

电阻加热法制备高纯无衬底硼靶

严赐福 吴解征

(中国科学院上海原子核研究所)

自从直线电子枪、环型电子枪,特别是偏转电子枪使用以来,对金属和介质的蒸发,一般都可以使用这类仪器加以解决。电阻加热法,因具有结构简单、操作方便、投资少等优点,至今仍然广泛地应用于低熔点金属或介质的真空蒸发;对于高熔点的金属和介质,国内外大多数有关科技工作者主张不用电阻加热法来制备自支撑硼靶^[1,2]。但是,我们充分利用了硼的蒸发特性,通过实践,使用电阻加热法制成了自支撑硼靶,为自支撑硼靶的制备增添了一种方法。

一、硼的蒸发特性

硼的熔点是 2300°C , 沸点是 2550°C , 在高温下熔化了了的硼, 很容易和高温坩锅材料相作用, 造成严重相湿, 并且迅速蒸发, 以致造成硼在坩锅内加热硼熔化时, 高温坩锅也就立即烧断, 使硼无法蒸发, 这就是大多数人忌用电阻加热方法来蒸发硼的主要原因。

但就硼的真空蒸发特性来看, 它在真空中的熔点要比大气中的熔点为低, 大约 2200°C ^[3], 并且从 1200°C 起, 就已经具有相当大的蒸气压, 在 1600°C 时硼就明显地蒸发。如果要制备有衬底的核反应硼靶, 只要利用硼的这一升华特性, 使用电阻加热, 将硼加热到 1600°C 以上, 很容易进行制备。如果要制备自支撑硼靶, 还要提高温度, 使硼熔化后蒸发才行。为了继续提高温度, 使硼熔化, 可以用钼片做成蒸发小舟, 装硼进行蒸发。实践证明, 钼的熔点为 2622°C , 比硼的熔点高 400 多度, 只要精确地控制加热电流, 是能够使钼舟的温度控制在 $2200\sim 2600^{\circ}\text{C}$ 之间, 使硼熔化蒸发, 而钼不熔化。另外, 在高温下虽然硼也和钼相湿, 互相发生作用, 但是, 这些反应物不易蒸发或很少蒸发。所以利用钼舟作坩锅, 用电阻加热法是能够蒸发硼, 制备出自支撑硼靶的。对使用这种方法制备出来的硼膜进行了光谱分析和核反应检验, 没有发现有钼的明显沾污。

二、蒸发装置

蒸发设备是用上海曙光机械厂生产的 GD-450B 真空镀膜机改装成的。原设备的蒸发电极与收集底板相距是 26cm , 而且蒸发电极的位置在边上, 对高熔点材料的蒸发不适用。我们根据需要将蒸发电极移到真空室中央, 并将它升高, 使得蒸发源与收集极之间的距离缩短为 6cm 。并将电极的排列从一字形改为口字形(图 1), 这样的改动使硼的收集量得到增加。

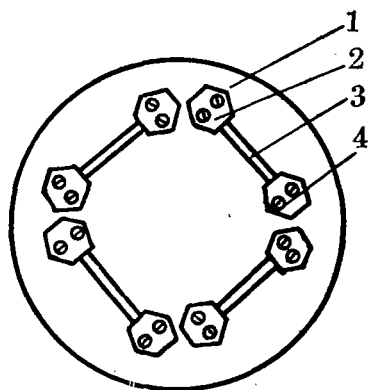


图 1 电极的位置和排列

1—电极固定板 2—电极 3—U形钼坩锅
4—固定螺钉

我们采用照相上光板作为收集底板。这样使收集底板有良好的光洁度、较好的热传导, 能使整个衬底受热均匀, 改善薄膜性能, 提高成品率。实践证明, 采用上光板作收集极, 对减少薄膜的微裂现象, 有相当明显的效果。

蒸发硼的 U 形小舟是用 $0.5\times 70\times 15\text{mm}$ 的钼片做成的(图 2)。而钼的熔点虽然比钨(3377°C)、钽(2850°C)低, 而且在高温下也容易和硼相湿, 但所生成的反应物不象钨钼那样快地蒸发, 而能不断地将硼熔化蒸发。所以只要将蒸发温度掌握得当, 一般一只钼舟可用 $2\sim 3$ 次。

因为蒸发用的硼是粉末状的, 里面含有比较多的气体, 在加热蒸发过程中要膨胀跑掉, 所以特地将钼舟做成二头上翘起的U形凹槽, 对粉末在坩锅中的位置加以限制, 这样使硼粉始终处在U形坩锅中间凹槽内, 接受坩锅上最热点的加热, 使得硼的蒸发进行得比较顺利。



图2 U型钼舟

三、蒸发工艺

先将收集极底板作仔细的清洗烘干, 再用丙酮、酒精擦洗吹干, 然后装入真空室内, 固定在旋转板上。一定要加以认真的清洗, 才取得较好的效果。

在蒸发前, 先在真空室内对衬底进行预热, 一般电压在200V, 温度约300℃, 加热20分钟。然后冷却, 待真空度达 2.5×10^{-5} mmHg左右, 再旋转转盘, 蒸发碘化铯脱膜剂和硼。在蒸发硼时要先除气, 当真空度回升到 1×10^{-5} mmHg时才开始蒸发。所加电流在300A到380A左右, 时间约三分钟。假如硼在这样大的电流下不熔化, 可以适当加大电流; 如硼和钼舟相湿过于厉害, 或者有大块硼喷射出来, 则减少电流, 否则就会烧断蒸发坩锅。

