

核技术测量用的可变温度恒温系统

彭郁卿 张怡萍 郑万辉 陈鼎芳 俞方华

(中国科学院上海原子核研究所)

关键词: 核技术 可变温度 恒温系统

一、系统组成

整个恒温系统由恒温器、真空抽气系统和控制设备三部分组成。恒温器(见图1)是系统的主体,它主要由样品架(7),真空室,冷指内、外套(3、4),液氮瓶(2),插座(6、9),上盖(8),抽气口(10),加热器(5),冷指(1)和杜瓦瓶组成。样品架(图2)采用导热良好的轻金属制成,而且射线出射窗为两对穿孔,有利于减少射线的散射;在靠近出射孔的上、下两端对称位置处开有由两半圆槽构成的深孔,以放置测温元件铂电阻;样品架和冷指(无氧铜棒)之间由圆柱套筒内壁及端面与冷指的外壁及端面密接,进行热传导;用活动压板将样品固定在样品架上。真空室为不锈钢,其上的电接头为单芯和多芯柯伐接头,冷指外套为薄壁不锈钢管,它所包含的空间亦是真空。为了满足正电子寿命测量的要求,着重考虑了真空室顶盖(图3)的结构和形状,它被设计成扁平形,在样品架安装许可的条件下,尽量减小厚度,以缩短两探头之间的距离。由于加热器离顶盖距离不太大,当调节温度时,热辐射比较严重,导致盖壁温度显著上升,这将影响光电倍增管的正常工作,为了克服这一困难,盖的顶部与两侧做成夹层结构,可通冷却水,这样,即使样品架的温度升至 $+500^{\circ}\text{C}$,盖壁的温度只是接近或略高于室温,探头外壳即使与盖壁接近,对工作也无任何影响。真空室的密封采用金属垫圈,以便在高温条件下工作不变形、放气少。加热器为Ni-Cr丝,装在冷指上。大气中的一段冷指插在液氮中。

真空抽气系统由机械泵与吸附泵组成,机械泵作预抽级,用它将系统抽至 $\sim 1.33 \times 10^{-3} \text{ mPa}$ (10^{-2} mmHg)后,可关掉它,再启动吸附泵,以提高和维持真空室内的真空度。为了避免样品受到来自机械泵的油气沾污,在机械泵与真空室之间接入3-U形玻璃管,内

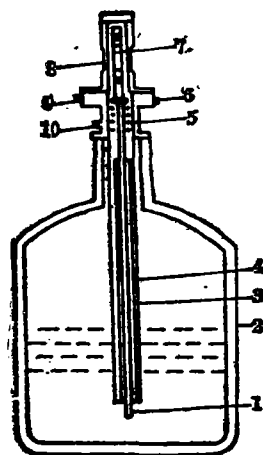


图1 可变温度恒温器结构示意图

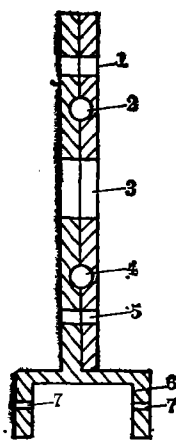


图2 样品架结构示意图
1、5、7. 固定螺孔;
2、4. Pt电阻插孔 3. 射线出射窗 6. 连接座

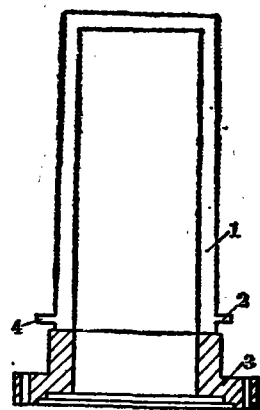


图3 真空室顶盖示意图
1. 冷却水箱
2、4. 进、出水口
3. 法兰

装分子筛,以吸附油气,必要时,可用液氮冷却分子筛,作成简易冷阱,增强对油气的捕集。

控温设备是 DWK-702 精密温度控制装置,它由 DWT-702 精密温度自动控制仪、可控硅、交流接触器、动圈式温度调节仪表和隔离变压器等组成。原设备测量范围为 $0\sim 1300^{\circ}\text{C}$,我们修改了控制线路并用铂电阻构成电桥,其一臂作测温元件,并更换了动圈式温度调节仪表,使测温范围变为 $-200\sim +500^{\circ}\text{C}$,以满足低温区研究工作的需要。为了按实验要求设定所需温度,整个系统调好后,用标准电阻箱对 DWT-702 中的毫伏定值器进行了刻度,结果示于图 4,

