

Herstellung und Eigenschaften einer photographischen Emulsion zum Nachweis geladener Teilchen

Autor(en): **Hälg, W. / Jenny, L.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **21 (1948)**

Heft II

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-111901>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Herstellung und Eigenschaften einer photographischen Emulsion zum Nachweis geladener Teilchen.

von W. Hälg und L. Jenny, Basel.

(10. II. 1948.)

Zusammenfassung. Es wird die Herstellung einer photographischen Emulsion zum Nachweis schwerer geladener Teilchen beschrieben. Unter Verwendung von α -Strahlern bekannter Energie gewinnt man die Energie-Reichweite-Beziehung für α -Teilchen, woraus sich die entsprechende Beziehung für Protonen errechnen lässt.

1. Herstellung der Emulsion.

Die Unmöglichkeit der Beschaffung von Ilford-Platten für kernphysikalische Untersuchungen im Winter 1946 veranlasste uns, die labormässige Herstellung solcher Spezialplatten zu versuchen. Ausgangspunkt für unsere Experimente war das von DEMERS¹⁾ veröffentlichte Rezept.*) Doch führte keiner der zahlreichen nach dieser Vorschrift ausgeführten Versuche zu brauchbaren Emulsionen. Erst der Ausbau und die Modifikation der DEMERS'schen Emulsionsformel ermöglichte uns die Herstellung von bromsilberreichen Schichten, die in ihrer Art ungefähr dem Ilford-Typ „C 2“ entsprechen.

Zu ihrer Darstellung bereitet man zunächst folgende drei Lösungen:

Lösung A:	Destilliertes Wasser	70 cm ³
	Gelatine (Winterthur 3202)	6,5 g
Lösung B:	Destilliertes Wasser	23 cm ³
	KBr	14 g
	10%ige Lösung v. CdBr ₂ + 4 H ₂ O	5 cm ³
	10%ige Lösung v. KJ	2 cm ³
Lösung C:	Destilliertes Wasser	30 cm ³
	AgNO ₃ pro analysi	18 g

Die Emulsionierung erfolgt in einem Becherglas von rund 250 cm³. Man lässt die Gelatine darin eine Stunde bei Raumtemperatur

*) Durch eine Notiz in Science et Industries Photographiques [2], 19, 21 (1948) erhielten wir nach Abschluss der vorliegenden Arbeit Kenntnis von einer ausführlichen Publikation von DEMERS (Canad. Jl. Research [A] 25 223, (1947)).

quellen und erwärmt dann im Thermostat auf 50° C unter langsamem Rühren bis zur vollständigen Lösung. Aus zwei Büretten gibt man bei hellrotem Licht die Lösungen B und C (beide von Raumtemperatur) tropfenweise zu, und zwar C in ca. 27, B in ca. 28 Minuten. Rasches Einlaufenlassen der beiden Lösungen ist unbedingt zu vermeiden, da sonst das gebildete Bromsilber ausflockt. Während des Mischens muss ständig gerührt werden. Die Tourenzahl des Rührers darf nicht zu hoch sein, um Schäumen der Emulsion zu verhüten. Nach beendeter Mischung reift man die Emulsion während 45 Minuten bei 50° C, wiederum unter leichtem Rühren, und giesst sie hernach in eisgekühlte Porzellanschalen. Nach erfolgtem Gelieren (Dauer ca. 15 Minuten) stellt man die Schalen in lichtsicherer Verpackung für 6 Stunden in den Eisschrank. Nach dieser Zeit bildet die Emulsion trotz des relativ geringen Gelatinegehalts eine feste Gallerte, die man stückweise mit einem breiten Hornspatel austicht. Die Stücke bringt man in ein weitmaschiges Filetnetz, hängt dieses in einen Wässerungskasten und wäscht die Emulsion im laufenden Wasser während 16 Stunden. Diese lange Waschdauer ist nötig, damit die bei der Umsetzung entstandene Menge KNO_3 entfernt wird. Bei ungenügendem Auswaschen kristallisieren die Platten beim Trocknen teilweise aus.

Nach beendigtem Waschen nimmt man das Netz heraus und lässt die Emulsion eine halbe Stunde abtropfen. Dann bringt man sie wieder in ein Becherglas, hängt dieses in den 35° C warmen Thermostaten und schmilzt dadurch die Emulsion. Bei richtigem Vorgehen soll sie nun ein Volumen von 150 cm^3 haben.