真空室内共有四组电极, 要制备 $100 \sim 200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的自支撑硼靶, 就要蒸发10~12坩锅硼, 要装料三次, 真空室两次暴露在大气中。蒸毕后, 要切断真空室冷却水源, 让真空室自然冷却下来, 在冷却过程中还要加一次热, 加热的情况基本上和衬底预热相似, 300℃温度保持20分钟, 再自然冷却二小时后取出。

对衬底的预热, 以及成膜后的退火工艺很重要, 在相当程度上决定了薄膜的柔性和牢度。这二个步骤做得好, 膜就好脱, 质地柔软。相反, 预热退火工艺掌握不好, 就会捞不起来, 或者破碎。另外, 在预热、蒸发和冷却退火过程中, 必须保持较高的真空度, 因为硼在高温中极易氧化, 在冷却过程中又极易吸气, 否则在制成的硼靶中就会含有较多的氧和氮, 影响质量。P. David^[4]认为在硼靶冷却过程中通以氩气可防止氧化。我们相信这也是一个途径。

四、脱膜

自支撑硼靶, 采用CsI作脱膜剂较好, 它的用量少(只要 $30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 左右)、脱膜顺利, 而且CsI粒子细, 形成平面光滑^[5], 这些对硼膜的成形都有很大的好处。脱膜是在蒸馏水槽内进行的, 倾斜搁放涂有碘化铯和硼膜的衬底, 衬底的四周预先用火柴极轻地括一遍, 便于水中脱膜。然后在槽内慢慢放入蒸馏水, 硼膜就会自动漂起, 再在水中用刀片将硼膜划成靶框一样大小的尺寸, 然后用镊子将靶框钳住慢慢地将膜捞起即行。在捞出水面时, 靶框必须和水平面垂直捞起, 以防破裂, 如果觉得膜太薄, 需要加厚时, 也可以方便地捞起双层膜。具体方法是用刀片在水里将硼膜划成长方形, 宽度和靶框直径相似, 长度是靶框直径的二倍。用镊子夹起靶框潜入水中, 将靶框垂直从硼膜中间捞起, 则硼膜就会紧贴在靶框二面, 这样捞起来的硼膜, 厚度就增加了一倍, 强度也比单层膜强得多。这种双层靶已正式应用于我所核物理实验中, 效果良好。

参考文献

- [1] S. H. Mayman, *Nucl. Instr. Meth.*, 50, 953 (1967).
- [2] 孙树华等, 原子能科学技术, 2, 99(1979).
- [3] M. П. 斯拉文斯基著, 王勤和译, 元素的物理化学性质(上册), P191.
- [4] P. David et al., *Nucl. Phys.*, A182, 234 (1972).
- [5] O. N. Brasri, *Nucl. Instr. Meth.*, 102, 553 (1972).

(1980年1月16日收到)

(下转第92页)

学术动态

全国稳定同位素学术讨论会在大连召开

由中国核学会、国家科委新型化工材料专业组联合召开的全国稳定同位素学术讨论会于1981年10月7日~12日在辽宁省大连市召开。从事稳定同位素研究、生产和应用的领导同志、教授、专家、科技人员和管理干部济济一堂,举行学术交流,在我国还是第一次。这次会议到会代表119名,交流资料80篇。国家科委五局、二机部二局和五局、化工部二局的领导出席了会议,学部委员张青莲教授、学部委员汪德熙教授和施士元教授等老一辈科学家参加了会议并在会上作了学术报告。

会议交流了我国稳定性同位素的应用、分离分析的成果和经验;介绍了有关的国际水平与动向;初步探讨了我国今后如何发展稳定同位素学科的问题。代表们进行了热烈的讨论,大家认为,稳定同位素是近代科学技术的一种新能源、新材料和新手段。建议今后在发展稳定同位素事业中,要有一个总体设想,制定一个切实可行的规划;努力发展稳定同位素及标记化合物品种,提高质量,扩大产量,降低成本,满足应用单位需要;加强应用研究、分析研究和技术服务工作;加强学术交流,开展技术标准的制订工作,做好人员培训、队伍建设工作,使稳定同位素在我国国民经济中发挥更大的作用。

(史美洁)

(上接第42页)

A method for making a self-supporting B target with resistance-heating

Yan Cifu

Wu Jiezheng

(Shanghai Institute of Nuclear Research, Academia Sinica)

Abstract

A method for making a self-supporting boron target of high purity (99.999%) with resistance-heating is described. With this method, we succeeded in making the self supporting boron target of $\phi 12$ mm, and of thickness 50~200 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. It has been satisfactorily applied to backscattering in nuclear physics experiments.

更正

本刊1981年第6期第10页第四行中,吴国基、李时光应改为胡国基、李时庄。