

硝酸纤维薄膜的制备方法

孟武 祁步嘉 郭士伦 周蕙明

本文介绍了在实验室制备纯净硝酸纤维薄膜的工艺过程。制成的硝酸纤维薄膜可用作固体径迹探测器。适用于低计数测量和自动测量。

硝酸纤维薄膜是固体径迹探测器中灵敏度最高的一种材料，它可以记录质子、 α 粒子以及其它更重的带电粒子的径迹^[1,2]，因此在固体径迹探测器的研究和应用中占有重要地位。

工业生产的硝酸纤维薄膜一般有两个明显的缺点：(1) 灰分(灰尘和杂质)太大，蚀刻后表面出现许多本底蚀坑，不易与轻原子核径迹区别开来，影响测量精度；(2) 性质不均匀，即使是同批生产的硝酸纤维薄膜，各个区域对粒子的记录性能不同，在分辨原子核粒子的工作中，不能得到可靠的结果。因此各国从事固体径迹探测器工作的人员非常希望得到质地纯净、性质均匀的硝酸纤维薄膜^[2]。我们在实验室试制了纯净的硝酸纤维薄膜。

一、制备方法

硝酸纤维素即硝化棉，是由脱脂棉经硝化而成。可以溶解于香蕉水、丙酮、乙酸乙酯、乙酸异戊酯等许多化学试剂中。用流延法制作硝酸纤维薄膜最简单的方法是把配好的硝化棉溶液倒在干净的玻璃板上，用刮平器刮平，待干后放在 60°C 烘箱中烘烤 24 小时，取出待降至室温时，用小刀起一个小缝，滴数滴水后薄膜自行剥下，即成硝酸纤维薄膜。但是这样制成的薄膜由于灰分太大，本底蚀坑太多，影响径迹的测量。为了降低本底蚀坑，必须在制膜程序的各个环节中减少灰尘和杂质。具体方法如下：

1. 硝化棉的选择 要求质地纯净、灰分小。制备硝化棉用的棉花要洁白、纤维长，脱脂好。硝化过程中使用的硝酸和硫酸杂质要少，硝化要完全，未反应的纤维毛少。硝化棉的粘度可选在 5 秒至 100 秒范围。我们使用的硝化棉是北京油漆厂生产的质量较好的产品。

2. 过滤液的配制 由于硝化棉是易燃、易爆物质，在贮存硝化棉的容器中一般加适量酒精(安定剂)，因此在配制过滤液时，需先将硝化棉放在红外线灯下烘烤，使其中的酒精和水分蒸发，成为干燥的硝化棉。然后，在干燥的环境中把硝化棉投入二级丙酮中溶解，配成 5:100 的硝化棉溶液，即过滤液。配好的过滤液在磨口瓶中静置 24 小时后待用。由于过滤液经过滤后要把溶剂抽出，重新配制沉膜溶液，所以配制过滤液要用单一而易挥发的溶剂。丙酮是适用而经济的溶剂，乙酸乙酯和环己酮也很好。

3. 溶液的过滤 过滤的目的是去掉硝化棉中的杂质和纤维毛。过滤装置如图 1 所示。把配好的硝化棉过滤液倒入细菌漏斗中，细菌漏斗的下端接磨口玻璃瓶，然后通过一个冷

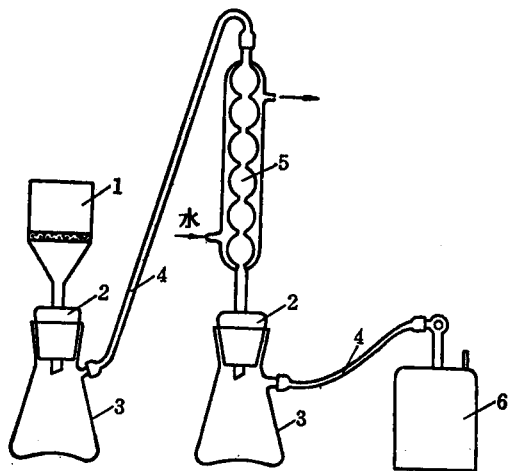


图 1 硝化棉溶液的过滤装置

1——细菌漏斗；2——橡皮塞；3——磨口瓶；4——聚乙烯管；5——冷凝管；6——真空机械泵。

凝管与真空机械泵连接。真空机械泵的作用是给细菌漏斗下方一个负压，使细菌漏斗上方的硝化棉过滤液在大气的压力下从过滤片中通过。冷凝器的作用是使挥发出来的溶剂凝结回收。为了滤掉微小的灰尘，细菌漏斗过滤孔的直径越小越好，但这会拖长过滤时间，故用 G_6 漏斗为宜。过滤前要先用洗液清洗细菌漏斗和磨口瓶，然后用化学纯丙酮淡净浸润，再把过滤液倒入细菌漏斗，边倒边搅拌，必要时可过滤几遍。

