

РЕАЛИЗОВАННЫЕ И РАЗРАБАТЫВАЕМЫЕ РАДИАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В ИФХЭ РАН

Ю.С. Павлов, Б.Г. Ершов, Ю.Л. Фоменко, А.А. Поляков

Экономика знаний, которая создается в нашей стране, заключается в коммерциализации инновационных разработок, а не только в фундаментальных исследованиях. В 2010-2013 гг. проведена кампания по формированию инновационного имиджа ИФХЭ РАН среди 50 предприятий России – потребителей электронно-лучевых технологий в своем производстве. Разработаны методики и технологические регламенты инновационных технологий. На основе разработанных установок и технологий ИФХЭ РАН оказывает технологические услуги по электронно-лучевой обработке = ✦ стерилизации медицинских изделий однократного применения и лекарственных средств; ✦ модификации полупроводниковых приборов; ✦ обработке реагентов-разжижителей нефти для закачки в скважины; ✦ модификации полимерных изделий и пленок; ✦ обработке термоусаживаемых труб для нефтяной промышленности; ✦ модификации драгоценных камней и др. ✦ ведется разработка режимов обработки пищевых продуктов (Таблица 1).

Основные направления работ: ▶ создание комплекса из 5 радиационных установок коллективного пользования ИФХЭ РАН для проведения инновационных работ в области электронно-лучевых технологий; ▶ создание новых радиационно-технологических установок для обеспечения внедренных и разрабатываемых технологий; ▶ разработка систем формирования электронных пучков с энергией $1\div 10$ МэВ, средним током до 10 мА (до 150 А в импульсе) в широком диапазоне длительностей импульсов (мкс÷нс); ▶ разработка электрооптических систем диагностики параметров РТУ; ▶ изучение воздействия ионизирующих излучений и электромагнитных импульсов на изделия нанoeлектроники; ▶ изучение параметров радиационно-индуцированной электропроводности при производстве инновационных материалов спецтехники; ▶ улучшение временных характеристик полупроводниковых приборов нанoeлектроники под действием ионизирующих излучений.

Разработанные технологии основаны на многолетних исследованиях и опыте сотрудников ИФХЭ РАН, ЗАО "ВЗПП-Микрон", ООО "ЭРГ" и предприятий указанных в таблице 1. Рассмотрим кратко некоторые полученные результаты внедренных и перспективных электронно-лучевых технологий.

Таблица 1. Разработанные технологии и установки для их реализации

Пользователь технологий	Ускорители ИФХЭ РАН	Область применения услуг
ЗАО "ВЗПП-Микрон" - Воронеж; ЗАО "ОКБ Микроэлектроники" - Калуга; ООО "НПП ТЭЗ" Моск. обл.; ФГУП "НПП "Пульсар" - Москва... всего 8 предприятий	"Электроника УЭЛВ-10-10-С-70" = 7,5 МэВ, 10 кВт (магнетрон 10 МВт, 22 кВт)	Радиационная обработка полупроводниковых материалов и приборов Радиационная обработка кристаллических материалов и наноматериалов
ООО "ЭРГ" - Санкт-Петербург ОАО "НИИ-Медполимер" - Москва... всего 5 предприятий	"Электроника УЭЛВ-10-15-Т-1" = 8 МэВ, 15 кВт (магнетрон 10 МВт, 30 кВт); УРТ-1 = 1 МэВ, 1 кВт (генератор на SOS-диодах)	Радиационное модифицирование полимеров (термоусаживаемые изделия специальной формы - трубки, кабельные перчатки, изоляторы, капы и т.д.) радиационное модифицирование полимерных пленок
ООО "Индикон Н" - Новосибирск; ООО "Коммед" - Ставрополь; ООО "МИЦ СПФ" - Новокузнецк; ОАО "Эфкон" - Саров, Нижегородская обл.; ООО "МиниМед" - Брянск... всего 25 предприятий		Стерилизация медицинских изделий однократного применения (одежда медицинская, бинты, салфетки, перчатки, катетеры, шприцы, импланты и т.д.); лекарственных средств (иммуноглобулин, альгипор, гидроксиапатит и т.д.); лекарственного сырья (эхинацея, имбирь, валерьяна и т.д.)
ООО "Славянская аптека" Владимирская обл.; ООО "Инновация.Ру" - Екатеринбург; ЗАО "Смерфит Каппа СПб" Ленинградская обл.... всего 6 предприятий	"Электроника УЭЛВ-10-20-С-70-1" = 8,5 МэВ, 20 кВт (магнетрон 10 МВт, 50 кВт)	Электронно-лучевая обработка упаковочных материалов для медицины, фармацевтической, косметической и пищевой промышленности (флаконы, пакеты, упаковки, контейнеры и т.д.)
ОАО "АОВК" - Архангельск; ООО "КоролёвФарм" Моск. обл.; ООО "Топинамбур" Тверская обл.,... всего 9 предприятий		Разработка методик обработки пищевых продуктов, пищевого сырья (хитозан, коллаген, сычужные ферменты и т.д.); добавок к пище (модифилан, бальзамы, фиточай и т.д.)

