

真空蒸发法制备放射源*

苏宏渊 孙用均 倪惠苓

提 要

在 β 谱学的研究中,经常需要薄而均匀的放射源。为此目的,我们设计了一套真空蒸发制源装置,并用它制出了 In^{114} , Au^{198} 和 Sm^{153} 的放射源。为了说明问题,我们分别用液滴蒸发和真空蒸发法制备了 In^{114} 的放射源,用双磁镜和双聚焦 β 谱仪测量了它们的内转换能谱,并对它们的结果进行了比较。可以看到,真空蒸发法制备源的优点是明显的。此外,也给出了双聚焦 β 谱仪测量的 Sm^{153} 69.67 千电子伏 γ 射线的 K , L_I , L_{II} 和 L_{III} 转换电子线以及 Au^{198} 411.84 千电子伏 γ 射线的 K 转换电子线。

一、引 言

在 β 能谱或内转换电子能谱的研究工作中,所用的放射源必须满足薄和均匀的条件。尤其在研究 β 能谱的形状或用高分辨率谱仪研究低能内转换能谱时,上述条件,更显得重要。否则,可能引起能谱形状的歪曲和限制了谱仪的高分辨率的获得,从而使谱仪的性能不能得到充分发挥。

制备薄而均匀的放射源有很多方法^[1,2],但最常用的要算是真空蒸发和电镀的方法。对大多数的元素或化合物,只要它们的沸点不是很高,原则上都可以用真空蒸发法来制备。这种方法的优点是条件简单而且易于操作。所以,在核谱研究室中采用这种方法制备放射源是方便和有效的。当然,为了满足核谱研究工作的多方面需要,再掌握电镀及其他制备薄而均匀放射源的制备技术也是有益的。

二、真空蒸发的装置

真空蒸发的装置主要是由一套真空系统和加热蒸发物质的坩埚组成的。在设计真空蒸发装置时,我们必须充分地估计到所要蒸发的是具有辐射危害的放射性物质。因此,事先应该考虑到下面几个问题。

(1) 真空系统中,如果没有什么特殊装置时,汽化后的放射性物质能很快地扩散到系统的外部,而污染周围的环境。因此,设计一套有效的屏蔽装置是必要的。有时在系统中设有冷阱以防止放射性气体的逸出。然而在实际工作中,我们发现并非经常需要用到冷阱。所以,最好把冷阱设计成装卸比较方便的形式。

(2) 必须考虑到有些放射性物质不容易得到或得到的量很少的情况。这时,希望能获得较高的蒸发和收集效率。所以,蒸发坩埚最好具有准直作用,以减少蒸发气体的出射立体角。同时也减小了放射性对容器壁污染的面积。

* 1964 年 4 月 8 日收到。

根据以上几点,我們设计的真空蒸发装置如图 1 所示。a 为真空室的厚壁玻璃钟罩; b 为玻璃屏蔽罩,能防止或阻碍在蒸发时产生的放射性气体迅速地向系统外面扩散; c 是一对与底盘绝缘的黄铜螺杆,为蒸发坩埚的支架和加热坩埚的电极; d 为由 0.1 毫米厚的钽片制成的蒸发坩埚; e 为屏蔽罩,用来控制放射源的形状和大小,并可以减小蒸发过程中对系统污染的面积; f 为放射性镀层的接受片,也就是放射源的衬托物; g 为橡皮“O”圈。

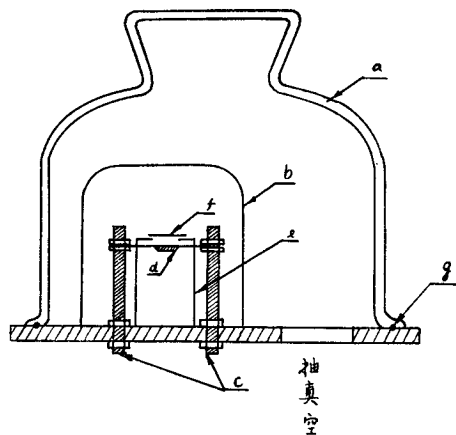


图1 真空蒸发装置示意图

在扩散泵和真空室之间,设有液态氮冷阱,以防止放射性气体的逸出。但在我們已经进行过的几个实验中并没有用到它。

蒸发坩埚 它是蒸发装置中的一个主要组成部分,通常采用钼、钨或钽为制造蒸发坩埚的材料。它的形状基本上分为具有或不具有准直作用的两种类型。它们各有优缺点。我們现在所用的坩埚,是在考虑到容易放入放射性物质的条件下,具有较好的准直作用。它基本上与 Stockendal 和 Bergkvist 所介绍的相类似^[3]。这种坩埚是用 0.1 毫米厚的钽片制成的,其形状如图 2 所示。它的主要优点是制造简单和使用方便,适用于制备双聚焦和 $180^\circ\beta$ 谱仪的放射源。同时它的坩埚身能得到最高的温度。

