

DESENVOLVIMENTO DA TÉCNICA DE DEPOSIÇÃO MOLECULAR PARA PRODUÇÃO DE FONTES- β E DE ELÉTRONS DE CONVERSÃO.

J. C. de Abreu¹, A. L. Lapolli^{1,2,3}, W. Pendl Jr.², M. T. Freitas da Cruz¹.
¹INSTITUTO DE FÍSICA (USP) Caixa Postal 20516 - 01498-970 - São Paulo - Brasil
²COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES Caixa Postal 11049 - Pinheiros 05422-970 - São Paulo - Brasil
³UNIVERSIDADE CIDADE DE SÃO PAULO 08071-000 - São Paulo - Brasil

Resumo

O trabalho consiste na extração do composto $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em álcool etílico a concentração de 12 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/100$ ml e deposição em "backing" de Al. A partir do filme depositado foi verificado: rendimento, uniformidade e espessura. O composto depositado e sua aderência foram comprovados por espectroscopia gama. Os resultados obtidos foram considerados satisfatórios.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a utilização de filmes finos vem se tornando cada vez mais necessária para aplicação em diversas áreas da ciência. Particularmente em Física Nuclear a produção de alvos auto-sustentáveis é de importância fundamental no estudo da estrutura nuclear através das técnicas de reação nuclear e excitação coulombiana. Este estudo pode ser feito também pelas técnicas de espectroscopia- β e de elétrons de conversão que vêm sendo desenvolvidas nos laboratórios de Estrutura Nuclear do IPEN e Espectroscopia do IFUSP respectivamente.

Para realização de medidas de espectroscopia- β ou elétrons de conversão a fonte radioativa deve ser um filme fino ($\approx \mu\text{g}/\text{cm}^2$) suportada por um substrato ("backing"), que também é um filme fino ($\approx 1\text{mg}/\text{cm}^2$), que visam reduzir efeitos de auto-absorção e auto-espalhamento que causam distorção no espectro- β registrado[1, 2]. Além disso o "backing" deve ser de condutor para possibilitar o aterramento da fonte radioativa à câmara de vácuo visando evitar o carregamento coulombiano da mesma causando, conseqüentemente, variação da energia original da partícula- β emitida. Nestas circunstâncias, o Laboratório de Estrutura Nuclear do IPEN vem desenvolvendo e aprimorando técnicas como evaporação da gota, evaporação em vácuo, "sputtering", "electrospray", eletrodeposição e deposição molecular.

Esta técnica, já estudada em trabalhos anteriores com os elementos terras raras, Urânio, Tório e outros elementos como (^{60}Co , ^{137}Cs , ^{45}Ca , $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$, ^{65}Zn e ^{59}Fe)[3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10] comprovaram a alta qualidade do filme depositado, comparável à eletrodeposição e evaporação em vácuo. Observou-se também a dependência do rendimento químico, eficiência e qualidade do depósito em função do solvente orgânico, "backing", potencial ácido, temperatura da solução e distância entre os eletrodos. Particularmente o trabalho de Wirth[10] e outros produziu fonte de ^{60}Co a partir da extração de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em solução de acetona por deposição molecular em "backing" de carbono. No trabalho de Parker[6] observou-se que o rendimento químico de 94 % do depósito de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ sobre "backing" de Alumínio.

Para a implantação desta técnica no laboratório de Estrutura Nuclear do IPEN foi necessário desenvolver um sistema eletrolítico (protótipo) adequado para garantir as variáveis físico-químicas durante a realização do experimento. As de-

posições moleculares foram obtidas com o núcleo de ^{60}Co , que vem sendo utilizado como núcleo teste para desenvolvimento e aplicação das diversas técnicas implantadas neste laboratório, a partir da extração de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de Etanol deposição sobre "backing" de Alumínio. Os trabalhos anteriores referem-se à deposição de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ em Alumínio a partir de solução de isopropanol[6] e de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em "backing" de carbono a partir da solução de Acetona[10].

A partir da deposição molecular deve-se comprovar o composto químico depositado, rendimento, uniformidade e aderência além da verificação da espessura pelo método gravimétrico.

