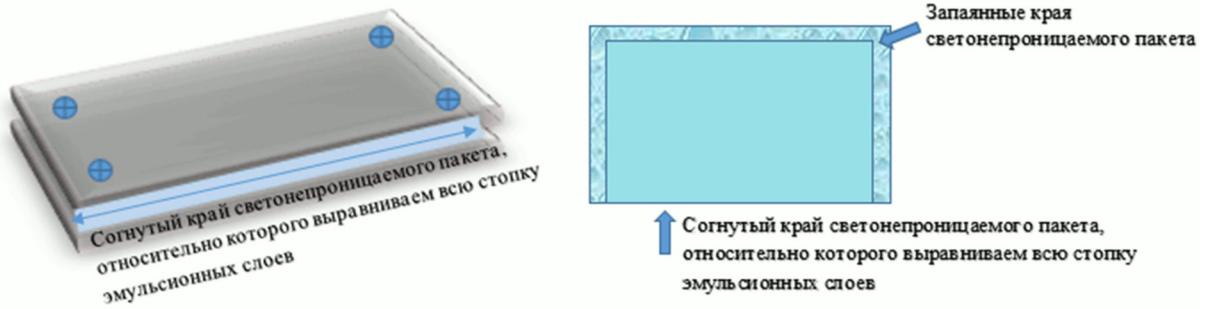
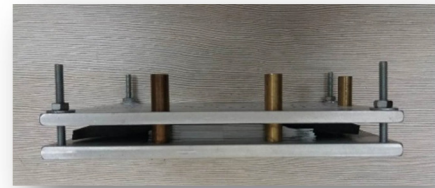


Рис. 4: Расположение эмульсионных слоёв друг относительно друга при сборке на естественное старение.

Каждый образец был промаркирован в темной комнате и упакован под вакуумом в отдельный светонепроницаемый пакет. Все эмульсионные слои были выровнены относительно линии сгиба пакетов и стянуты двумя металлическими пластинами, как показано на рис. 5.



(а)



(б)

Рис. 5: (а) Схема сборки эмульсионных слоёв на естественное старение: слои стянуты двумя металлическими пластинами и выровнены вдоль горизонтальной оси; (б) сборка: вид сверху (слева) и сбоку (справа).

Сборка эмульсионных слоёв экспонировалась в течение одного месяца в горизонтальном положении, после чего была разобрана, и шесть образцов с маркировкой от М-1 до М-6 были проявлены и отсканированы на ПАВИКОМ. По результатам сканирования в этих образцах была проведена реконструкция так называемых объёмных треков атмосферных мюонов (VT, Volume Tracks – треки, проходящие через всю стопку эмульсионных пластин, см. рис. 5), на основе чего в остальных эмульсионных слоях впоследствии производилась оценка снижения эффективности реконструкции VT по причине старения эмульсии.

Оставшиеся десять эмульсионных слоёв с маркировкой от F-2 до F-11 хранились до проявки в вертикальном положении в подвальном помещении при температуре 16 °С и влажности 55–60% в течение разных периодов времени. В результате их обработ-

ки реконструировались треки мюонов космического происхождения, прошедшие через всю сборку за время экспозиции. Порядок взаимного расположения слоёв после разборки был изменён, чтобы фоновые треки, набранные после разборки каждой отдельной эмульсионной пластины, при дальнейшей экспозиции не участвовали в реконструкции VT треков. Проявка образцов проводилась в одном и том же режиме химической обработки с периодичностью один месяц (см. табл. 2).

Т а б л и ц а 2

Порядок проявки фотоэмульсионных слоёв “Славич”

ID-номер эмульсионного слоя	Срок естественного старения	Примечание
M-1	1 мес.	первый слой для реконструкции VT треков
M-2	1 мес.	второй слой для реконструкции VT треков
...		
M-6	1 мес.	шестой слой для реконструкции VT треков
F-2	2 мес.	срок дополнительного хранения 2 месяца
F-3	3 мес.	срок дополнительного хранения 3 месяца
...		
F-11	11 мес.	срок дополнительного хранения 11 месяцев

Таким образом, образцы M-1–M-6 были проявлены одновременно после одного месяца экспозиции в естественных условиях; в то время как образцы F-1, F-2, ... проявлялись с последовательным добавлением одного дополнительного месяца экспозиции (см. табл. 2). По истечении года был проявлен и отсканирован последний образец, и произведена реконструкция всех мюонных треков, прошедших через эмульсионную сборку.

На рис. 6 показано изменение распределения плотности зерен вуали от момента производства ЯЭ до конца экспозиции.

Как видно из рис. 6, результаты эксперимента по естественному старению демонстрируют стабильность технических характеристик протестированной ЯЭ на протяжении первых 4–5 месяцев от даты производства. В период от 5 до 11 месяцев плотность вуали увеличилась примерно в 1.5 раза, однако осталась в пределах допустимой, т. е. меньше 10 зерен на 1000 мкм³.

