

2.4 Условия применения метода

Образцы для автордиографирования. В качестве образцов для автордиографирования служат сплавы металлов, пластмассы, органы животных, растений, осадки химических веществ, отдельные кристаллы и другие объекты, содержащие радиоактивные изотопы.

Количество радиоактивного изотопа в образце учитывают при расчете продолжительности экспонирования. Толщину образцов выбирают в каждом конкретном случае с учетом их плотности и энергии излучения радиоактивного изотопа. Толстые образцы при достаточно большой энергии радиоактивного излучения не позволяют получать автордиограммы высокой разрешающей способности, так как излучение из более удаленных от рабочей поверхности слоев будет искажать изображение, образуемое тонким поверхностным слоем исследуемого образца. Слишком тонкие образцы (шлифы, срезы) вследствие их невысокой общей активности обычно требуют чрезвычайно длительных экспозиций. Если, например, применяют радиоактивный изотоп ^{45}Ca ($E_{\beta, \text{макс}} = 0,254$ МэВ), то нет смысла брать стальные образцы толщиной более 1 мм, так как из более удаленных слоев излучение изотопа ^{45}Ca будет полностью поглощаться. Необходимость высокой степени дискриминации включений радиоактивного изотопа ^{45}Ca требует изготовления тонкого шлифа, минимальная толщина которого определяется разумным временем экспозиции.

Контакт образца с фотослоем. Основная задача макроавтордиографии - дискриминация радиоактивных включений в образце. Достижение высокой разрешающей способности метода обеспечивается при минимальном расстоянии между образцом и фотослоем. Можно сказать, что качество автордиограммы определяется, в основном, качеством контакта. Улучшить контакт можно, улучшая исследуемую поверхность образца. Например, рабочие поверхности металлических образцов должны обязательно полироваться. Рекомендуются пользоваться легкими простыми зажимами, позволяющими получать плотный и равномерный контакт. Если необходимо значительно повысить степень дискриминации радиоактивных включений, то вместо обычного контакта фотоэмульсии и образца фотографический слой изготавливают непосредственно на образце. Контакт фотослоя с образцом может продолжаться от нескольких минут до нескольких десятков суток.

Защитные пленки. При продолжительном плотном контакте фотоэмульсии с образцом его химически активные компоненты могут воздействовать на фотографическую эмульсию, восстанавливая галоидное серебро. Это вынуждает между фотослоем и исследуемой поверхностью образца вводить экраны, «препятствующие их прямому контакту». В качестве таких защитных экранов чаще всего применяют различные пленки. Очевидно, защитные пленки снижают разрешающую способность метода и тем в большей степени, чем толще применяемая пленка. Высококачественные тонкие защитные пленки обычно получают непосредственно на поверхности образца, причем для каждого материала образца подбирают вещество, образующее защитный слой наилучшего качества. Например, слой нитролака толщиной менее микрона хорошо защищает металлические образцы. Пленка еще более высокого качества получается из 1%-ного раствора коллодия в амилацетате. Пленка из плексигласа удовлетворительно защищает образцы минералов. Защитная пленка готовится «купанием» образца в растворе пленкообразующего вещества подходящей концентрации.

Продолжительность экспонирования (время контакта) и его расчёт. Временем контакта называется время, в течение которого радиоактивное излучение изотопа, содержащегося в образце, воздействует на фотографическую эмульсию. Продолжительность экспонирования можно рассчитать, если известно количество радиоактивного изотопа, находящегося в изучаемом образце, а также масса, толщина и площадь образца, энергия радиоактивного изотопа, степень равномерности его распределения по образцу и, наконец, тип фотоматериала.

Пример расчета времени контакта. Из раствора, содержащего радиоактивный изотоп фосфора ^{32}P в виде $\text{Na}_2\text{HP}\cdot\text{O}_4$ в количестве 0,1 мкюри, количественно осажден фосфор в виде $\text{MgNH}_4\text{P}\cdot\text{O}_4$. Толщина полученного осадка 0,4 мм, площадь 2,5 см². Требуется рассчитать продолжительность экспонирования данного образца, если для регистрации излучения применяется рентгеновская пленка типа РТ-1.

