

**ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

13-89-802

З.Шегловски, Ю.С.Короткин

**МОДИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД
ЭЛЕКТРОКАПИЛЛЯРНОГО НАПЫЛЕНИЯ
ТОНКИХ И ТОЛСТЫХ МИШЕНЕЙ
ИЗ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ
РАДИОАКТИВНЫХ И НЕРАДИОАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ**

Направлено в журнал "Приборы и техника
эксперимента"

1989

Одной из важных задач при радиохимических исследованиях является получение тонких однородных слоев радиоактивных и нерадиоактивных веществ на подложках различной природы.

Для решения этих задач разработано множество различных химических и физических методов^{/1/}. Из всего разнообразия предложенных методов электрокапиллярное распыление представляется нам одним из самых универсальных. Впервые он был предложен и применен Карсуэллом и Мильстедом^{/2/} и нашел в дальнейшем самое широкое применение^{/3-8/}. Суть метода заключается в том, что раствор необходимого вещества в легкоиспаряемой органической жидкости (спирт, ацетон, уксусная кислота) распыляется из стеклянного капилляра при приложении высокого электрического напряжения (обычно до 10 кВ). Однако при таком режиме работы всегда возникают определенные трудности, так как процесс распыления и его оптимизация зависят от природы растворителя, т.е. от его поверхностного натяжения и смачиваемости стеклянного капилляра применяемым раствором. Это приводит зачастую к неконтролируемому распылению растворителя в виде крупных капель или в виде струи.

Для устранения этих трудностей мы попытались усовершенствовать узел электрокапиллярного распыления, применяя видоизмененную конструкцию и материал капилляра.

В предлагаемой нами конструкции роль капилляра выполняет микротверстие в цилиндрической тефлоновой ячейке. Использование этой конструкции позволяет в строго контролируемых условиях получать тонкие и толстые слои на различного рода подложках, например, на металлических и некоторых тонких органических фольгах.

Конструкция установки

Схема установки изображена на рис. 1а. Она состоит из тефлоновой цилиндрической ячейки (3) с капиллярным отверстием (1) диаметром 0,3 мм и длиной 1,5 мм. В капиллярном отверстии находится игольчатый электрод из нержавеющей стали (2), который можно прецизионно перемещать внутри капилляра с помощью микровинта (5). Расстояние острья игольчатого электрода от конца капиллярного отверстия (1) устанавли-

Влияние физико-химических условий на электрокапиллярное напыление

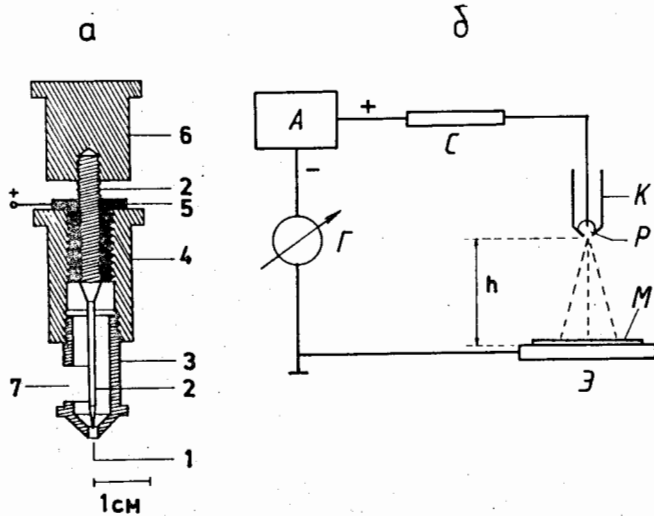


Рис. 1. а. Конструкция устройства для электрокапиллярного напыления. 1 - капиллярное отверстие $\varnothing 0,3$ мм, 2 - игольчатый электрод из нержавеющей стали, 3 - ячейка из тефлона, 4 - втулка из тефлона, 5 - втулка из нержавеющей стали, 6 - ручка из тефлона, 7 - боковое отверстие для введения раствора.

б. Электрическая схема. А - источник высокого напряжения, С - сопротивление $3 \cdot 10^8$ Ом, Г - гальванометр, К - капиллярная ячейка из тефлона, Р - распыляемый раствор, М - мишень, Э - металлический электрод.

вается экспериментально с целью получения оптимальных условий режима распыления. Распыляемая жидкость вводится в ячейку периодически или непрерывно через боковое отверстие (7), что легко контролируется визуально. Рабочий объем раствора от 5 до 20 мкл. Время распыления 10 мкл раствора составляет 2 - 3 минуты.

Полная электрическая схема установки представлена на рис. 1б. В нее входят источник высокого напряжения до 10 кВ (А), гальванометр с чувствительностью 10^{-8} А/деление (Г) и сопротивление в $3 \cdot 10^8$ Ом (С). Это сопротивление ограничивает электрический ток в контуре распыления и обеспечивает безопасность проведения экспериментов. Гальванометр позволяет контролировать рабочий режим по величине тока распыления.

