

电子束辐射加工研究进展

谷洪春 顾永宝 蓝李桥 李凤梅 刘晓光
钱思敏 王 瑛 谢立青 张荫芬

(北京师范大学低能核物理所, 北京市辐射中心, 北京 100875)

摘 要 综述了北京师范大学低能核物理所的 BF-5 电子直线加速器在辐射加工中的研究应用情况, 着重介绍了在电子辐照硅功率器件, 高分子聚合物的辐射改性以及辐射加工剂量学等方面的研究和开发进展。

关键词 辐射加工 电子束 辐照改性 辐射交联 剂量学

分类号 O571.33

1 引 言

辐射加工是利用电离辐射(包括放射性核素产生的核辐射及加速器产生的粒子束)与物质或材料相互作用产生的物理、化学或生物学变化,对物质或材料进行加工处理的过程.通常辐射加工主要指 ^{60}Co γ 射线^[1]和加速器产生的电子束辐射加工.在本所涉及这一领域的研究工作有:硅功率器件的辐射效应^[2,3];某些化工材料的辐射改性;医疗用品和药品的辐射灭菌^[4~7];辐射食品保藏^[8];辐射育种^[9]和菌种诱变^[10,11];以及宝石辐射改色等方面.新的应用领域还在不断扩大.在辐射加工的推广应用,辐射工艺学研究起着重要作用,它是保证产品质量、降低加工成本、扩展加工范围的重要环节.利用加速器进行辐射加工,具有很多有利条件:节能、无残毒、易于控制、污染少.此外,还可同时获得电子束和韧致 X 射线.电子加速器可进行厚的材料加工.在辐射加工中,准确可靠的剂量测量是保证辐照产品质量的关键^[12~14].

2 电子束辐射加工

2.1 BF-5加速器的基本参数

本所 BF-5 加速器是一台 S 波段电子直线加速器.其性能参数和结构特征为:工作频率 2998 MHz, $\pi/2$ 模 2MW 磁控管激励;最大平均束流 200 μA , 脉宽 2 μs , 重复频率 50~500 Hz;采用球形皮尔斯电子枪,直热双盘型钨

钨灯丝;利用调节电子枪灯丝加热电流和重复频率,就可以在电子束能量为 3~5 MeV, 电子束流为 1~200 μA 范围内获得所需的电子束流;束流引出处装有扫描磁铁,可获得最宽为 66 cm 的扫描电子束;非扫描状态工作,可获得 1 cm 直径和小于 50 μA 的电子束.加速器采用全金属密封,用二台 30 l/s 溅散钛离子泵(连续工作)保持 10^{-8} 的高真空,在加速器扫描输出(钛)窗外,可装移动式水冷钨靶,可在靶前获得 X 射线.

2.2 标称剂量及辐射场的剂量分布测定

BF-5 加速器启用时,标称剂量的测定采用校准束流参数,计算吸收剂量,与薄膜剂量计互校的方法.电子束流强度用法拉第筒、磁感应环和铝吸收板三种方法测量并互校,结果在 $\pm 5\%$ 误差范围以内符合.电子束能量用铝片吸收法测量,扫描宽度用移动铝块、酸敏变色片、聚乙烯膜和 CTA 膜(三醋酸纤维)剂量计测定.1986 年以来,用自制的水量热计、石墨量热计和聚苯乙烯量热计测量在不同的机器运行参数设置情况下的标称剂量,例如,一定的扫描宽度、电子束能量、束流强度和束下装置条件等机器运行参数,在设定的范围内,由量热计吸收体测量的平均剂量,可确定标称剂量.测量的总不确定度 $< 5\%$ ($k=2$).用与量热计吸收体质量和尺寸大小都相同的模体刻度薄膜或其他剂量计,例如:自制的丙氨酸圆柱和薄膜剂量计[总不确定度 $\leq 5\%$ ($k=2$)], FWT-60 和 PC-85 辐射显色薄

膜[总不确定度5%~8% ($k=2$)]和 CTA 薄膜[总不确定度8%~12% ($k=2$)]. 用已刻好的薄膜剂量计测量平动床和滚筒上的剂量分布, 确定产品的最大和最小剂量和产品总的剂量分布, 并把这些剂量和标称剂量联系起来. 在产品加工期间, 针对特定产品的辐射工艺, 选定适合的机器运行参数, 确保产品中的吸收剂量与剂量不均匀度($<10\%$)处于规定的限值内, 即按工艺剂量校准加工运行参数, 必要时与产品中的辐射效应进行比较. 例如, 在电线电缆电子束辐射加工中, 监测凝胶率. 在剂量监测的同时, 采用测量产品中的辐射效应来进行控制. 在束流、束能量不稳定时, 要及时调整. 辐照产品前, 按辐射工艺要求监测电子束的总束流. 在改变产品或装置检修后, 要重新进行标称剂量和剂量分布测量. 精确地进行剂量测量是辐射加工质量控制的核心, 也是保证产品质量的关键.

