

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

524/82

1/2-82

P6-81-696

А.А.Абдуразаков, К.Я.Громов, Т.А.Исламов,  
Г.А.Кононенко, А.А.Тангабаев, М.И.Фоминых,  
А.Х.Холматов, В.М.Цупко-Ситников

ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ  
ПОЧЕРНЕНИЯ ФОТОЭМУЛЬСИИ  
ПРИ ОБРАБОТКЕ БЕТА-СПЕКТРОГРАММ

Направлено в журнал "Прикладная ядерная спектроскопия"

1981

Бета-спектрограф с постоянным однородным магнитным полем, регистрирующий электроны на фотопластинку<sup>1/</sup>, продолжает более 60 лет оставаться весьма эффективным прибором для прецизионных исследований спектров конверсионных электронов /КЭ/. На  $\beta$ -спектрографах сравнительно легко получить высокую разрешающую способность ( $\Delta H_p/H_p \leq 0,05\%$ ), обеспечивающую хорошие возможности для исследования сложных спектров КЭ, при изучении структуры L- и M-конверсионных линий. Малая светосила прибора / $\sim 0,01\%$ / и низкая результирующая эффективность регистрации электронных спектров по почернению фотоэмульсии в значительной мере компенсируется возможностью изучения КЭ в широком диапазоне энергетического спектра: обычным является следующее отношение импульсов электронов на краях одновременно регистрируемого участка спектра:  $\rho_{\max}/\rho_{\min} = 5$ .

Можно надеяться, что развитие техники координаточувствительных детекторов электронов позволит в будущем существенно повысить эффективность регистрации электронов в  $\beta$ -спектрографах. Однако требования здесь весьма высокие: необходимо иметь детектор с точностью определения координаты до нескольких десятков микрометров при длине его несколько десятков сантиметров.

Регистрация электронных спектров по почернению ядерных фотоэмульсий создает значительные трудности при их обработке и количественной оценке ошибок выдаваемых значений относительных интенсивностей линий КЭ. Целью настоящей работы является рассмотрение и изучение возможных источников ошибок при определении относительных интенсивностей КЭ, а также разработка метода оценки погрешности окончательных результатов применительно к  $\beta$ -спектрографам<sup>2/</sup>, используемым для исследований по программе ЯСНАПП в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ. Нами рассмотрены источники ошибок, связанные с:

- 1/ качеством используемых фотоэмульсий;
- 2/ методами их обработки: хранением, экспонированием, проявлением, микрофотометрированием;
- 3/ нелинейностью зависимости плотности почернения от количества электронов, попавших на фотопластинку;
- 4/ спектральной чувствительностью фотоэмульсии.

В настоящей публикации, являющейся первой в серии работ по данному вопросу, рассмотрен вклад первых двух факторов.

#### ЯДЕРНЫЕ ФОТОЭМУЛЬСИИ Р-50. ХРАНЕНИЕ, ЭКСПОНИРОВАНИЕ И ПРОЯВЛЕНИЕ

Для регистрации электронов мы применяем стеклянные фотопластинки с ядерными фотоэмульсиями типа Р-50<sup>2/</sup>/релятивистские, толщина эмульсии 50 мкм/. Эмульсии типа Р обеспечивают максимальную чувствительность при регистрации КЭ. Выбор пла-

стинок с толщиной эмульсии 50 мкм обусловлен тем, что они дают максимальную чувствительность в области энергий КЭ около 200 кэВ<sup>1/</sup>, то есть примерно в середине диапазона энергий, в котором обычно получают максимум информации о спектрах КЭ. Для регистрации КЭ малых энергий целесообразно использовать эмульсии меньшей толщины, для регистрации КЭ больших энергий - большей толщины. Однако с целью сохранения одинакового режима обработки фотопластинок эмульсии другой толщины, как правило, не применялись.

Максимальный срок хранения пластинок одной партии приготовления обычно не превышал 3-4 месяцев. С целью уменьшения скорости нарастания вуали в фотоэмульсии пластинки хранятся при температуре -10°C и при относительной влажности ~50%<sup>3/</sup>.

Экспозиция фотопластинок производится при давлении в камере β-спектрографа 10<sup>-4</sup> - 10<sup>-3</sup> мм рт.ст. при комнатной температуре. Длительность экспозиции от 10 мин до нескольких суток. Длительное хранение экспонированных фотопластинок на открытом воздухе может привести к окислению зерен серебра и ослаблению скрытого изображения /процесс регрессии/<sup>3/</sup>. Мы специально изучили влияние регрессии на уменьшение плотности почернения в фотопластинках. Показано, что при хранении фотопластинок на открытом воздухе в течение 5 ч регрессия не заметна, поэтому в нашей работе интервал времени между концом экспозиции и проявлением не превышал 5 ч. Более длительное хранение экспонированных непроявленных фотопластинок допускалось в вакууме /в камере β-спектрографа/, так как в вакууме регрессия не заметна<sup>3/</sup>.

