

带有透射窗的背散射式探测器

姜治祥 王誉富 吴风英

(中国科学院长春应用化学研究所)

本文提出了用于 ^{57}Fe 穆斯堡尔谱测量的带有透射窗的高分辨、背散射式探测器的设计,用它可测内转换电子或 6.3keV 的转换X射线。探测器对 6.3keV X射线的能量分辨率是18%,对 14.4keV 的 γ 光子能量分辨率是13%,并且对较低能量粒子呈现出更高的检测效率。

这种在样品盒内设置透射铍窗的探测器结构非常适于组成双通道穆斯堡尔谱仪,有利于同时进行吸收谱与背散射谱的测量。

关键词: 背散射式探测器 穆斯堡尔谱仪

一、引言

在表面科学或体相结构的穆斯堡尔谱学研究中,常常采用背散射式测量装置来获取微观结构信息。自从J. J. Spijkeman^[1]发表了有关背散射共振计数器的结构和应用的报告以来,不同构形和特点的背散射式探测器相继出现^[2-6],并取得了很大进展。本文介绍的背散射式探测器是以 ^{57}Fe 为对象,重点考虑了内转换电子的测量和背散射X射线的测量,使其既能提供深度在 $3000\text{\AA}$ 以内的表面结构信息,又能获取反映体相结构的穆斯堡尔谱形。为了便于同时进行表面和体相结构的对比研究,在探测器的样品盒背后设置了Be窗,为共振吸收以外透过样品的 γ 射线提供通路,以便同时做吸收谱的测量。由于栅丝的设置^[4]及其它结构的合理安排,使探测器具有较高的能量分辨率,较好的探测效率,而且安装容易,使用方便,是一个很适用的表面物理测量工具。所研制的探测器已成功用于表面改性的工具钢和催化剂的表面结构的穆斯堡尔谱研究。

二、结构设计思想

图1是探测器的基本构成,按其组成分别对气体放大部分、样品装入部分和前置放大器的安置等问题加以叙述。

1. 气体放大部分

这是探测光子过程中进行气体放大的关键部位,它基本是一对丝状阳极和两块板式阴极以绝缘骨架隔开的组合器件,可以拆卸、便于组装。绝缘骨架是用有机玻璃做成,耐压高,加工容易。骨架两端加工成台阶状,以利于阳极丝、栅丝和阴极之间的定位,只要加工精度满足要求,其间的位置是准确可靠的。骨架内腔面积是 $70\times 70\text{mm}^2$,有效直径已超过样品直径($d=16\text{mm}$)的3倍以上,足以减少边缘效应和端效应的影响。阴极材料取Al-Mg合金,以增加强度。阴极分为前后两部分,彼此通过四支铜螺杆连成一体,中间用橡皮密封。前面阴极中间位置开有 $\phi 60\text{mm}$ 的入射窗口,内部附以Al箔(厚度应在 0.03mm 以下)作入射窗,以利于杂散射线透过,降低噪声。后面阴极正中间设置样品盒,并使样品的中心和阳极丝的对称中心相对应。二根 $\phi 0.04\text{mm}$ 的阳极丝相距 10mm ,且彼此平行,安置在内腔的中间。这种

双丝结构与多丝相比,不仅装配容易而且有利于形成均一电场,能够兼顾能量分辨率和探测效率两方面的要求。在阳极丝两侧3mm处各放置一组栅丝,方向与阳极丝垂直。栅丝用焊接性能较好的 $\phi 0.1\text{mm}$ 的Ti丝或镀金钼丝做成,丝距1mm。栅丝与阴极的距离是2mm。使用时栅极应加某一固定电位,也可以直接接地。设置栅丝的意义在于减少因样品表面性能的差异促成阳极电场的畸变。这些都有利于提高能量分辨率。

2. 样品盒

为了换样方便,减少探测器内部的污染,专门设计了一个装卸方便的样品盒。换样时只要按住探测器,拧开后压盖,整个样品盒就可取出,进行换样和清洗,显然对探测器的腔体清洁是一种保护。而且不致因换样破坏了探测器的位置和方向,保证测试条件的一致性。样品是被拧进样品盖的样品架压迫而定位的,由于样品架可以前后旋动5mm,所以允许放入样品的最大厚度是5mm。样品架中间开有 $\phi 15\text{mm}$ 的通孔,靠近样品的一端用Be片封接,这就是为14.4keV的 γ 射线提供通路的透射窗。样品盒通过一个台阶结构与阴极之间定位,二者之间的密封是用橡皮圈在后压盖的压力作用下实现的。