Получение тонких и равномерных слоев методом электрокапиллярного напыления (ЭН) зависит от многих факторов^{/3,4/}, в числе которых большое значение имеет природа растворителя и растворенного вещества, а также величина электрического напряжения, подаваемого на электрод. Растворитель должен достаточно хорошо растворять желаемое вещество, а также быстро испаряться в процессе напыления. Такими свойствами обладают, как известно, спирты, эфиры^{/4/}, а также некоторые органические кислоты, например, уксусная кислота^{/8/}.

Для определения оптимальных условий работы предложенного модифицированного устройства были проведены исследования некоторых параметров, влияющих на процесс ЭН. Были исследованы: 1) влияние природы растворителя, 2) концентрации напыляемых веществ, 3) величина электрического напряжения и 4) расстояние капиллярного отверстия от подложки, на которую проводится напыление.

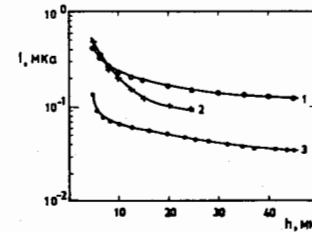


Рис. 2. Зависимость тока распыления раствора $La(NO_3)_3$ (5 мг/мл) в этаноле (1), ацетоне (2) и уксусной кислоте (3) от расстояния (h) капилляра от подложки при постоянном напряжении 8 кВ.

На рис. 2 представлена зависимость тока напыления растворов $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ в этаноле, ацетоне и уксусной кислоте от расстояния тефлонового капилляра от напыляемой поверхности при постоянном напряжении, равном 8 кВ.

Как видно из представленных графиков, при ЭН ток уменьшается с увеличением расстояния капилляра от напыляемой поверхности. Природа растворителя также существенно определяет величину тока, например, в случае распыления нитрата лантана ток уменьшается при переходе от этилового спирта к ацетону и уксусной кислоте (рис. 3). В случае применения растворов нитрата лантана в ацетоне процесс распыления прекращается уже при расстоянии тефлонового капилляра 25 мм от напыляемой поверхности.

Надо отметить, что ток напыления исследованных растворов заметно растет до концентрации нитрата лантана около 2 мг/мл (рис. 3).

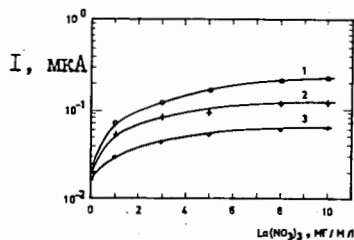


Рис. 3. Влияние концентрации $La(NO_3)_3$ в этаноле (1), ацетоне (2) и уксусной кислоте (3) на величину тока распыления. Расстояние капилляра от мишени 25 мм, напряжение 8 кВ.

Диаметр напыляемых пятен линейно растет с увеличением расстояния капиллярного отверстия от мишеней (рис. 4), при этом ток напыления уменьшается. Кроме этого ток напыления при постоянном расстоянии между капилляром и мишенью меняется линейно в зависимости от элект-

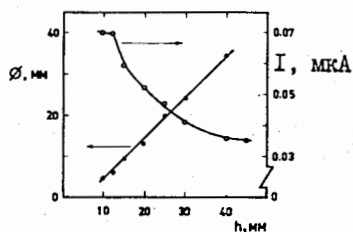


Рис. 4. Зависимость диаметра напыляемого пятна и тока напыления раствора $La(NO_3)_3$ (5 мг/мл) в уксусной кислоте от расстояния капилляра (h) до мишени при постоянном напряжении 8 кВ.

рического напряжения в диапазоне от 6 до 10 кВ. Ниже 6 кВ ток резко уменьшается, выше 10 кВ наблюдается резкий рост тока, что часто приводит к пробоям (рис. 5).

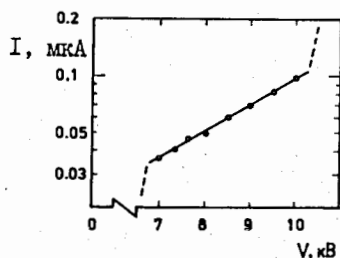


Рис. 5. Зависимость тока напыления раствора $La(NO_3)_3$ (5 мг/мл) от величины напряжения электрического тока.

С помощью разработанного устройства можно получать тонкослойные источники для α - и β -спектроскопии в геометрии 2π и $4\pi/8$. Качество получаемых этим методом тонкослойных источников показано на примере ^{249}Cf , напыленного из уксусной кислоты и измеренного на кремниевом барьерном ($Si-Au$)-детекторе с разрешением 30 кэВ.