4. 过滤液的浓缩 溶液过滤后，把细菌漏斗去掉，盖上磨口塞，用约 50°C 的水加热磨口瓶，使溶剂加速挥发。同时开动真空机械泵，至溶液变稠为止。

5. 沉膜溶液的配制 在浓缩后的溶液中加入适量的沉膜溶剂即成为沉膜溶液。沉膜溶剂可采用分析纯试剂配成甲级香蕉水，或直接用环己酮。也可用乙酸乙酯和乙酸异戊酯。这些溶剂使用前要用 G_6 漏斗过滤，配成的沉膜溶液的浓度依所需薄膜的厚度而定。制作较厚的薄膜，用较浓的沉膜溶液。

6. 沉膜玻璃板的清洗和沉膜 沉膜载体可用金属板或玻璃板，我们采用抛光玻璃板。使用前用干净丝绸沾 70% 乙醚 + 30% 无水酒精擦洗，然后倒上稀薄的硝化棉溶液产生一层保护膜，烘干冷却后待用，并将玻璃板校成水平位置。沉膜前用小刀轻轻把保护膜划开一个缝，滴数滴去离子水，保护膜即自行剥开，露出干净的玻璃表面，此时再把沉膜溶液倒在玻璃板上，自动流开展平。这些操作要在无尘的环境中进行。待薄膜自然干燥后，放在烘箱中于 60°C 下烘烤 24 小时，再用上述方法取下，即成质地纯净的硝酸纤维薄膜。

7. 薄膜的退火 为了使薄膜中的残余溶剂挥发干净和促使硝酸纤维薄膜迅速老化，以达到薄膜性质均匀，必须对新制的硝酸纤维薄膜退火。把硝酸纤维薄膜放在铝制真空室中，用约 70°C 热水加热真空室，并用机械泵使真空室保持负压，连续退火 4 至 6 小时，把硝酸纤维薄膜取出后，就可用作固体径迹探测器。

二、成品检验

退火后的硝酸纤维薄膜可以在光学显微镜下检验，显微镜的放大倍数选为 $40 \times 1.5 \times 10$ 。由于制出的薄膜比较纯净，通常在十几个视野中看不到一个斑点，因此需要在 α 粒子径迹监视下进行检查，以免显微镜焦点离开薄膜表面，看不到薄膜表面的斑点。 α 粒子径迹密度以每视野 1—2 个径迹为宜。检验方法可以大面积连续扫描，也可任取视野抽查。

检查结果说明，这样制备的硝酸纤维薄膜表面斑点密度小于 100 个/厘米²，而且这些斑点经蚀刻后大部分能与重带电粒子径迹区分开来。

三、讨 论

用我们在实验室制备硝酸纤维薄膜的方法只能提供少量、小面积、质地纯净的硝酸纤维薄膜。如果需要本底更低的薄膜可改在空调过滤房间中进行。并改用 G_6 细菌漏斗（或订做更高级的细菌漏斗）。抛光玻璃板换成零级玻璃板。沉膜在真空装置中进行。

上述方法主要在于减少薄膜中与径迹类似的疵点数目。这些疵点来源于沉膜溶液的灰尘、硝化不完全的纤维毛和沉膜玻璃板上的缺陷等。上述工艺过程对薄膜的其它质量，如膜的流平性、均匀性和透明性也有改善。如要进一步改进性能，必须对沉膜溶剂、沉膜环境的温度和湿度加以更严格的控制。

上述制备硝酸纤维薄膜的方法，对于流延成膜的塑料原则上是适用的，但须选择不同的溶剂。如对醋酸纤维和丁醋酸纤维选用丙酮和环己酮，对聚碳酸酯选用二氯乙烷等。

参 考 文 献

- [1] R. L. Fleischer et al., *Ann. Rev. Nucl. Sci.*, **15**, 1(1965).
- [2] P. B. Price et al., *ibid.*, **21**, 295(1971).
- [3] G. Somogyi et al., *Nucl. Instrum. Methods*, **59**, 299(1968).

(上接第 79 页)

三、讨 论

用油压机压制 ThO_2 片的方法，以及用单能快中子和裂变谱中子刻度有效厚度的方法，可用于制备和测定其他种类的样品。

压制 ThO_2 片时，当压力增大到一定数值后， ThO_2 片中残留的空气对裂变碎片的阻止作用可以忽略。这时， ThO_2 片的有效厚度不再与制作时的压力有关。因此， ThO_2 片上各个位置的有效厚度分布均匀，即样品均匀度好，在使用过程中，有效厚度不因表面磨损而改变。

压制而成的 ThO_2 片是一种有效厚度最大的 ThO_2 裂变物质片。与云母片叠合时，测量快中子的通量范围为 $10^8 - 5 \times 10^{11}$ 中子/厘米²。

参 考 文 献

- [1] R. L. Fleischer et al., *Ann. Rev. Nucl. Sci.*, **15**, 1(1965).
- [2] P. B. Price et al., *Ann. Rev. Nucl. Sci.*, **21**, 295(1971).
- [3] K. Becker, *Health Phys.*, **12**, 769(1966).
- [4] K. Becker, *Health Phys.*, **16**, 113(1969).
- [5] 李泽等，应用云母裂变探测器测量快中子能谱（内部资料）。
- [6] R. Gold et al., *Nucl. Sci. Eng.*, **34**, 13(1968).
- [7] 郭士伦等，原子能科学技术，**1**，66（1976）。
- [8] D. J. Hughes, *Neutron Cross Sections (Second edition)*, BNL-325, 1958.