3. 前置放大器的安置

把前置放大器和探测器部分装成一体,使二者通过输入电容直接偶合在一起,以便缩短相互连接的信号线长度,减少分布电容,提高信噪比,有利于小信号的输出。

此外,在探测器的下边装有圆形底座,使用时可以随意选择探测器的方向,借以改变 γ 射线的入射角。

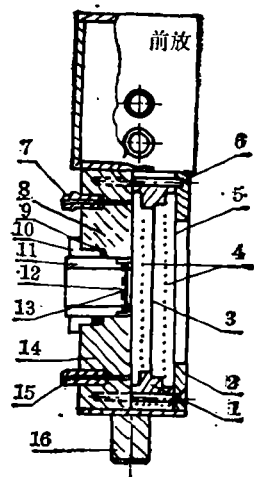


图1 背散射式探测器结构图

1. 有机玻璃骨架 2,14. 阴极 3. 阳极 4. 栅极 5. Al箔窗 6. 螺钉 7. 进气孔 8. 样品盖 9. 密封圈 10. 后压盖 11. 样品架 12. 样品 13. Be窗 15. 出气孔 16. 底座

三、安装要点

1. 阳极丝的质量直接关系到能量分辨率和探测效率的好坏,最好在100倍的放大镜下观察挑选表面光滑、均匀、无明显缺陷的阳极丝。装丝之前应放在丙酮和石油醚的混合溶剂中浸24小时以上,安装中不能直接接触将要使用的关键部位。

2. 装配中应注意两根阳极丝的彼此平行和同样大小的张力,以防因电场斥力的作用使两根丝形变不同。与此同时,在允许的范围内这种张力尽可能大些为好。

3. 阳极丝两端固定件力求短小、光滑,以减小分布电容,避免电场的畸变。

4. 对栅极的要求虽然不象阳极那样严格,亦应注意其平整、均匀和适当的张力。

5. 不可忽视安装前各部件的充分洗涤和安装时环境的清洁。

四、性能测试

1. 能量分辨率的测量

首先在样品盒内不放任何试样,选用的准直孔应小于样品的直径,位置靠近探测器;测试前先通入氩加10%甲烷的混合气,15分钟后即可进行测试,这时气体流速稳定在2ml/min;栅极可以直接接地,同时阳极电压使用1450V;如果栅极接100V的固定电位,则阳极电压需

相应地提高到1550V。用国产512道脉冲幅度分析器直接记录的 ^{57}Co 能谱见图2所示。探测器对6.3keV X射线的能量分辨率是18%，其对14.4keV γ 射线的分辨率是13%，这与不加栅极结构时对二者的能量分辨率最高达24%和19%相比有了明显提高。而且对前者的探测效率比后者大2倍以上，表明它对低能粒子的探测效果更好。

2. 内转换电子能谱的测量

测试前样品盒内装入 α -Fe试样，通入氦加6%甲烷的混合气，气体流速为1ml/min；阳极电压为1400V，栅极电压100V。图3描绘了多道分析器记录的转换电子能谱，这是一个连续谱，显示出电子能量的差别，意味着从金属表面逸出电子的深度的不同，电子能量损失有所不同。当然其中可能包含部分俄歇电子和光电子的能谱。