ARRANJO EXPERIMENTAL

Sistema Eletrolítico: Este sistema é constituído por dois beakers de pyrex montados concêntricamente conforme esquema da Fig. 1. O becker menor é mantido fixo no interior do maior através de um suporte de lucite. Na parte superior do becker maior há uma tampa onde é montado o "kit" necessário para realização da experiência. Os tubos de refrigeração permitem manter um fluxo de água constante, na parte interna do becker maior e externa do menor, que permite manter a temperatura fixa do sistema eletrolítico no interior do becker menor. Um termômetro permite a monitoração da temperatura. Na tampa está montada uma flange "T" poliflo com um dispositivo de redução de diâmetro interno possibilitando a redução da pressão interna do sistema através da passagem do fluxo de ar em uma das extremidades externas da flange. Esta pressão negativa permite o escoamento dos gases formados pela volatilização do solvente orgânico na reação química evitando o perigo de explosão e conseqüente contaminação radioativa no ambiente. O anodo, é constituído por um fio de platina imerso na solução eletrolítica pela parte superior no eixo de simetria dos beakers. O catodo é montado na parte inferior do becker menor, imerso na solução, e é também alinhado ao eixo de simetria. Este eletrodo é constituído de um suporte de Cobre onde é fixado e revestido "backing" com discos de teflon que limitam o diâmetro final da fonte e evitam o contato do restante do eletrodo com a solução eletrolítica. A distância entre os eletrodos é regulada milimetricamente através do eletrodo de platina. Os eletrodos são ligados a uma fonte de tensão de 3 kV dc e 40 mA. Conectado a este circuito estão dois mul-

timetros que permitem medir com precisão a ddp (diferença de potencial) entre os eletrodos bem como a corrente elétrica do sistema durante o experimento.

Espectrômetro- γ : O espectrômetro utilizado neste experimento é constituído de um detector de Ge(Li) de 45 cc de volume e eletrônica convencional para energia associada. Os espectros são registrados em um multicanal Ortec 918-A e gravados em um microcomputador PC.

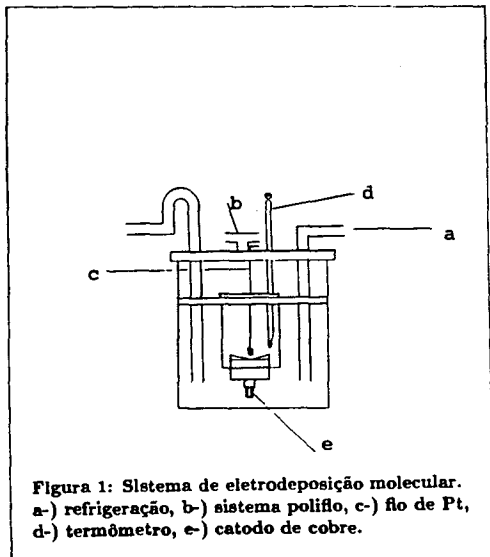


Figura 1: Sistema de eletrodeposição molecular. a-) refrigeração, b-) sistema polifio, c-) fio de Pt, d-) termômetro, e-) catodo de cobre.

DESENVOLVIMENTO

A parte experimental foi dividida em duas fases. Na primeira fase, com o composto não radioativo, foi estudado o rendimento químico, espessura e uniformidade do filme depositado, definindo desta forma, os parâmetros físico-químicos a serem utilizados na segunda fase. Na segunda fase foi comprovada a existência do núcleo ^{60}Co no filme depositado, bem como a aderência através de espectroscopia- γ .

Primeira Fase: Inicialmente foi dissolvido o composto de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em álcool a concentração de 12 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / 100 ml. Os ensaios de deposição molecular foram feitos separadamente em cada solução submetidas à diferença de potencial 1500 V em intervalos de tempo de 5 min à 60 min em intervalos crescente de 5 min. Em cada ensaio foi levantado o rendimento químico gravimetricamente. Os dados experimentais de rendimento em função do tempo são apresentados na Fig. 2. É importante destacar que para cada ensaio foram mantidos constantes a distância entre os eletrodos (10 mm), a temperatura da solução (25°) e a diferença de potencial entre os eletrodos. A qualidade do filme depositado relativa à uniformidade, foi examinada com o auxílio do microscópio.

Segunda Fase: Foram irradiadas 12 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ por 40 h no reator IEA-R1 do IPEN. A amostra radioativa obtida foi dissolvida em 100 ml de álcool etílico. Após da deposição molecular por um período de 60 min foi feita a espectroscopia- γ . O espectro- γ da fonte foi registrado por um período de 15 min. Para comprovação da aderência foi feito esfregaço sobre a fonte radioativa e foram comparadas as áreas dos fotopicos de 1331 keV do ^{60}Co antes e depois do esfregaço.