Проявление и фиксирование экспонированных фотопластинок проводилось в соответствии с процедурой, рекомендованной в<sup>4/</sup>. Как известно, скорость и глубина проявления фотоэмульсий сильно зависят от температуры проявителя и длительности проявления. В специальных опытах установлено, что поддержание температуры проявителя в пределах /24±0,5°C при длительности процесса проявления (10 мин +10 с) обеспечивает повторение измеренных плотностей почернения одинаково экспонированных фотоэмульсий в пределах +1%.

Известно /см., например,<sup>3/</sup> /, что толщина эмульсии на фотопластинках может изменяться на +10% в пределах одной фотопластинки и от пластинки к пластинке. В тех случаях, когда пробег электронов превышает толщину фотоэмульсии, изменения ее толщины будут приводить к ошибкам в определении интенсивностей линий КЭ. Прямые измерения толщины фотоэмульсий пластинок типа Р-50 под микроскопом показали, что максимальные отклонения толщины эмульсии от средней толщины не превышают 5-6% в пределах одной пластинки и 10% от одной пластинки к другой /в пределах одной партии/. Учитывая характер поглощения электронов в веществе, можно ожидать, что ошибка в опре-

делении интенсивностей КЭ на  $\beta$ -спектрографе, связанная с вариациями толщины эмульсии, будет зависеть от энергии КЭ. При этом электроны, максимальный пробег которых меньше толщины эмульсии, вклад в ошибку не дают. Далее, по мере увеличения энергии КЭ ошибка, связанная с вариациями толщины эмульсии, постепенно нарастает, достигая величины 5-6% при больших энергиях КЭ.

### ОШИБКИ ФОТОМЕТРИРОВАНИЯ

Фотометрирование изображений проводится с помощью автоматического микрофотометра /АМФ/, разработанного в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ для обработки бета-спектрограмм<sup>/5/</sup>.

Система регистрации АМФ состоит из фотоумножителя /ФЭУ-92/, согласующего усилителя /два операционных усилителя К140УД6<sup>/6/</sup>/ и амплитудно-цифрового преобразователя типа КА-206<sup>/7/</sup> на 8192 канала. Информация в цифровой форме передается в ЭВМ ЕС-1010 через универсальный вход в стандарте КАМАК. Высокая стабильность согласующего усилителя, его низкие шумы и высокая<sup>/0,08%/</sup> линейность используемого АЦП позволяют считать, что ошибки, вносимые этими элементами, незначительны.

Нестабильность светового потока ламп накаливания обуславливается их старением и непостоянством питающего напряжения. Наши измерения носят относительный характер, поэтому эффект старения лампы на них не влияет. Источник питания лампы стабилизирован с точностью 0,05%, что практически исключало и этот источник ошибок. Проверка временной нестабильности всей системы регистрации показала, что отклонение уровня сигнала от первоначально выставленного /80 мкА/ за 35 мин работы системы составило 0,07%, то есть пренебрежимо мало. Малый уровень шумов системы регистрации обеспечивается благодаря применению большой величины рабочего светового потока<sup>/5/</sup>, а также сужению частотной полосы согласующего усилителя.

На выбор полосы частот системы регистрации накладываются ограничения, связанные с возможными искажениями контура фотометрируемой линии<sup>/8/</sup>. Ограничение полосы частот усилителя сверху осуществлено с помощью интегрирующего RC-фильтра на выходе ФЭУ. Величина емкости была рассчитана в соответствии с рекомендациями<sup>/8-10/</sup> для допустимых искажений, не превышающих 0,1% от максимальной интенсивности линии, имеющей гауссову форму с полушириной 100 мкм, при скорости фотометрирования 5 мм/с. Величина нагрузки ФЭУ принята равной 10 кОм. Значение интегрирующей емкости получено равным 33 нФ.

В специальных экспериментах были изучены полные аппаратурные ошибки, обусловленные шумами фотометрической системы АМФ.

Показано, что эти ошибки меньше 0,3% при оптических плотностях изображения, меньших 2, и возрастают, достигая 1%, при оптической плотности около 2,7.