2.3 电子辐照硅功率器件

电子辐照硅功率器件是70年代初发展起来的新工艺, 它利用加速器产生的高能电子流辐照功率器件. 使硅材料晶格中的点阵原子发生位移, 造成晶格空位和间隙原子. 这些空位和间隙原子要和硅中的其它杂质、空位相互作用, 形成在深能级复合中心组成缺陷络合物, 如氧空位对、磷空位对、双空位对等以控制少子寿命. 它能克服传统缩短少子寿命金(铂)扩散工艺存在漏电流大, 高温阻断特性差、少子寿命难于精确控制和成品率低的缺点. 此项新工艺越来越广泛地得以推广应用, 已成为我国功率半导体器件制造工艺中重要组成部分. 其效果良好、成品率高和经济效益显著.

利用 BF-5 电子直线加速器, 找出了辐照不同类型硅功率器件(KK, KPK, KG, ZK……)的最佳剂量, 研究了器件的退火特性, 器件的少子寿命, 正态压降, 关断时间与剂量分剂量率的关系. 与此同时, 用 DLTS 谱仪对其辐照效应的机理进行了探讨, 测定了辐照引入深能级的位置. 引入缺陷浓度和俘获截

面等机理上的研究有助于辐照器件性能的改善.

2.4 聚合物电子束辐射交联

1) 电子束辐射交联电线电缆研究

辐射交联电线电缆已有三、四十年的历史. 利用高能射线, 特别是利用高能电子束照射电线和电缆, 使其绝缘包层材料的分子借助主要价键连结成网状结构, 材料的物理化学结构的变化引起它的某些性能的改变, 从而提高其耐热性、阻燃性、耐腐蚀性及其机械强度等, 从而获得高质量的电线电缆产品. 目前, 经辐照的电线电缆已在航天、航空、机电、交通和轻工业等方面得到广泛应用.

国际上电线电缆辐射交联技术发展很快, 在北美、日本和欧洲的一些国家, 电子束辐射交联工作已在工业中占据了重要位置. 目前, 世界上用于辐照工业的电子加速器大约有800台, 其中我国近年发展起来的近40台.

北京市辐射中心和天津电子线缆公司对电子束辐射交联电线电缆进行了研究. 利用北京市辐射中心的 BF-5 电子直线加速器, 研制成一套辐射交联电线电缆工艺. 该中心的辐射交联系统中的绕放线设备, 对于直径2 mm 的电线每小时可绕放10 km; 滚动装置可保证电线在辐照时以一定的速度滚动, 并装有远距离监听、监视和停转保护装置, 以确保辐照工作正常安全进行. 利用铝板吸收法测量了 BF-5 电子直线加速器的负载特性曲线. 采用测量深部吸收电子流的方法测量其相对吸收剂量值, 并用已刻度好的薄膜剂量计测量吸收剂量值, 从而得出其入口剂量等于出口剂量时的厚度, 以确定电线被辐照的厚度和应辐照的时间, 实验值与理论计算值在误差范围内取得了很好的一致. 为了确保辐照电线电缆的质量, 测定了辐照后聚合物的凝胶率和吸收剂量的关系, 并通过测定不同位置线缆的凝胶率, 来研究束下滚筒布线的横向均匀性与深部均匀性, 包括分别测定电线正反面的凝胶率, 进一步研究深部均匀性. 实

验结果表明,用这套束下滚筒装置控制束流和辐照时间,可使电线电缆得到适合剂量的均匀辐照.1988年和1989年,利用这套辐射交联电线电缆工艺批量生产了天津电子线缆公司的阻燃电视高压线,约三千多公里,取得了比较好的经济效益和社会效益.利用这套辐射工艺的天津电子线缆公司的阻燃电视高压线质量,达到了日本三洋电器公司的同期同类产品(ITEM UL3239 No B-17, No C-14-26, No C-20-26)以及日本住友电器工业株式会社的同期同类产品(ITEM UL3239 No F-29, No F-30, ESI-3046)的水平.

到1996年12月止,用这套辐射工艺已分别为北京、天津、烟台等地的电线电缆厂进行电子束辐射加工,批量生产阻燃电视机高压线、耐热125℃电机电器引线、汽车用薄绝缘电线和辐射交联聚烯烃绝缘、氯磺化聚乙烯护套船用电缆等多种特种电线电缆,取得了明显的经济和社会效益.

2)辐射交联热收缩材料

50年代国外就有人开始研究高能辐射使聚乙烯交联,导致材料性能的改善.其后,又有人发现交联的结晶聚合物具有“形状记忆效应”,这便奠定了研究和开发热收缩高分子材料的基础.经过几十年的发展,在欧、美和日、韩等地已有成千上万种热收缩材料的产品.国内从60年代开始了热收缩材料研究,1987年以来,其品种和产量迅速发展.本所于1996年利用BF-5电子直线加速器及束下滚筒装置,在电线电缆电子束辐射工艺的基础上,对北京伽玛化工中心生产的普通和阻燃的细管热缩材料进行了辐射工艺研究,确定了最佳辐射工艺条件,保证了产品质量,现已实现批量生产.