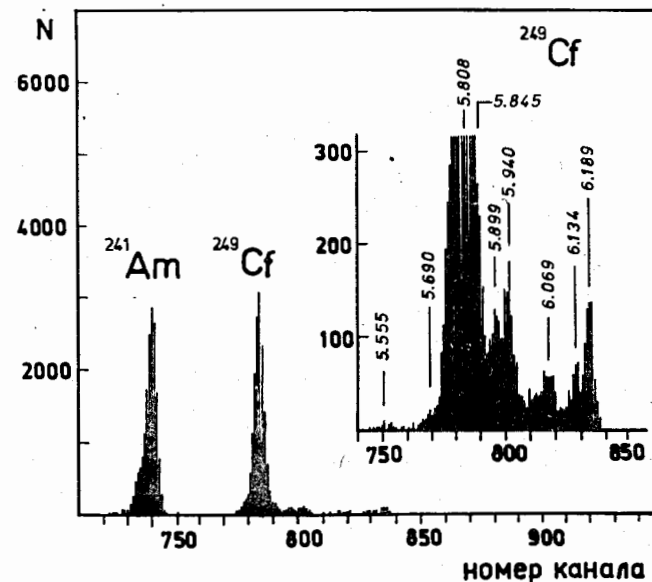


Рис. 6. α -спектр источника из безносительного количества ^{249}Cf , изготовленного электрокапиллярным напылением из раствора уксусной кислоты на платиновую фольгу.

Для сравнения на этом же детекторе измерен эталонный источник ^{241}Am , энергетическое разрешение которого установлено - 17 кэВ. Эти результаты показаны на рис. 6. Хорошо проявляющаяся тонкая структура α -спектра ^{249}Cf (рис. 6) свидетельствует о высоком качестве источника.

Представленное устройство позволяет полностью напылять исследуемые вещества и получать как тонкие, так и толстослойные мишени не только на металлических, но также на некоторых органических тонких подложках. В случае изготовления толстослойных мишеней необходимо многократное напыление исследуемого материала с последовательным прокаливанием подложки после каждого напыления. При необходимости можно напылять исследуемое вещество из растворов нитролака в органических растворителях, что позволяет улучшить качество толстослойных мишеней.

Напыление на тонкие органические фольги проводится следующим образом: тонкая фольга, например из полиэтилена, укладывается на плоский металлический электрод, затем тефлоновый капилляр приближается на расстояние несколько миллиметров.

При расстоянии 5 мм диаметр напыляемого пятна имеет размер около 10 мм. Как было указано выше в случае металлических подложек, для получения пятен такого же диаметра расстояние капилляра от подложки значительно больше (рис. 4).

Авторы выражают благодарность Г.В.Букланову за полезные замечания.

Литература

1. L.Yaffe. An. Rev. Nucl. Sci., 12, 153 (1962).
2. D.J.Carswell, J.Milsted. J. Nucl. En., 4, 51 (1957).
3. В.А.Городицкий, Ю.Ф.Романов, А.В.Сорокина, М.И.Якутин. ПЭФ, № 5, 128 (1959).
4. E.Bruninx, G.Rudstam. NIM, 13, 131 (1961).
5. K.F.Lauer, V.Verdingh. NIM, 21, 161 (1963).
6. V.Verdingh, K.F.Lauer. NIM, 31, 355 (1964).
7. V.Verdingh, K.F.Lauer. NIM, 49, 179 (1967).
8. M.Hussonnois, L.Brillard, O.Constantinescu. NIM, 224, 355 (1984).

Рукопись поступила в издательский отдел
30 ноября 1989 года.

Шегловски З., Короткин Ю.С. 13-89-802
Модифицированный метод электрокапиллярного напыления тонких и толстых мишеней из органических растворов радиоактивных и нерадиоактивных веществ

Описан модифицированный метод электрокапиллярного напыления, в рамках которого вместо стеклянного капилляра применяется цилиндрическая ячейка из тефлона, содержащая капиллярное отверстие и игольчатый электрод из нержавеющей стали. Расстояние между коническим концом игольчатого электрода и стенками отверстия /капилляра/ регулируется. Предложенное устройство позволяет производить напыление растворов необходимых соединений и солей металлов в органических растворителях на металлические или тонкие органические металлизированные и органические фольги с хорошей воспроизводимостью результатов.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1989

Перевод авторов

Szeglowski Z., Korotkin Yu.S. 13-89-802
The Modification of the Electro spraying Method for the Preparation of Thin and Thick Targets from Organic Solutions of Radioactive and Nonradioactive Substances

The electro spraying method was modified by using a teflon cylinder cell with a capillary aperture and a stainless steel needle electrode instead of a glass capillary tube. The distance of the conical and of the needle electrode from the walls of the capillary aperture is controlled. The modified device permits with good reproducible results, the spraying of solutions of metal salts and chemical compounds in organic solvents on metal or metallized organic foils and on some thin organic foils.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1989