#### ВЫБОР АПЕРТУРЫ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Диафрагма АМФ представляет собой щель прямоугольной формы с независимой установкой продольного ( $a$ ) и поперечного ( $h$ ) относительно спектрограммы размеров. Сканирование осуществляется в направлении, совпадающем с продольным размером диафрагмы. Выбор шага фотометрирования диктуется прежде всего необходимостью получения достаточного числа точек, по которым будут построены спектральные линии. Слишком большая величина шага приводит к потерям деталей спектра; использование малых шагов приводит к неоправданно большим массивам данных. Обычно шаг фотометрирования совпадает с продольным размером диафрагмы  $a$ .

Практика обработки спектрограмм с помощью  $\beta$ -спектрографов показывает, что оптимальная величина шага ( $a$ ) обычно лежит в пределах от 12 до 50 мкм. Величина шага обычно составляла 25 мкм. При выборе поперечного размера щели  $h$  следует учитывать, что слишком большая его величина увеличивает влияние перекоса щели. Малый поперечный размер щели уменьшает количество света, попадающего на фотокатод. Обычно используется величина  $h$  от 250 до 500 мкм.

#### ФЛУКТУАЦИИ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ, ОБУСЛОВЛЕННЫЕ ЗЕРНИСТОСТЬЮ ФОТОГРАФИЧЕСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ

Когда сканирование фотослоя производилось при малой площади диафрагмы, количество зерен /групп зерен/ серебра в пределах этой площади конечно. Разбросы зерен /и их размеров/ могут привести к заметным флуктуациям в измеряемой оптической плотности изображения. Эти флуктуации тем больше, чем меньше площадь диафрагмы, и зависят от характеристик регистрируемого излучения.

Изучение микрофотографий спектрограмм, снятых на фотопластинках типа Р-50 с помощью наших бета-спектрографов, показало, что размеры групп зерен серебра в фотоэмульсии изменяются в пределах от единиц до 10-15 мкм.

Для оценки влияния зернистости изображения на результаты фотометрирования были выполнены измерения при различных площадях диафрагмы участков спектрограмм, равномерно экспонированных в пределах рассматриваемых участков и имеющих соответственно одинаковые оптические плотности почернения. Шаг фотометрирования /продольный размер диафрагмы/ выбирался равным

12,5; 25; 50 и 100 мкм. Поперечный размер щели был везде равен 250 мкм. На рис.1 представлены зависимости среднего квадратичного отклонения измеренных значений оптической плотности  $\sigma_D$  от площади диафрагмы АМФ для трех значений энергии электронов: 25; 70 и 400 кэВ при оптической плотности почернения  $D = 0,5$ . Видно, что величина средней квадратической ошибки измерения оптической плотности изображения  $\sigma_D$  за счет зернистости изображения может достигать 4% /при  $D = 0,5$ ,  $a = 12$  мкм,  $E_e = 400$  кэВ/. При наиболее часто используемом шаге фотометрирования  $a = 25$  мкм  $\sigma_D$  лежит в пределах от 2 до 3,5%. Отметим, что зависимость  $\sigma_D$  от  $s$  в первом приближении соответствует закону  $1/\sqrt{s}$ . Можно ожидать, что  $\sigma_D$  будет уменьшаться при увеличении  $D$ .

В/11.12/экспериментально установлено, что флуктуации оптической плотности  $\sigma_D$  увеличиваются с ростом энергии электронов, а также с увеличением толщины фотослоя. Наши данные /рис.1/ подтверждают вывод о возрастании  $\sigma_D$  с ростом энергии электронов.

Таким образом, проведенное выше рассмотрение ошибок фотометрирования спектров КЭ показывает, что основной вклад в ошибку  $\sigma_D$  измерения оптической плотности  $D$  вносят флуктуации оптической плотности, вызванные зернистостью фотоизображения. Аппаратурные ошибки, обусловленные шумами АМФ, будут заметны лишь при измерении участков с  $D > 2$ .

Ошибки за счет зернистости фотослоя, в принципе, рассчитываются/13/. Однако эти расчеты приближенные и требуют знания средних размеров зерна, зависимости этих размеров от энергии КЭ и т.д. В связи с этим для оценки ошибок при фотометрировании и их уменьшении мы используем метод накоплений/14/, который может быть легко реализован при обработке спектров КЭ при многократном сканировании спектров. В случае отсутствия корреляций метод накоплений позволяет увеличить отношение сигнал/шум во столько раз, сколько было сделано измерений.