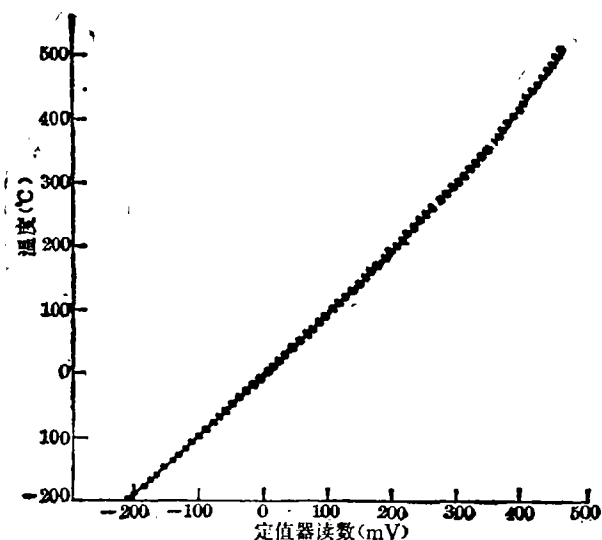


图4 温度刻度曲线

根据此曲线,由设定的毫伏数便可查出设定的温度值,当控制仪上的温度偏差指示平衡于零点附近后,即能获知测量点的温度。

二、系统性能

本装置的主要性能指标如下:

温度范围: $-187\sim +500^{\circ}\text{C}$,实测值。

控温准确度: $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$

温度达到平衡的时间: $1\sim 5\text{min}$ (改变 10°C)。但在接近液氮温度时,所需时间更长一些。

真空度: $\sim 133.3\text{mPa}$ (10^{-3}mmHg)。

抽气系统停抽十六小时后,真空度与最低温度基本保持不变。

本装置已成功地用于正电子寿命谱、湮没辐射多普勒展宽谱的测量和离子注入半导体材料的退火实验等。图 5 是在本系统上测得的 LiNbO_3 单晶的多普勒展宽谱的 H 参数随温度变化的动态曲线。

三、讨 论

1. 热辐射的防御 装置工作时,冷指、样品架等通常都是偏离室温的。由于热源及被加热元件均在真空室内,热传导可忽略,但热辐射总是存在的,且通过器壁与大气环境交换,环境温度是不稳定的,它会频繁地引起测量点温度的漂移。为防御热辐射,我们在冷指上套有内壁镀银的三氧化二铝套管;真空室内壁特别是顶盖内壁有较高的光洁度。这样,能够较好地反射辐射热,提高平衡温度的稳定性。

2. 热传导的增强 要使测量点的最低温度尽量接近液氮温度,而且能反映样品的温度,

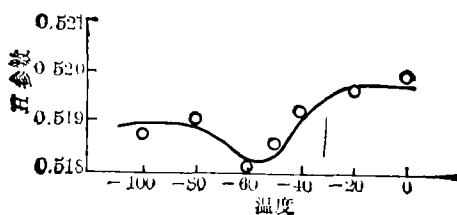


图5 H 参数随温度变化的动态曲线

需要在所有热接触处减小热阻,增强热传导。我们采用了下面几个措施:①铂电阻全部装入样品架孔洞中,并用软金属密实填充、压紧,使之与样品架密切接触,能真实、灵敏地反映样品架的温度及其变化;②样品架圆柱套筒与冷指一端相套时,在端面接触处亦用软金属衬垫,加强热接触,减少热阻;③样品的温度依赖于样品架的温度,要保持两者温度一致,要求样品有合适的尺寸,使其有一定大小的面积与样品架平面接触,而且两者的表面要平整、光滑,以保证接触紧密、导热良好,经过一定保温时间后,两者温度基本一致。但所测出的温度是否精确地反映了样品的温度,目前尚无实验证实,有待采用小的薄片式测温元件直接装入样品中进行检验。现在测得的最低温度是 -187°C ,比液氮温度高 9°C ,这仍然是热阻造成的。