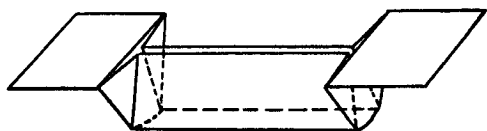


图2 包制蒸发坩埚

源的衬托 在利用这种方法制备 β 谱仪放射源时,除了满足一般要求外,还必须着重地考虑到它的耐热性能。因此,在制备双聚焦和 $180^\circ\beta$ 谱仪放射源时,分别采用了厚度为 350 微克/厘米² 左右的铝箔和经过压扁机压扁的紫铜丝(宽为 100—500 微米)作源的衬托。

三、实验和能谱测量

1. 金和钋的真空蒸发

金属的金和钋经过中子活化后,可直接用小镊子将它们放入事先安装好的坩埚中,架好接受片,开始抽气,待真空度达到 10^{-4} 毫米汞高后进行蒸发。蒸发金时,加热坩埚的电流是 40 到 45 安培,保持坩埚熾热的时间约为 3—4 秒。蒸发钋的加热电流是 35 到 40 安培,保持熾热的时间约为 3—4 秒。

2. Sm^{153} 的真空蒸发

Sm^{153} 是由 Sm_2O_3 在反应堆中照射产生的。为了降低蒸发温度,我們把它的氧化物转化成氯化物后再进行蒸发。其方法如下:

在微型烧杯中,把活化后的 Sm_2O_3 粉末(1—2 毫克)用 3N HCl 溶解,在空气浴上逐渐蒸发到干。加数滴蒸馏水溶解之,再蒸发到干,再加 1—2 滴蒸馏水使它溶解。然后,用移液管(小号注射器)将它转移到坩埚中。为了使液体蒸干,先用小电流(约 10 安培)加热

坩埚。待液体蒸干后,抽真空进行蒸发。加热电流为 50 安培,加热时间约为 5 秒钟。

3. 能谱的测量结果

由于我们掌握了真空蒸发制源技术,为永磁式 $180^\circ \beta$ 谱仪的调整工作创造了有利的条件,并推动了这一工作的进展。为了观察用这种方法制得的源的谱线形状和分辨率,我们用双聚焦 β 谱仪测量了它们的转换电子能谱。图 3 和图 4 分别是 Au^{198} 411.8 千电子伏 γ 射线的 K 转换电子谱线和 Sm^{153} 69.67 千电子伏 X 射线的 K, L_I, L_{II} 和 L_{III} 的转换电子谱线。由图 3 中可以看出,谱线形状是对称的,且有较好的分辨率 (0.25%)。由图 4 中可以看出, L 支壳层的转换线都被清楚地分开了 (两个源的面积均为 2.5×20 毫米²)。对这样低的能量范围,如果采用液滴蒸发制备的源,要获得象图 4 这样的结果几乎是不可能的。