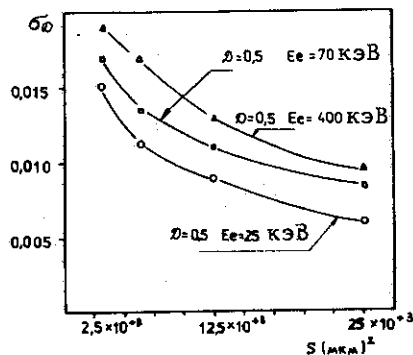


Рис.1. Зависимость среднего квадратичного отклонения  $\sigma_D$  измерений оптической плотности от площади  $s$  сканирующей диафрагмы для значений энергии электронов 25; 70 и 400 кэВ. Плотность почернения одинакова -  $D = 0,5$ .

Пусть проведено  $N$  независимых измерений спектра и получено  $N$  значений  $D_{in}$  для каждой точки спектра с номером  $i$ . Тогда

$$\bar{D}_i = \frac{\sum_{n=1}^N D_{in}}{N}, \quad \sigma_{iD} = \frac{\sum_{n=1}^N (D_i - D_{in})}{N(N-1)}.$$

Очевидно, что независимыми будут только результаты многократного фотометрирования по различным, неперекрывающимся дорожкам спектрограмм. Многократное сканирование даст ожидаемые результаты в том случае, если в пределах выбранных дорожек сканирования можно пренебречь кривизной спектральной линии и обеспечена параллельность линии и  $Y$ -координаты шагового привода АМФ. Ширина полосы, занимаемой при десятикратном сканировании, равна 3-5 мм. Кривизна спектральной линии в бетаспектрографе при минимальном радиусе кривизны траектории электрона, равном 5 см, такова, что прогиб линии в пределах 3 мм по  $Y$ -координате при использовании точечного источника равен 30 мкм. Ясно, что при высоте источников, обычно используемых в спектрографах, равной ~ 5-7 мм, кривизной спектральной линии можно пренебречь. Исследование точности выставления параллельности линии и  $Y$ -координаты привода показало, что визуально это сделать очень трудно и лучше использовать контрольный прибор - цифровой вольтметр, которым для этой цели была дополнена регистрирующая часть АМФ. С помощью прибора добиваются такого положения линии и  $Y$ -привода, чтобы при смещении по  $Y$  на 3-5 мм отсчеты цифрового вольтметра не имели монотонного хода.

На рис.2а приведены результаты измерений участка спектра. Сделано 10 проходов по разным дорожкам, и результаты усреднены. На рис.2б представлены рассчитанные ошибки  $\sigma_{\bar{D}}$  измерений  $\bar{D}$  при установке параллельности линии и  $Y$ -координаты по прибору; на рис.2в - те же ошибки, но при визуальной установке параллельности. В первом случае ошибки меньше, то есть установка параллельности по прибору более надежна и занимает меньше времени.

На рис.3а представлены результаты десятикратного сканирования того же участка спектра по одной и той же дорожке; на рис.3б - результаты расчетов  $\sigma_{\bar{D}}$  для спектра 3а. Естественно, что рассчитанная ошибка /рис.3б/ при сканировании по одной дорожке меньше, чем ошибка при сканировании по разным дорожкам /рис.2б/, так как десять измерений в этом случае /спектр 3а/ не являются независимыми по отношению к структуре изображения. Основным источником дисперсии измерений в этом случае - неточность повторения координаты  $X$  /люфт  $X$ -привода/. При этом для сильных линий абсолютная величина  $\sigma_{\bar{D}}$  заметно возрастает. Многократное фотометрирование сильных линий мы использовали для контроля с целью уменьшения люфта  $X$ -привода. Основным источником увеличения ошибок при сканировании по разным дорожкам

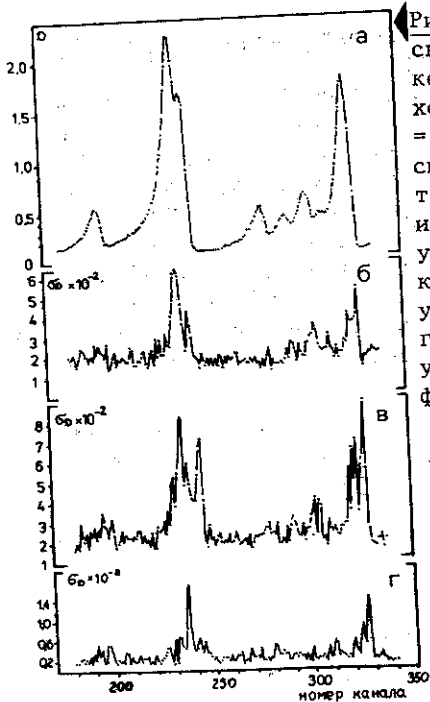
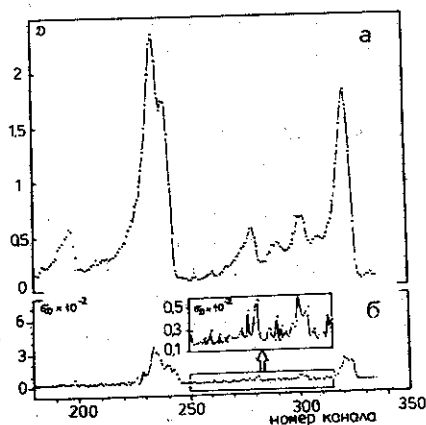


Рис.3. Результаты десятикратного сканирования по одной дорожке участка спектра, представленного на рис.2а,б.