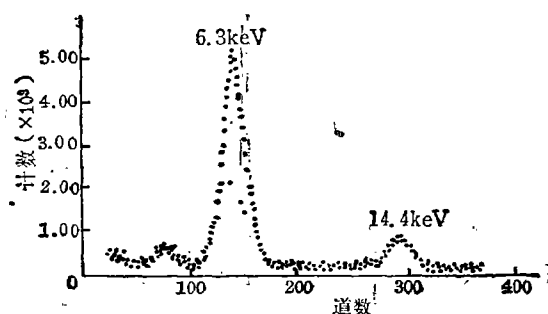


图2 测得 ^{57}Co 的能谱

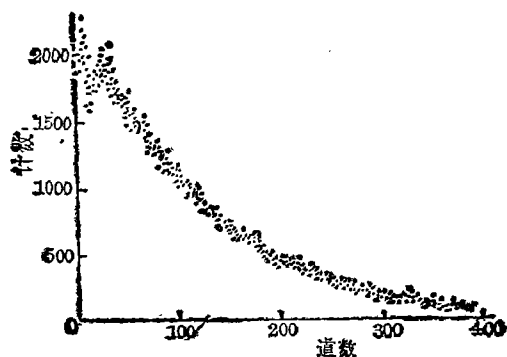
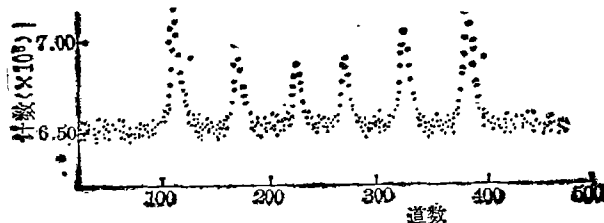


图3 测得 α -Fe试样内转换电子背散射能谱

五、穆斯堡尔谱的测量

1. 背散射X射线穆斯堡尔谱的测量

测得 α -Fe的背散射X射线穆斯堡尔谱见图4所示，选择条件与 ^{57}Co 能谱测试条件基本相同。不同的是：在样品盒内放入 α -Fe试样，同时在准直孔之前放入4mm厚的有机玻璃片作为滤光片，以便去掉90%以上6.3keV的入射X射线，降低测试本底，这时14.4keV的 γ 射线也要损失40%左右，可以适当的将探测器移近放射源，用加大接收立体角来弥补 γ 射线的损失。



测器内气体压力的波动,最好使用自动控制方法。这种慢流速供气法的实施关键在于整个系统的气密性和调节部分的灵敏性。用这种方法在探测器压力指示计液面高度差为15cm,气体流速缩至0.5ml/min仍能使探测器稳定地工作。在2—8keV的能谱范围内,测得 α -Fe试样和高碳工具钢表面注氮前后的转换电子穆斯堡尔谱见图6。

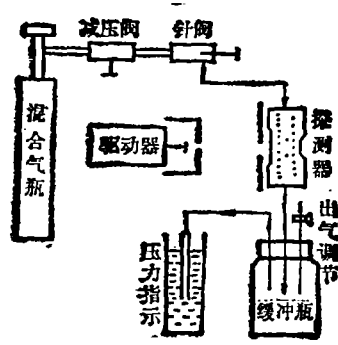


图5 混合气体供给流程图

3. 吸收谱与背散射谱同时测量

图7是一种双通道穆斯堡尔谱仪的布局图,它表明:只要在原来做吸收谱的单通道穆斯堡尔谱仪的探测器之前加入这种带有透射窗的背散射式探测器及其放大系统,就组成了双通道穆斯堡尔谱仪。这是把吸收与背散射法结合起来的一种有效措施,真正做到吸收谱与背散射谱同时测量,这对于表面结

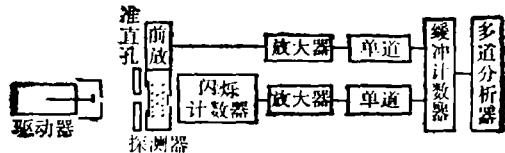


图7 双通道穆斯堡尔谱仪框图

构与体相结构的对比研究是十分有利的。

图8是用该探测系统同时测得的Ac-400一氧化碳中温变换催化剂的吸收谱和内转换电子背散射谱。

六、结 语

文中指出了构成一个性能良好的探测器的设计思想和安装要点,其中栅极的设置对探测器的分辨率和探测效率确有重要意义,然而阳极的选择与安置仍然处于首要地位。

此外,这种带有透射窗结构的探测器,只能对适宜厚度的样品才能进行吸收谱与背散射谱的同时测定与研究。

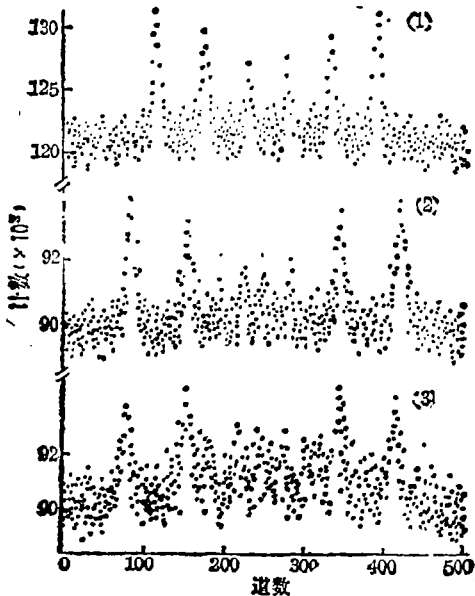


图6 测得内转换电子穆斯堡尔谱
(1) α -Fe (2) 高碳工具钢(未注氮) (3) 高碳工具钢(注氮)