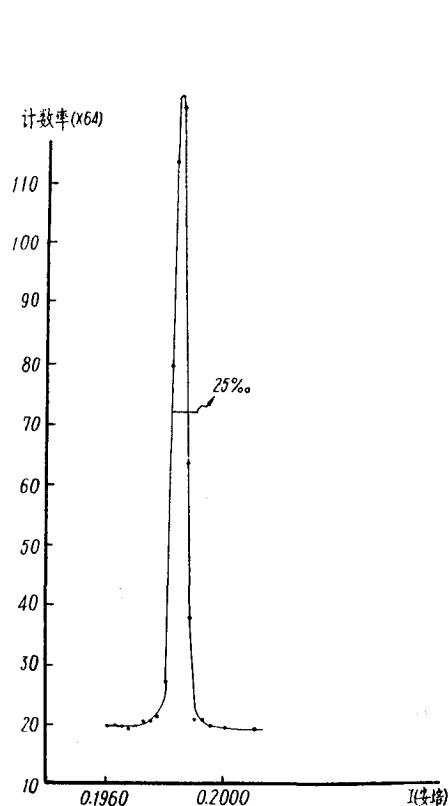


图 3 Au^{198} 411.8 K 内转换线,真空蒸发源面积为 20×2.5 毫米²

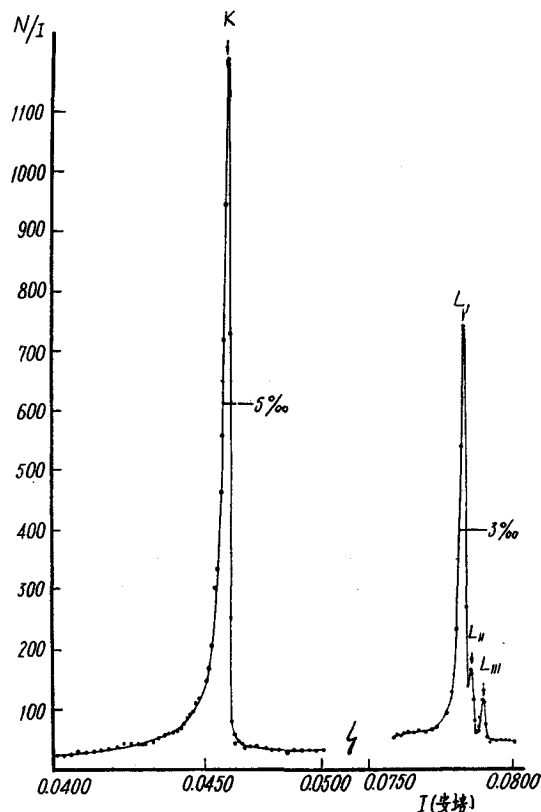


图 4 Sm^{153} 69.67 千电子伏 K, L 内转换线,真空蒸发源面积为 20×2.5 毫米²

为了对真空蒸发和液滴蒸发制出的源进行比较,我们分别用这两种方法制备了 In^{114} 源,并在双磁镜和双聚焦 β 谱仪上进行转换电子线的测量。在图 5 中,给出了双聚焦 β 谱仪测得 In^{114} K 线的结果 (电子的能量为 164 千电子伏)。图 6¹⁾ 是双磁镜 β 谱仪测得的结果。图中的 b 和 c 谱线都是由真空蒸发法制备的源,但它们的厚度不同 (源的直径为 2.5 毫米)。

1) 李路翔同志参加了这部分工作,所用的坩埚是无准直作用的船形钽制坩埚。

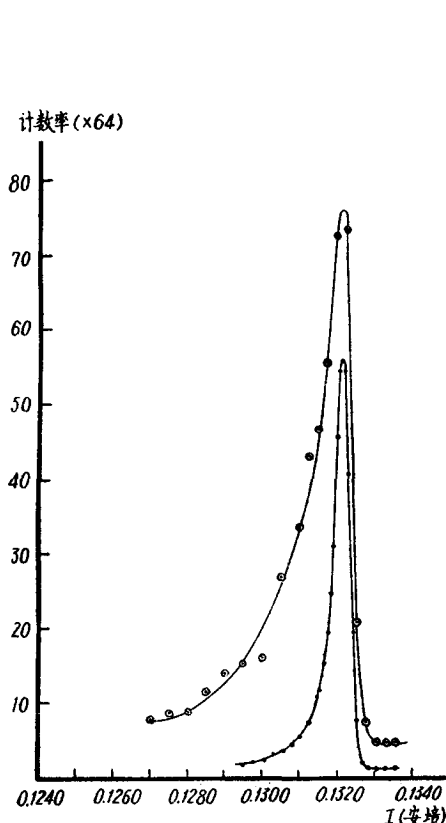


图5 In^{114} 192 千电子伏 γ 射线的 K 内转换线
—○— 为液滴蒸发法制的源, 面积为 3×20 毫米², 分辨率为 0.83%; —●— 为真空蒸发法制的源, 面积为 3.5×20 毫米², 分辨率为 0.34%