Zum Vergiessen müssen verschiedene Zusätze beigegeben werden, so Chromalaun als Härtungsmittel, KBr als Stabilisator gegen Lagerschleier, Alkohol zur Erniedrigung des Erstarrungspunktes der Gelatine, Netzmittel*), um das Giessen zu erleichtern und schliesslich Glyzerin, um das Abblättern der dicken Emulsionsschicht beim Trocknen zu verhüten. Mit Ausnahme des Netzmittels lassen sich diese Zusätze in einer Lösung vereinen:

Destilliertes Wasser	78 cm^3
Chromalaun	2 g
Alkohol 96%	60 cm^3
KBr-Lösung, 10%ig	0,75 cm^3
Glyzerin reinst	42 cm^3 .

9 cm^3 dieser Lösung gibt man unter gutem Rühren zu 150 cm^3 Emulsion; ausserdem kommen 5 cm^3 Netzmittel 0,2 % dazu. Um

*) z. B. Lyssin der Firma J. R. Geigy A.G.

die Allgemeinempfindlichkeit der Platten zu erhöhen, was sich durch deutlicher sichtbare Teilchenspuren äussert, erwies sich ferner ein Zusatz von 1 cm³ Acridinorange (2⁰/₁₀₀ige wässrige Lösung) als vorteilhaft. Dieser Farbstoff sensibilisiert die Schichten nur bis ungefähr 5500 AE, so dass sie gefahrlos bei hellrotem Licht verarbeitet werden können (Gegensatz zu den stärker rotempfindlichen Ilford-Platten, die bei rotem Licht leicht schleiern).

Auf 35° C erwärmt, ist die Emulsion zum Vergiessen bereit. Dieses erfolgt auf vorpräparierte Glasplatten, welche mit einer dünnen Schicht gehärteter Gelatine überzogen sind. Man bereitet sich dazu eine Lösung von 2 g Gelatine in 150 cm³ dest. Wasser (35° C), setzt 5 cm³ Netzmittel 0,2% und 2,5 cm³ Chromalaun 2% zu und filtriert dann durch Papier. Auf eine saubere Platte 9 × 12 gibt man 5 cm³ dieser Lösung, verteilt sie gleichmässig und lässt den Überschuss abtropfen. Dann wird die Platte an staubfreiem Ort zum Trocknen gestellt.

Der Emulsionsauftrag auf diese untergossenen Platten erfolgt auf einer ausnivellierten Spiegelglasscheibe, die von unten mit Eiswasser gekühlt wird. Zur Bereitung von 50 μ dicken Schichten sind 15 cm³, zu 100 μ dicken 30 cm³ Emulsion auf 9 × 12 cm grosse Platten zu bringen. Man saugt 15 cm³ Emulsion in eine Messpipette und lässt sie vorsichtig durch ein kleines Sieb aus Glasbattist auf die Mitte der präparierten Platte laufen. Dann verteilt man die Emulsion sorgfältig mit einem gebogenen Glasstäbchen auf alle Seiten. Für dickere Platten giesst man sofort das gleiche Quantum Emulsion nach. Nach rund 10 Minuten sind die 50 μ und nach 30 Minuten die 100 μ dicken Platten geliert. Sie werden nun in einem Schrank, durch den gefilterte Luft von maximal 34° C streicht, getrocknet.

Die Haltbarkeit der Platten und ihre Schleierfreiheit sind bei richtiger Herstellung gewährleistet. Schichten, die wir vor einem Jahr herstellten, zeigen noch keine merkbare Verschleierung.

Die angegebene Gelatine Winterthur Nr. 3202 kann auch durch andere Emulsionsgelatinen ersetzt werden, doch zeigen sich Variationen in Korngrösse und Empfindlichkeit je nach dem Typ der Gelatine; dagegen verändert sich das Bremsvermögen der Schichten nicht.

Zur photochemischen Behandlung eignen sich die von Ilford angegebenen Vorschriften. Man entwickelt — unter Beachtung genügender Bewegung — mit dem Entwickler ID 19 und fixiert nach einem Zwischenbad in Essigsäure mit neutralem Fixierbad.