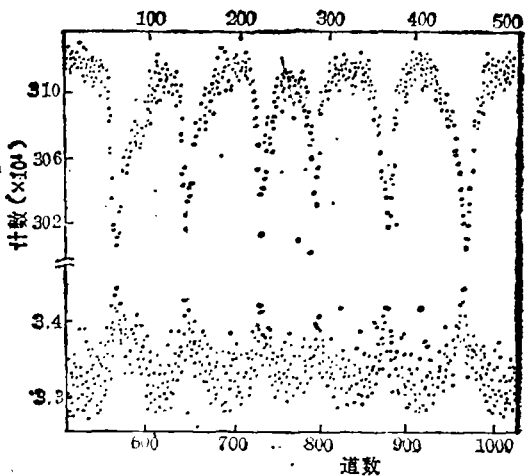


图8 测得Ac-400一氧化碳中温变换催化剂的吸收谱和内转换电子背散射谱

(下转第32页)

—核技术—

过较详细的研究和估算^[6]。如果以束流功率为依据,则高能质子加速器产生的感生放射性的饱和值约为5.5TBq/kW;高能电子加速器为55GBq/kW,而在周围土壤中产生的感生放射性仅为上述值的5%^[7],即2.8GBq/kW。

土壤中的感生放射性核素很可能达到水层的是³H。但它能置换水分子中的氢原子,以水的形式存在,其渗透速率与天然水一样是很低的。FNAL实验室曾在靶下端1.5m处土壤活化最高的地方取样,测量结果表明,在同一样品中³H的浓度与²²Na相比是较低的。

²²Na、⁴⁵Ca等虽然都能溶解于水中,但在进一步渗透过程中,大部分又被土壤所吸附。在动态平衡状态下,²²Na仅有2—3%溶解于水中,在土壤与水中离子的交换分布系数是0.204。因此,²²Na离子在土壤中的迁移速度很低,大约为地下水移动速度的40%。⁴⁵Ca,⁵⁴Mn的迁移率更小,而且在移动一定距离后,已衰变掉很多^[8]。关于土壤中感生放射性核素的迁移、衰减规律,有人做过计算^[9]。通常认为,在屏蔽不足的情况下,为保证安全应将所产生的中子源强限制在10¹²n/s以下。

HESYRL束流功率仅为6kW,且周围土壤的地下水位很低,因此在运行正常的情况下,对地下水源不会产生影响。

在土壤采样工作中,得到安徽省环保监测中心站凌惟明、朱兴胜、刘乐哲、邵广南、王卫宁等同志的帮助,谨在此致谢。

参 考 文 献

- [1] Basic aspects of high energy particle interactions and radiation dosimetry, ICRU Report, 28, 1978.
- [2] H. W. Patterson and R. H. Thomas, Induced radioactivity of accelerators, accelerator health physics Academic press, New York, 1973.
- [3] Ho Tohui, Design and status of hefei light source, presented at the workshop on the construction and commissioning of dedicated synchrotron radiation facilities, BNL, October 15-18, 1985.
- [4] 北京地质研究测试中心实验测试报告第85048号, 1985年。
- [5] K. Goebel, CERN 79-09, 1979.
- [6] R. H. Thomas, Nucl. Instr. Meth., 102, 149 (1972).
- [7] R. H. Thomas, UCRL 20131, 1970.
- [8] T. B. Borak, Heal. Phys., 23, 679 (1972).
- [9] T. A. Gabriel, Nucl. Instr. Meth., 91, 67 (1971).