3. 关于真空、高温条件下 ^{22}Na 源的密封问题 在我们的实验中,放射源为 $^{22}\text{NaCl}$,衬底为金属箔,衬底与源架、源架与源架之间均用胶封贴。在几轮从高温到低温(或相反)的实验过程中,未发现放射源泄漏。

有作者提出^[1],在他们的装置中,只要改进源的密封,最高温度(原来为 $+200^{\circ}\text{C}$)还可提高。这里指出了问题的一个方面,但放射源采用何种密封方式,除了考虑温度条件外,还与放射源所在环境的压力条件有关。

常用的 ^{22}Na 放射源是将 $^{22}\text{NaCl}$ 溶液滴在衬底上蒸干而成,是固体源。 NaCl 的升华温度与压力有关^[2],其关系如图6所示,由图6可见,随着压力的减小,升华点降低;压力愈小,升华温度的变化率愈小,例如:压力由 $1333.2\text{Pa}(10\text{mmHg})$ 降至 $133.3\text{Pa}(1\text{mmHg})$,升华点的变化 $\Delta t=151^{\circ}\text{C}$;若压力由 $133.3\text{Pa}(1\text{mmHg})$ 降至 $13.3\text{Pa}(0.1$

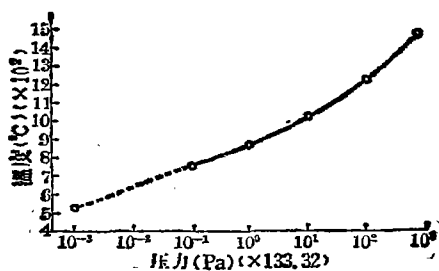


图6 NaCl 的升华温度与压力的关系

$\text{mmHg})$,则 $\Delta t=111^{\circ}\text{C}$ 。现在作一粗略估算,将图6中 133.3Pa 与 13.3Pa 两点联成直线,并外推至 $0.133\text{Pa}(10^{-3}\text{mmHg})$ 处,可得相应的升华温度为 530°C ,这就意味着,当装置中的真空度为 $0.133\text{Pa}(10^{-3}\text{mmHg})$ 时, NaCl 的升华点等于甚至高于 530°C ,因此,在 500°C 条件下进行实验测量时, $^{22}\text{NaCl}$ 不会因升华而逸出。由此还可推出,如果在高真空(如大于 13.3mpa 即 10^{-4}mmHg)条件下进行高温(如高于 $+500^{\circ}\text{C}$)实验研究, $^{22}\text{NaCl}$ 有可能升华成气态,在这种情况下,采用真空密封放射源最为安全。

4. 对时间谱仪分辨率的影响 在测量快-快符合型正电子寿命谱仪的时间分辨率时,使用了 $\sim 50\mu\text{Ci}$ 的 ^{60}Co 源,当把它置于两探头之间并紧贴探头外壳端面时,瞬发峰的 $\text{FWHM}=254\text{ps}$;但当把源置于样品架中,探头端面紧贴真空室顶盖壁,这时测得的结果是 $\text{FWHM}=266\text{ps}$,两结果相比较可知,分辨率差了 12ps 。影响分辨率变化的因素是:①与源紧贴探头的情况相比,探头置于真空室外时,闪烁体对源所张的立体角减小了,有利于改善分辨率;②来自放射源的 γ 射线穿过两层铝窗,增强了散射,同时,源架等物也会散射 γ ,致使进入探头的低能 γ 射线的比例有所增加,这不利于恒比定时甄别器的定时,导致时间分辨率的降低。实验结果表明,第二个因素起了主要作用。

感谢魏永钦同志对本工作仪器方面的支持。

参 考 文 献

[1] 曹必松等,核技术,6,78(1982)。

[2] B. A. 拉宾诺维奇与3. Я. 哈文著,尹承烈等译,简明化学手册,化学工业出版社,1983年,第159页。

(1986年9月17日收到)

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 4×10^3 to 4×10^6 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 γ -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