В эксперименте по естественному старению была осуществлена оценка регрессии треков, которая является показателем изменения эффективности ядерно-

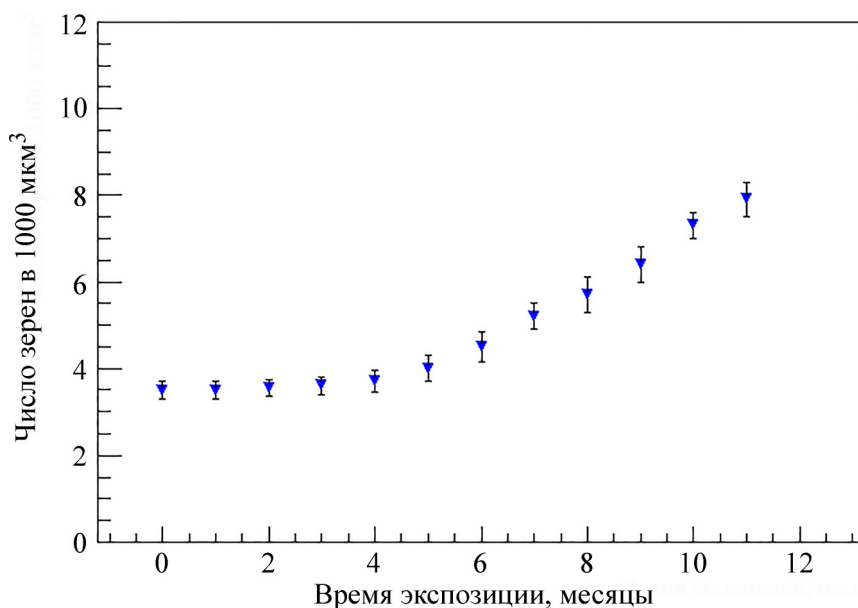


Рис. 6: Изменение числа зерен вуали в единице объема за время от производства ядерной эмульсии до конца экспозиции на естественное старение.

эмульсионного детектора с течением времени. Были реконструированы VT треки, проходящие через весь объём эмульсионной сборки, и сравнивалось количество реконструированных треков в эмульсионных слоях с различным временем экспозиции (образцы F-1, F-2, ..., F-11) с количеством треков в образцах M-1–M-6. Согласно полученным результатам, количество VT треков, реконструированных в течение первых 6 месяцев старения (образцы F-2–F-6), совпадает с количеством треков, накопленным в идентичных условиях до разборки (образцы M-1–M-6), т.е. регрессия треков, связанная с эффектом старения эмульсии в течение этого времени, отсутствует, а в период 7–11 месяцев (образцы F-7–F-11) не превышает 10%.

Более точная оценка эффективности регистрации и восстановления треков может быть получена с использованием ускорительных комплексов при облучении ЯЭ однозарядными ионизирующими частицами.

Заключение. Представлен эксперимент по исследованию параметров ядерной фотографической эмульсии производства российской компании “Славич” в различных условиях старения. Дано описание постановки и методики тестирования в условиях естественного старения и ускоренного старения ЯЭ в термокамере. Исследованы параметры, влияющие на изменение регистрирующих свойств ядерно-эмульсионного детектора – плотность объёмной вуали и эффективность восстановления треков однозарядных

частиц. По итогам исследования ядерные эмульсии “Славич” продемонстрировали высокую стабильность регистрирующих свойств, отвечающую требованиям экспериментов с длительной экспозицией, в частности, основанных на методике мюонной радиографии [2, 5].

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] A. Ariga, T. Ariga, G. De Lellis, et al., Nuclear Emulsions. In: Particle Physics Reference Library (Springer, Cham, 2020), **2**, 383. https://doi.org/10.1007/978-3-030-35318-6_9.
- [2] А. Б. Александров, М. С. Владимиров, В. И. Галкин и др., УФН **187**(12), 1375 (2017). DOI: 10.3367/UFNr.2017.07.038188.
- [3] C. Ahdida, A. Akmete, et al., Eur. Phys. J. C **82**(5), 486 (2022). DOI: 10.1140/epjc/s10052-022-10346-5.
- [4] С. А. Горбунов, Н. С. Коновалова, Ядерная физика **83**(1), 84 (2020). DOI: 10.31857/S0044002720010055.
- [5] А. Б. Александров, С. Г. Васина, В. И. Галкин и др., ЖЭТФ **161**(4), 590 (2022). DOI: 10.31857/S0044451022040137.
- [6] A. Alexandrov, N. Konovalova, N. Okateva, et al., Measurement **187**, 110244 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.110244>.
- [7] V. Tioukov, I. Kreslo, Y. Petukhov, and G. Sirri, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A **559**, 103 (2006). <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.11.214>.

Поступила в редакцию 15 июня 2022 г.

После доработки 28 июня 2022 г.

Принята к публикации 29 июня 2022 г.