(1986年6月3日收到)

~~~~~  
(上接第24页)

## 参 考 文 献

- [1] J. J. Spijkerman, Mössbauer effect methodology, 7, 85.(1968).
- [2] J. Fenger, Nucl. Instr. Meth., 106, 203, (1973).
- [3] Y. Isozumi et al., Nucl. Instr. Meth., 120, 23 (1974).
- [4] R. A. Ievy, Nucl. Instr. Meth., 131, 559(1975).
- [5] B. D. Sawicka et al., Phys. Status Solidi (a), 56, 451(1979)
- [6] 薛洪梯等,核技术,1, 14(1978).
- [7] T. Shigematsu et al., Phys. Rev. Lett., 45, 1206 (1980).
- [8] J. parreleda et al., Nucl. Instr. Meth., 179,113 (1981).

(1986年7月4日收到)

## **Multielement characteristics of Chinese human scalp hairs and its forensic applications**

Shen Baoxiong    Chen Baoguan  
(Institute of Atomic Energy of China)  
Shen Xinmao    Yan Yuhua  
(126 Institute, Ministry of Public Security)

Eleven elements, I, Br, Mg, Mn, Cu, Na, V, Cl, Al, Ca and S, have been determined in human hairs by reactor NAA with short irradiations. Multielement characteristics of Chinese human hairs have been studied in cumulative frequency distribution, correlation and in relation to sex and age. The results have been used for forensic studies by introducing double criteria—"difference rate" and "probability of accidental coincidence". Experimental results are summarized in 7 tables, and briefly discussed.

**Keywords:** cumulative frequency distribution    correlation coefficient  
difference rate    accidental coincidence probability  
identity discrimination    confidence level

## **Producing of surface barrier detectors by using plasma oxidizing**

Shen Yong    Jiang Jinjiang    Yan Meiqiong    Wang Tingjian  
(Sichuan University)

A new method of producing surface barrier detector by using plasma oxidizing is reported. The preliminary results show that the producing time is short and the property is stable. The detector resolution ( $\phi$  20mm) for  $^{241}\text{Am}$  ( $\alpha$ ) is 0.7% at room temperature.

**Keywords:** technology of plasma oxidizing    energy resolution  
Au-Si surface barrier detector

## **A backscattering detector with transmission window**

Jiang Zhixiang    Wang Yufu    Wu Fengying  
(Changchun Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica)

A backscattering detector of high resolution was configurated with a transmission Be window to detect conversion electrons or 6.3 keV conversion X-ray of the  $^{57}\text{Fe}$  source used for Mössbauer spectrum measurements. The energy resolution is 18% and 13% for 6.3 keV X-ray and 14.4 keV  $\gamma$ -ray, respectively. Its detection efficiency increases for low en-

ergy radiations. The detector and sample box system is desirable to set up a two-channel Mössbauer spectrometer, so as to obtain both absorption and backscattering spectra simultaneously.

**Keywords:** backscattering detector      Mössbauer spectrometer

## **Radiation sterilization of gelatin with electron beam**

Yu Xingying    Ding Lianzhong    Qi Juyue    Zhu Xiaozhong

*(Institute of Applied Technical Physics of Zhejiang Province)*

Technical Department

*(Minsheng Gelatin Manufacturing Plant, Hanzhou)*

The radiation sterilization of gelatin contaminated with  $4 \times 10^3$  to  $4 \times 10^6$  bacteria per gram was investigated with electron beam from a JJ-2 accelerator. After treatment with the doses of 3—4 kGy, the initial microbial counts in the gelatin could be approximately reduced by two orders of magnitude and the coliform was substantively killed at the same time. The viscosities, transparencies and major gelatin compositions of the irradiated gelatin (with doses of 1.5—10 kGy) and the control sample were determined. The results show that the viscosity of the gelatin solution decreases gradually with the increase of the irradiation doses, the irradiation degradation of the gelatin molecules can not be decreased under the condition of nitrogen atmosphere or lower irradiation temperature, and the amino acid contents of the gelatin irradiated do not undergo any marked changes in comparison with the control sample except for cystine.

**Keywords:** radiation sterilization    gelatin    electron beam

## **A temperature-variable cryostat system for nuclear measurement**

Peng Yuqing    Zhang Yiping    Zheng Wanhui    Chen Dingfang    Yu Fanghua

*(Shanghai Institute of Nuclear Research, Academia Sinica)*

The cryostat system consists of a vacuum system, a temperature control set and a cryostat device. The performance of the system is as follows; Range of temperature adjustable, -187—500°C; Time of temperature equilibrium, 1—5 min, longer for very low temperature; Vacuum, 133.3—13.33 Pa; Resolution (FMHM) increase of the positron lifetime system, ~10ps; Energy resolution of the  $\gamma$ -ray spectrometer, no change. No leakage of the radiation source was found. The cover, cooled by water, keeps nearly room temperature. The system has been used successfully for experiments of positron annihilation and annealing of ion-implanted semiconductor samples.

**Keywords:** nuclear measurement    cryostat system    temperature variable