При расчете нужно учесть следующее: на пленку будет воздействовать примерно 50% потока β -частиц, т. е. 0,05 мкюри ^{32}P ; 1 см² образца содержит $0,05 \text{ мкюри} / 2,5 = 0,02$ мкюри; толщина образца 0,4 мм практически не требует введения поправок на самопоглощение излучения изотопа фосфора ^{32}P ($E_{\beta, \text{макс}} = 1,7$ МэВ). Так как для создания видимой оптической плотности требуется попадание на 1 см² поверхности рентгеновской пленки примерно 10^7 β -частиц, то время контакта составит для данного образца:

$$\frac{10^7}{0,02 \cdot 3,7 \cdot 10^4 \cdot 60} \approx 225 \text{ мин}$$

Проявление автордиограмм. Проявление экспонированного фотоматериала осуществляют по стандартным методикам, специально разработанным для каждого типа эмульсии.

Процесс проявления в автордиографии должен удовлетворять следующим требованиям (три последних относятся к высокоразрешающей автордиографии):

- максимальная плотность кристаллов, засвеченных изотопом при минимальной плотности фона и вуали;
- высокая предельная чувствительность – возможность проявления кристаллов, засвеченных частицами с малой ионизирующей способностью;
- слабая зависимость результатов проявления от незначительных отклонений условий проявления;
- минимальное взаимодействие проявителя с материалом образца;
- равномерность проявления в различных точках эмульсионного слоя (важно для толстых слоёв);
- минимальное увеличение размера проявленного кристалла по сравнению с исходным;
- стойкость проявленного кристалла под электронным пуском;
- характерная морфология проявленных кристаллов, позволяющая распознавать их на фоне материала образца или угольной реплики в оптическом и электронном микроскопах.

Проявление сводится к восстановлению иона серебра до металлического серебра слабым (обычно органическим) восстановителем. Скрытое изображение является катализатором реакции, ускоряя её тем больше, чем больше оно содержит металлического серебра. Поэтому в первую очередь восстановление происходит на кристаллах, засвеченных слабо ионизирующими частицами и содержащих субцентры скрытого изображения (фон и вуаль), и, наконец, на остальных кристаллах.

В зависимости от принадлежности восстанавливаемых ионов серебра эмульсионному кристаллу или проявителю различают химический и физический механизмы проявления.

При химическом проявлении введение электронов проявляющего вещества в зону проводимости AgBr приводит к пресыщению объёма кристалла по серебру. Пресыщение очень значительно и восстановление происходит с высокой скоростью. Проявляющее вещество определяет кинетику проявления. Так, глициновые проявители работают медленно, амидоловые быстро, гидрохиноновые сначала медленно, потом быстро, ментоловые – сначала быстро, потом медленно. Часто применяют составы с двумя проявляющими веществами, обладающие супераддитивным действием – большой чувствительностью и скоростью, чем каждое из веществ. Известен способ проявления, основанный на восстановлении неорганическим веществом при непрерывном потенциометрическом контроле, позволяющем осуществлять дискриминацию – проявлять лишь следы частиц с ионизирующей способностью не ниже заданной.

При физическом проявлении раствор, содержащий ионы серебра, распадается с образованием коллоидного серебра на субцентрах скрытого изображения. Восстановление при небольших пресыщениях. Обычно физические проявители – разбавленные растворы азотнокислого серебра. Проявляющего органического вещества и буфера (органические кислоты). Физическое проявление является сверхпропорциональным усилением, приводящим к значительному увеличению массы серебра на крупных центрах и не затрагивающим мелкие центры. Электронные потенциалы золота и платины более электроположительны, чем серебра, поэтому замена ионами Au и Pt ионов серебра в составе физических проявителей повышает активность, чувствительность и пороговую чувствительность последних.

Анализ автордиограмм. Автордиограмму, полученную после фотографического проявления, исследуют сначала визуально, затем – с помощью быстродействующих компьютеров.

При визуальном исследовании отмечают общий характер распределения радиоактивных атомов в образце, участки минимальной и максимальной плотности, соответствующие наименьшей и наибольшей концентрации радиоактивных атомов. Более детальную картину распределения и количественные данные получают при измерении величины оптической плотности различных участков автордиограммы.

Измерение оптической плотности автордиограммы проводят либо сравнением с оптической плотностью автордиограммы-эталоны, либо на соответствующем приборе - денситометре, микрофотометре и т. п. В последние годы автордиограмму подвергают сканированию, данные вводят в компьютер, где и хранят в виде двумерного массива.

В зависимости от поставленной перед опытом задачи по измеренной величине оптической плотности делают заключение либо об общей концентрации радиоактивного изотопа, либо о количественном распределении его в объёме образца.

Применение компьютеров значительно облегчило количественный анализ автордиограмм и позволило его автоматизировать.