

## 用玻璃基衬制备天然硅自撑靶

孙 树 华

我们用玻璃作基衬成功地制备了硅(Si)自撑靶,厚度为20~50微克/厘米<sup>2</sup>。这种靶已用于核反应实验研究中。

### 一、制备过程

将2毫米厚的玻璃片切割成12厘米×8厘米的小块,清洗干净,在每块玻璃的一个表面上均匀地涂上一层15%的肥皂溶液作为脱膜剂。自然晾干,安装在镀膜机转动支架上(皂面向下)。在玻璃片的背面压一块厚铜板作为热量储存器。

将厚为0.1毫米的钨片剪成宽7毫米、长60毫米的长条,用酒精灯加热,弯成长方形小舟作为坩埚。然后在NaOH溶液中煮沸,去除表面的氧化层。再用水冲洗干净,用热风机吹干装在电极上。每对电极装一个坩埚,共装四个坩埚。

在每个坩埚中装入黄豆粒大小的一块高纯硅料(若装料太多,熔化的硅和坩埚会形成过多的合金而使坩埚熔断)。盖上真空室的钟罩,抽真空。当真空室的真空度达 $1 \times 10^{-5}$ 托时,开动支架转动开关。然后,给一对电极接通电流加热坩埚。当电压为1.9伏、电流为80安时,坩埚中的硅料熔化并开始蒸发。但是,直到最后仍有部分硅料与钨形成合金不能完全蒸发。这样,依次将四个坩埚中的硅蒸发完。硅蒸汽在玻璃上凝结形成一层硅膜。若沉积硅膜的厚度达不到要求时,可破坏真空室的真空,换上四个新坩埚,装上硅料,重复上述的蒸发过程。

待真空室冷却到室温,取出玻璃片。用尖物(如铅笔尖)将沉积在玻璃片上的硅膜划成所需要大小,用去离子水将膜漂下,用靶框(孔径为 $\phi 18$ )捞起,晾干即可。

这样制出的硅膜呈杏黄色半透明,均匀、柔软,机械强度和耐束流轰击强度都合乎核物理实验的要求。

我们使用的仪器是北京仪器厂出产的DM-450型真空镀膜机。利用它电极多和真空室空间大的特点。如果真空室太小,玻璃基衬与坩埚的距离太近,就会因为烘烤而使硅膜脆裂。

我们还用抛光的钨板作基衬作出了较厚的硅膜。

### 二、讨 论

1. 用玻璃片作基衬,由于玻璃的导热性能不好,如果玻璃片与坩埚的距离太近就会使沉积上的硅膜龟裂而失败。为了克服这一困难,必须增大玻璃片到坩埚的距离。本工作中坩埚到基衬支架中心距离为30厘米。这样就降低了硅料的收集效率。而用抛光的钨片作基衬就可以避免这一问题。钨片和坩埚之间的距离可以近到几厘米。这样大大节约了材料和蒸发时间。因此,我们认为如果有条件对钨片进行光学抛光,还是选用钨片作基衬为好。我们选用玻璃片作基衬主要是由于钨片抛光困难。而玻璃片自身的光洁度足够满足要求,但是却带来了硅料和坩埚材料的浪费。所以基衬材料的选择要根据自己的工作条件而

定。

2. 我们知道, 硅很容易与氧反应形成  $\text{SiO}$  或  $\text{SiO}_2$ , 尤其是在硅形成蒸汽状态时就更加活泼。由于我们镀膜机的真空度低( $1 \times 10^{-5}$ 托), 因而靶中含氧量较多。用弹性散射的方法对靶进行分析的结果, 氧与硅的原子数之比为5:4。对于某些对氧干扰敏感的核物理实验, 这种靶不适用。要减少硅靶中的氧含量必须提高真空度, 保证工作真空度不低于  $5 \times 10^{-6}$  托。

## 用还原法制备同位素镁靶

许国基

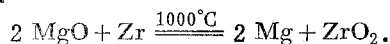
随着原子能科学技术的发展, 许多核物理实验需要同位素靶。同位素材料十分昂贵, 有些金属元素的同位素只能得到其氧化物, 所以制备同位素靶必须解决两个主要问题: 第一, 用少量材料(1毫克到十几毫克)做成适当厚度的靶。第二, 选择合适的还原剂将氧化物还原成金属。

用真空蒸发法制备天然元素靶时, 常用的蒸发源是舟源和丝状源。这两种蒸发源的立体角大, 材料利用率低。制备同位素靶时, 为了节省材料, 一般使用立体角较小的管形蒸发源。管形蒸发源的直径为2~5毫米, 长度为10~20毫米。选择适当的蒸发距离, 就能在较小的面积上获得较好均匀度和所需厚度的沉积。

关于金属氧化物的还原问题, 可用锆、钽、钽和钛等材料做还原剂。还原剂的选择原则是: 在还原温度下, 金属氧化物、还原剂及其氧化物的蒸汽压都要比同位素元素的蒸汽压低得多。

### 制备方法

1. 选择还原剂 我们所用的同位素材料是氧化镁, 它的熔点为  $2800^\circ\text{C}$ , 用真空蒸发法制备氧化镁靶是十分困难的, 所以必须用还原法制备镁靶。国外有的用锆粉作还原剂<sup>[1]</sup>, 有的用钽粉作还原剂<sup>[2]</sup>。使用锆粉时, 还原温度为  $1000^\circ\text{C}$ , 用钽粉, 则为  $1800^\circ\text{C}$ 。在这两种还原温度下, 钽和锆的蒸汽压、氧化镁的蒸汽压、氧化钽和氧化锆的蒸汽压都比镁的蒸汽压低得多, 因此所获得的沉积中没有杂质元素。由此可见, 用钽粉和锆粉原则上都可行, 但锆粉的还原温度低, 这对防止衬底烘烤和防止镁的再蒸发是十分有利的, 所以我们选用锆粉做还原剂。还原方程为:



2. 选择蒸发源 考虑到下面三个因素, 我们使用钽管蒸发源:

- (1) 用5~20毫克的同位素制成厚度为30~150微克/厘米<sup>2</sup>左右的靶。
- (2) 钽本身是还原材料。
- (3) 管形蒸发源有利于形成较高的蒸汽压, 这对镁在衬底上冷凝成膜是十分有利的。我们用厚为0.2毫米的钽片加工成直径为4.5毫米、长为22毫米的钽管。

3. 制备过程 根据还原方程, 氧化镁和锆粉的重量比为1:1.1。为了保证充分还原, 我们使用的实际重量比是1:6, 氧化镁和锆粉均匀地混合后, 装入钽管。碳膜衬底放在钽