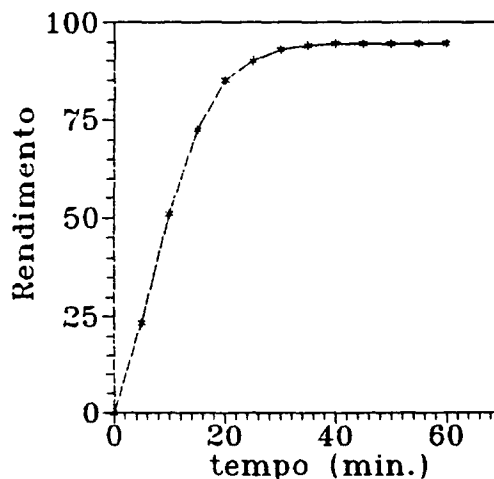


Figura 2: Rendimento x tempo

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados apresentados no gráfico da Fig. 2, mostram que o rendimento do depósito chega a um patamar máximo entre 20 min e 40 min de ensaio. O rendimento químico foi de 93%.

O filme depositado, observado através de microscópio, apresentou boa uniformidade. A aderência do depósito também foi constatada no teste de espectroscopia- γ .

CONCLUSÃO

De acordo com os objetivos iniciais foi verificado que álcool etílico como solvente, apresenta eficiência para a obtenção da fonte- β .

A espessura da fonte ficou limitada a um mínimo 0.5 mg/cm² o que pode ser considerado como satisfatório para medida de partículas- β com energia acima de 300 keV.

Conclui-se também que a atividade da fonte pode ser controlada, o que a torna interessante para utilização em trabalhos de dosimetria de radiação.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Sr. Luis Otavio da oficina do Laboratório do Pelletron (IFUSP) pela eficiente colaboração na confecção e sugestões no projeto do sistema eletrolítico.

Referências

- [1] Wu, C. S. The Experimental Determination Of The Beta-Interaction: (A) The Shape of β -Spectra. In: Siegbahn, K., ed. Alpha, beta and gamma-ray spectroscopy, Amsterdam, North-Holland, 1965. v.2, p. 1365-1389.
- [2] Parker W. C. and Slätis H. Some Experimental Techniques: (A) Sample And Window Technique. In: Siegbahn, K., ed. Alpha, beta and gamma-ray spectroscopy, Amsterdam, North-Holland, 1965. v.1, p. 379-407.
- [3] Parker W. and Falk R. Molecular Plating: A Method For The Electrolytic Formation of Thin Inorganic Films.

Nuclear Instruments and Methods, 16: 255-57, 1962.

- [4] Parker W., Bildstein H. and Getoff N. Molecular Plating I, A Rapid and Quantitative Method for the Electrodeposition of Thorium and Uranium. Nuclear Instruments and Methods, 26: 55-60, 1964.
- [5] Parker W., Bildstein H., Getoff N., Fischer-Colbrie H. and Regal Molecular Plating II, A Rapid and Quantitative Method for the Electrodeposition of the Rare-Earth Elements. Nuclear Instruments and Methods, 26: 61-65, 1964.
- [6] Parker W., Bildstein H. and Getoff N. Molecular Plating III The Rapid Preparation of Radioactive Reference Samples. Nuclear Instruments and Methods, 26: 314-16, 1964.
- [7] Getoff N. and Bildstein H. Molecular Plating IV The Rapid Method For The Electrodeposition of Plutonium. Nuclear Instruments and Methods, 36: 173-5, 1965.
- [8] Getoff N., Bildstein H. and Proksch E. Molecular Plating V The Influence of Some Experimental Factors on The Deposition Yeld. Nuclear Instruments and Methods, 46: 305-8, 1967.
- [9] Sedlacek W. A. Preparation of Thin Targets on Thin Graphite Backings By Molecular Plating. Nuclear Instruments and Methods, 99: 429-31, 1972.
- [10] Wirth H.L., Essig W., Hinderer S. and Kayser J. Cobalt-60 Source on Thin Self-Supporting Carbon Foil Prepared By Molecular Plating. Nuclear Instruments and Methods, A303: 106-114, 1991.

ABSTRACT

This work was performed by dissolving $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in a mixture of ethylic alcohol. The final concentration was 12 mg of $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/100$ ml. This compound was then electrodeposited through the molecular deposition technique. The resulting film was then analyzed with respect to its uniformity, thickness and the yield of the method as well. Besides, the kind of compound deposited and its adherence were also studied using gamma spectroscopy. The results obtained were considered satisfactory.