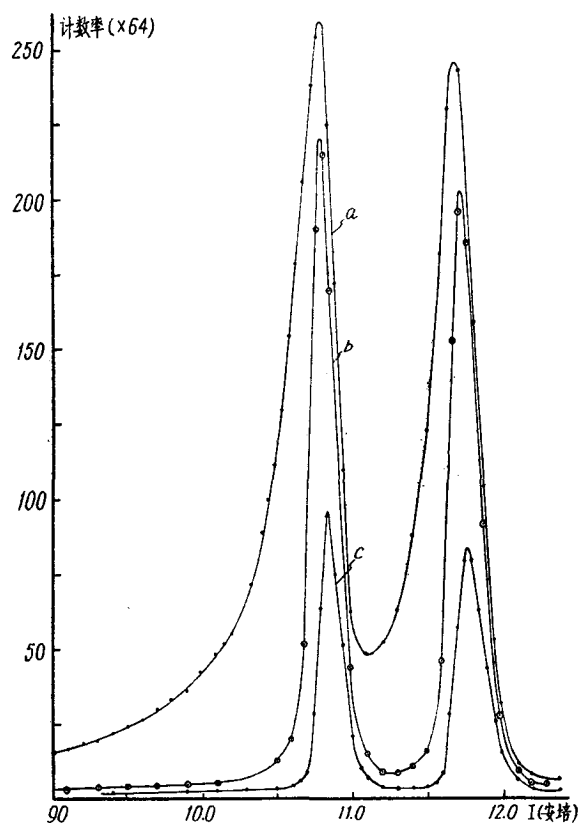


图6 用两种不同方法制得的 In^{114} 源, 在双磁镜 β 谱仪上测量的 K 内转换电子线所得的结果
a 为液滴蒸发源 $\phi 3.0$ 毫米, 分辨率为 3.7%; b 和 c 是真空蒸发源, $\phi 2.5$ 毫米, 分辨率分别为 1.73% 和 1.45%

从上述结果中可以清楚地看出, 用真空蒸发制出的源, 在能谱形状和谱线分辨率上, 都比液滴蒸发法制出的源优越得多。因此, 在许多场合下 (尤其在低能区) 影响能谱形状和谱线分辨率的往往不是谱仪本身, 而是制备放射源的技术。不良的制源技术, 不仅不能使谱仪分辨率的性能得到充分的发挥, 有时也为能谱分析带来一些困难。这个矛盾, 对高精密度的谱仪来说, 显得更为突出。此外, 真空蒸发制得的放射源还具有厚度均匀、颗粒细密和源与衬托物结合也较液滴蒸发法为牢固的优点。

真空蒸发制备放射源, 虽然是简单、方便和有效的方法, 但它存在比较重大的缺点。首先, 由于许多物质的蒸发温度很高, 使收集效率比较低, 为了得到足够强的源, 往往需要较多的放射性物质。因此, 在某些放射性物质获得比较困难的情况下, 利用此法制备放射源是不利的。第二, 有些汽化温度太高的物质或在抽真空时会引起分解的物质都不适于用此法制备放射源。由此观之, 为满足我们日益发展的能谱研究工作的需要, 掌握多种的制源技术是很重要的。

最后, 我们对在磁谱仪上工作同志在测量方面和罗兴华同志在绘图上所给予的协助表示感谢。在本工作进行过程中, 经常得到郑林生先生的支持和鼓励, 特表示深切的感谢。

参 考 文 献

- [1] Parker, W., Croëss, M. de, Sevier, K., Jr., *Nuclear Instrum. and Methods*, **1** (1960), 22.
- [2] Yaffe, L., *Annual Rev. of Nuclear Sci.*, **12** (1962), 153.
- [3] Stockendal, R. and Bergkvist, K. E., *Nuclear Instrum. and Methods*, **1** (1957), 53.

THE PREPARATION OF SOURCES BY VACUUM EVAPORATION

SU HONG-YUAN SUN YUNG-CHUN NEE WEI-LING

ABSTRACT

Thin and uniform sources are always needed in β -spectroscopy. For this purpose, an apparatus of vacuum evaporation was designed, by mean of which sources such as In^{114} , Au^{198} and Sm^{153} have been prepared. The sources of In^{114} were prepared respectively by the methods of drop evaporation and vacuum evaporation, and both were measured with the double focusing β -spectrometer and double lens β -spectrometer. Their internal conversion spectra were compared. The advantage of the method of vacuum evaporation is obvious. In addition, the Au^{198} K-conversion line of 411.8 KeV γ -ray and Sm^{153} K, L_I , L_{II} , L_{III} conversion lines of 69.67 KeV γ -ray measured with double focusing β -spectrometer are given.