Рис.2. Результаты измерений оптической плотности почернения на участке спектра при десятикратном проходе его по разным дорожкам / а = 25 мкм, h = 500 мкм/: а/ участок спектра; б/ спектр с учетом рассчитанных среднеквадратических ошибок измерений  $\sigma_D$  на том же участке при установке параллельности линии и координаты Y по прибору; в/ при установке параллельности визуально; г/ дисперсия  $\sigma_D$ , рассчитанная для участка спектра с предварительной фильтрацией.



/рис.2б/ мы считаем флуктуации  $D$ , вызванные зернистостью фотоизображения. При многократном сканировании по разным дорожкам возможно увеличение  $\sigma_D$  и из-за дефектов и загрязнений в фотослое. Поэтому целесообразно перед усреднением результатов и расчетов  $\sigma_D$  исходные данные подвергнуть "фильтрации", используя статистический критерий грубых ошибок /15/ для каждой группы одноименных точек спектра. Рис.2г иллюстрирует ошибки  $\sigma_D$ , рассчитанные для тех же измерений, для которых вычислялись  $D$  и  $\sigma_D$  /рис.2а,б/, но с предварительной фильтрацией. Видно, что фильтрация позволила уменьшить ошибки измерений в несколько раз. В результате фильтрации кроме точек, принадлежащих дефектам, могут быть отброшены также точки, в которых проявляются заметные случайные флуктуации зернистости изображения и шумов фотоумножителя. Во всяком случае, рис.2г демонстрирует воз-



возможность уменьшения ошибок фотометрирования при многократном сканировании до уровня меньше 0,5%.

Таким образом, главными источниками ошибок при фотометрировании являются шумы фотометрической системы /до 1% при  $D = 2,7/$  и флуктуации оптической плотности из-за зернистости изображения /до ~ 4%/. Эти ошибки могут быть существенно уменьшены при многократных измерениях /до уровня <1%/. Существенный вклад могут вносить также ошибки, связанные с дефектами и загрязнениями в фотослое. Здесь полезна "фильтрация" результатов. В целом описанная выше методика обеспечивает 1-процентную точность измерений оптической плотности изображений при многократных измерениях и применении "фильтрации" результатов.

Авторы благодарны Б.П.Баннику, Ю.А.Батусову и В.В.Кузнецову за полезные обсуждения и помощь в определении характеристик эмульсий Р-50.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Абдуразаков А.А., Громов К.Я., Умаров Г.Я. Бета-спектрографы с постоянными магнитами. "ФАН", Ташкент, 1970.
2. Абдуразаков А.А. и др. ОИЯИ, 6-4363, Дубна, 1969.
3. Бонетти А. и др. Ядерные фотоэмульсии. Физматгиз, М., 1961.
4. Труды ВНИКФИ. Вып.11 /21/. Изд-во Мин. культуры СССР, М., 1957.
5. Исламов Т.А. и др. ОИЯИ, Р10-12794, Дубна, 1979.
6. Аналоговые и цифровые интегральные схемы /под ред. С.В.Якубовского/. "Сов.радио", М., 1979.
7. Габриэль Ф. и др. ОИЯИ, Р13-11201, Дубна, 1978.
8. Раутиан С.Г. УФН, 1958, т.66, с.475.
9. Лагутин В.И. Оптико-механическая промышленность, 1973, №11, с.10.
10. Дмитриевский О.Д., Никитин В.А. Оптико-механическая промышленность, 1957, №4, с.9.
11. Frieser H. et al. Z. Angew. Physik, 1952, 10, p.337.
12. Burge R.E. et al. J.Sci.Instr., 1968, 1, p.715.
13. Фризер Р. Фотографическая регистрация информации. "Мир", М., 1978.
14. Харкевич А.А. Борьба с помехами. "Наука", М., 1965.
15. Смирнов Н.В., Дуним-Барковский И.К. Курс теории вероятностей и математической статистики. "Наука", М., 1969.

Рукопись поступила в издательский отдел

5 ноября 1981 года.