2. Eigenschaften der Emulsion.

Am latenten Bild der Bahnpuren ionisierender Teilchen ist nur eine usserst geringe Menge der in der Platte vorhandenen Silberhalogenide beteiligt. Alles ubrige Ag-Halogenid muss beim Fixieren entfernt werden, wobei zufolge des grossen Silberhalogenid-Gelatine-Verhaltnisses die Schichten zusammenschrumpfen. Der Wert der latenten Bahnkomponente senkrecht zur Plattenoberflache ist deshalb um einen bestimmten Faktor grosser als der im Mikroskop ermittelte. Dieser Schrumpfungsfaktor lasst sich durch Dickenmessung an einer Schicht vor und nach dem Fixieren ermitteln; er betragt fur die beschriebene Emulsion 2,2.

Die Abhangigkeit der Reichweite in der Emulsion von der kinetischen Energie wurde fur α -Teilchen im Energieintervall zwischen

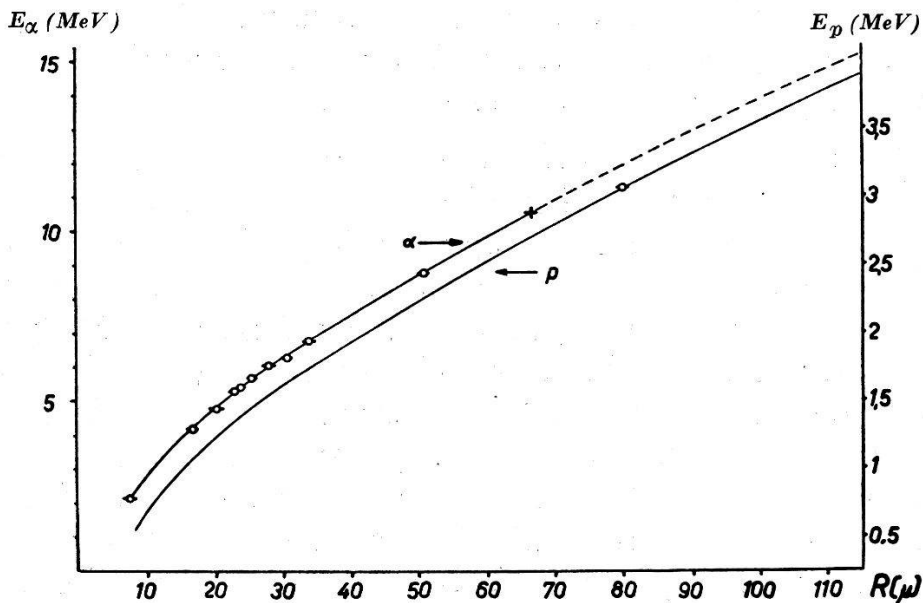


Fig. 1.

Zusammenhang zwischen der Reichweite R und der kinetischen Energie E fur α -Teilchen und Protonen.

2 und 9 MeV bestimmt. Zur Eichung verwendeten wir die naturlichen α -Strahler der Thorium-Reihe sowie Uran, Polonium und Samarium. Die Energiewerte sind der Zusammenstellung von HOLLOWAY und LIVINGSTON²⁾ (Thorium-Familie und Polonium) sowie den Messungen von ALDER, HUBER und METZGER³⁾ (U I, U II) entnommen. Fur Samarium ergibt sich aus der Reichweite-Bestimmung der α -Teilchen in Normalluft durch HOSEMANN⁴⁾ und der Energie-Reichweite-Beziehung nach LIVINGSTON und BETHE⁵⁾ eine Energie von 2,14 MeV.

Die Spuren der Th-Familie sowie diejenigen der Uran-Isotope erhalt man durch Einlegen der Platten in 0,01 n-Thoriumnitrat-

lösung bzw. 3% Uranylacetatlösung; Impfen der Emulsion mit einer äusserst schwach aktiven Nadelspitze liefert die Po- α -Teilchen. Da Samarium nur in geringen Mengen zur Verfügung stand, brachten wir einige Kristallsplitter des Nitrates auf die Emulsion und befeuchteten sie mit Wasser. Die Gerbung der Gelatine durch das Sm-Nitrat verlangt vor dem Entwickeln eine Enthärtung, was mit 10%iger Pottaschelösung geschehen kann. Werden die Spuren durch Einlegen der Platten in wässrige Lösungen erzeugt, so sind diese gleichmässig in der Emulsion verteilt, da die radioaktiven Kerne in die gequollene Gelatine hineindiffundieren. Durch rasches Trocknen erreicht man, dass der grösste Teil aller α -Teilchen in einer trockenen Platte gebremst wird. Die gequollene Schicht hat nämlich gegenüber der trockenen ein verkleinertes Bremsvermögen, wodurch eine einseitige Verbreiterung der Reichweite-Häufigkeitsstatistik eintreten würde.