3)聚乙烯片辐射交联制备聚乙烯泡沫塑料

泡沫塑料已广泛地用于建筑、包装、汽车座垫、救生及装饰等,可作为保温、绝缘、抗震、隔障等材料.聚乙烯即可绕曲又有一定的刚性,目前国际上聚乙烯泡沫塑料的年消耗

量约十几万吨.因此开展具有优良性能的辐射交联聚乙烯泡沫材料的制备工艺研究,使它在辐射加工中占有重要地位是尤为重要的.辐射交联具有操作简便、常温加工、交联度易于控制和产品质量好等优点.聚乙烯经辐射交联后才有一定强度,将能分解气体包埋住,产品具有独立的微细气孔,表面柔滑美观,加工性能好,并具有优良的耐候性、耐腐蚀性、消冲击性、绝缘与绝热性能.由于BF-5加速器束流能量高,可穿透1.5 mm厚的聚乙烯片材,采用片材多次通过辐射场的办法加工出来的聚乙烯泡沫塑料,其质量已达到和接近国外同类产品的水平.

参 考 文 献

- 1 Jin Yongling, Zhou Ruiying, Wang Binglin. An Industrial ^{60}CO Gamma Irradiation Facility in China. *Radiat, Phys Chem*, 1990, 35(4~6):572~575
- 2 钱思敏,王炳林,王培德等.硅功率器件的电子辐照效应及其机理.北京师范大学学报,1984,3:31~36
- 3 Qian Simin, Lan Liqiao, Gu Hongchun et al. A Study of Electron Irradiation Effect on Silicon Power Devices by BF-5. *Radiat Phys Chem*, 1993, 42(1~3):1043~1046
- 4 王炳林,周瑞英,金永龄等.医疗用品辐射灭菌研究.北京师范大学学报(自然科学版),1987,2:24~31
- 5 李凤梅,钱思敏,罗萍等.确定电离辐射灭菌剂量方法的比较.中国消毒学杂志,1993,10(2):75~79
- 6 钱思敏,李凤梅,闫傲霜等.电离辐射灭菌生物指示剂对辐射耐受力测定.中国消毒学杂志,1994,11(1):29~31
- 7 周瑞英,钱思敏,金永龄等.医疗卫生用品辐射灭菌消毒质量控制标准(GB16383-1996),北京:由国家技术监督局和国家卫生部发布,中国标准出版社,1996
- 8 王瑛,王维国,李凤梅等.杏仁射杀虫卫生标准研究.辐射研究与辐射工艺学报,1992,10(4):243~245.
- 9 张荫芬,蓝李桥,周瑞英等.快中子辐照板栗诱变育种的研究.北京师范大学学报(自然科学版),1988,3:91~92
- 10 谢立青,张荫芬,陈如意等.离子束注入抗生素产生菌诱变效应的研究.核技术,1995,18(6):324~329
- 11 谢立青,戴金贤,张荫芬等.离子束注入抗生素产生菌的ERS研究.核技术,1995,18(9):527~529
- 12 谢立青,戴金贤,张荫芬等.石墨量热计用于3~5 MeV工业电子加速器的剂量测量.全国辐射工艺与辐照加速器学术交流会议论文集,1990,71

- 13 Zhang Yinfen, Pan Hongbin, Xie Liqing et al. The DL-alanine ESR Dosimeter in the Radiation Processing. *Radiat Phys Chem*, 1990, 35(4~6):783~788
- 14 Xie Liqing, Zhang Yinfen, Dai Jinxian et al. Uses of

Polymer-Film/ESR Dosimeters in Dosimetry of Ionizing Radiation. *Radiat Phys Chem*, 1993, 42(4~6):837~840

Progress on Radiation Processing by Electron Beam

GU Hongchun GU Yongbao LAN Liqiao LI Fengmei LIU Xiaoguang
QIAN Simin WANG Ying XIE Lichun ZHANG Yinfen

(*Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University,
Beijing Radiation Center, Beijing 100875*)

Abstract The main recent progress on radiation processing by electron beam-electron irradiation modification on silicon power devices, radiation crosslinking of wires and cables by electron beam and dosimetry for radiation processing are described.

Key Words radiation processing electron beam irradiation modification radiation crosslinking dosimetry

(上接第195页)

Formation Mechanism of Surface Ceramics on Aluminum Alloy with Micro Arc Oxidation

DENG Zhiwei LAI Yongchun XUE Wenbin
CHEN Ruyi SONG Hongwei

(*Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University,
Beijing Radiation Center, Beijing 100875*)

Abstract With micro-arc oxidation, a ceramic oxidizing layer with the fare thickness and the high density is formed on aluminum alloys. In the work, the formation mechanism of surface ceramics on aluminum alloys with micro-arc oxidation are suggested, based on the experimental data.

Key Words micro-arc oxidation surface ceramics wear-resistance