Aus den gemessenen Spurenlängen gewinnt man die in der Figur angegebene Energie-Reichweite-Beziehung für die beschriebene Emulsion. Der Wert bei 10,5 MeV entspricht einem gemessenen langreichweitigen α -Teilchen des ThC'-Zerfalls. Dieses Teilchen konnte eindeutig festgestellt werden. Mit Hilfe der von LIVINGSTON und BETHE⁵⁾ angegebenen Umrechnungsformel lässt sich die Reichweite der Protonen aus derjenigen der α -Teilchen berechnen, wenn die Grösse c in jener Formel bekannt ist.

$$R_p(E/3,971) = 1,007 R_\alpha(E) - c.$$

LATTES, FOWLER und CUER⁶⁾ haben Reichweite-Energiekurven für Protonen und Alphateilchen der Ilford-Nuclear-Research-Emulsionen angegeben, woraus für einige Energiewerte c bestimmt wurde. In erster Näherung ergibt sich für c ein linearer Zusammenhang mit der Alphaenergie E :

$$c(\mu) = 0,25 \mu \frac{E(\text{MeV})}{1 \text{ MeV}} - 0,4 \mu \text{ für: } 2 \text{ MeV} < E < 15 \text{ MeV}.$$

Mit diesem Ansatz für c ist die ebenfalls in der Figur aufgenommene Reichweitekurve für Protonen berechnet. Die Umrechnung lässt sich bis zu etwa 3,8 MeV Protonenenergie durchführen; für grössere Energien benötigt man α -Werte, welche nur sehr ungenau aus der bestimmten Reichweite-Energiekurve extrapoliert werden können. Zur Kontrolle konnte durch Auswertung der Rückstossprotonen von d-d-Neutronen (190 keV mittlere Deuteronenenergie) unter Verwendung der von BONNER⁷⁾ angegebenen Energietönung ein Eichpunkt bei 3,07 MeV ermittelt werden. Für diesen Energiewert stimmen Rechnung und Experiment gut überein. Die Reichweite der Spuren

in der beschriebenen Emulsion ist um etwa 6% grösser als diejenige von Teilchen gleicher Energie in den Ilford-Research-Platten.

Untersuchungen über das latente Bild und dessen zeitliches Abklingen in Abhängigkeit von der Teilchenart sind in Vorbereitung.

Wir danken Herrn Prof. Dr. P. HUBER für sein reges Interesse an diesen Arbeiten sowie der Bundeskommission zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung für finanzielle Unterstützung.

Ebenso sind wir Herrn Prof. Dr. F. BÜRKI, der uns ermöglichte, in seinen Laboratorien die Emulsionen herzustellen, zu Dank verpflichtet.

Der eine von uns (W. H.) dankt der A.G. Brown, Boveri & Co., Baden, für die Möglichkeit, diese Untersuchungen im Physikalischen Institut der Universität Basel durchzuführen.

Literatur.

- 1) P. DEMERS, Phys. Rev. **70**, 86 (1946).
 - 2) M. G. HOLLOWAY and M. S. LIVINGSTON, Phys. Rev. **54**, 18 (1938).
 - 3) F. ALDER, P. HUBER und F. METZGER, Helv. Phys. Acta **20**, 234 (1947).
 - 4) R. HOSEMANN, Zs. f. Phys. **99**, 405 (1936).
 - 5) M. S. LIVINGSTON and H. A. BETHE, Rev. Mod. Phys. **9**, 245 (1937).
 - 6) C. M. G. LATTES, P. H. FOWLER and P. CUER, Nature **159**, 301 (1947).
 - 7) T. W. BONNER, Phys. Rev. **59**, 237 (1941).
-