Использование для перечисленных целей одного ускорителя недостаточно, требуются несколько установок с разными параметрами и типами конвейеров. Кроме этого по техническим причинам работа на одной установке малоэффективна с экономической точки зрения из-за простоев для ремонта и профилактики отдельных узлов, что не позволяет в полной мере и качественно удовлетворять запросы заказчиков. ИФХЭ РАН предоставляет услуги по электронно-лучевой обработке с применением современной радиационной базы, включающей в себя четыре линейных ускорителя электронов с энергией 1-7,5-8-8,5 МэВ с мощностью в пучке соответственно 1-10-15-20 кВт.

Электронно-лучевое модифицирование полупроводниковых материалов и приборов. Одним из основных направлений деятельности ЗАО «ВЗПП-Микрон» является разработка мощных силовых приборов, таких как: ультрабыстрые диоды, IGBT транзисторы, тиристоры. Одними из основных параметров всех силовых приборов являются динамические характеристики силовых приборов, которые определяют предельную частоту на которой могут работать данные приборы в конечных устройствах преобразования электроэнергии. Предельная частота, на которой могут работать мощные полупроводниковые приборы – диоды, транзисторы и тиристоры – ограничивается, как правило, мощностью потерь, выделяемых в приборах при прохождении через них тока в проводящем состоянии (статические потери) и при включении и выключении (динамические потери), причем потери при выключении, как правило, значительно больше потерь при включении. Уменьшение всех этих потерь является одной из ключевых проблем при разработке и усовершенствовании всех мощных полупроводниковых приборов. В любом мощном полупроводниковом приборе с p^+Nn^+ -переходами имеется широкая слаболегированная N-область (база), обычно n-типа проводимости, заключенная между двумя сильнолегированными p^+ - и n^+ -областями дырочного и электронного типа проводимости, соответственно. При приложении внешнего напряжения (плюс на p^+ -слое) через p^+Nn^+ -структуру протекает ток, сопровождающийся инжекцией в N-базу электронов и дырок и образованием в ней квазинейтральной электронно-дырочной плазмы с высокой проводимостью. При перемене полярности внешнего напряжения (минус на p^+ -слое) протекание обратного тока сопровождается выносом из плазмы электронов и дырок; когда концентрация плазмы у p^+N -перехода уменьшается практически до нуля, переход смещается в запиорном направлении, и около него формируется область объемного заряда (ООЗ), граница которой движется в сторону n^+N -перехода. Сопротивление p^+Nn^+ -перехода при этом быстро возрастает, а обратный ток уменьшается. В дальнейшем величина обратного тока определяется процессом диффузии дырок из плазмы, остающейся в нейтральной части N-базы, к границе ООЗ и спадает, в основном, по мере рекомбинации этой плазмы. Процесс рекомбинации определяется концентрацией и электрофизическими параметрами рекомбинационных центров в N-базе, создающих глубокие уровни в запрещенной зоне полупроводника, и описывается уравнением $n = n_0 e^{-\frac{t}{\tau}}$, где n – текущее значение концентрации носителей, n_0 – начальное значение концентрации, t – время, τ – так называемое время жизни носителей, равное времени уменьшения исходной концентрации в e раз. Время жизни τ обратно пропорционально концентрации рекомбинационных центров. Таким образом, обратный ток при переключении диодной p^+Nn^+ -структуры из

прямого смещения на обратное сначала резко нарастает до тех пор, пока концентрация плазмы у p^+N -перехода не уменьшится до нуля, а затем более плавно спадает вплоть до очень малой величины, определяемой током утечки обратно смещенного p^+N -перехода. Поскольку часть этого процесса протекает в условиях, когда к прибору приложено значительное напряжение и при этом протекает большой ток, т.е. выделяется большая тепловая энергия, именно этот процесс, в основном, определяет предельную рабочую частоту мощных полупроводниковых приборов. Величину и длительность протекания обратного тока можно уменьшить, уменьшив концентрацию плазмы в N-базе путем увеличения концентрации рекомбинационных центров, т.е. уменьшением τ . Однако понижение концентрации хорошо проводящей плазмы в N-базе приводит к возрастанию остаточного напряжения на p^+Nn^+ -структуре при прохождении прямого тока, т.е. к росту потерь на этой стадии процесса. Поэтому при изготовлении мощных полупроводниковых приборов необходимо создавать строго определенную концентрацию рекомбинационных центров в N-базе приборов, обеспечивающую минимальные потери.



Рис. 1. Кремниевые полупроводниковые пластины с заготовками приборов после электронно-лучевой обработки

Для создания рекомбинационных центров на ЗАО «ВЗПП-Микрон» наряду с традиционными методами создания рекомбинационных центров таких как диффузия Au и Pt в последние годы широко используется метод создания рекомбинационных центров электронным облучением, что позволило создавать строго определенную концентрацию рекомбинационных центров в N-базе приборов и получать динамические параметры приборов в узком диапазоне значений. Этот метод применяется при производстве ультрабыстрых диодов как самостоятельный метод формирования рекомбинационных центров, так и вместе с диффузией Pt для получения значений времени обратного восстановления в узком диапазоне.

В таблице 2 приведены значения времени обратного восстановления до и после электронного облучения, при формировании центров рекомбинации только электронным облучением для 600В ультрабыстрых диодов.

Таблица 2. Время обратного восстановления до и после электронного облучения

№№ п/п	№партии	Время до облучения, нс	Доза, кГр	Время после облучения, нс
2Д641В-5				
1	177	350-550	400	46-52
2	192	400-540	400	48-54
3	196	400-570	400	46-53
2Д640В-5				
5	178	520-540	400	46-51
5	190	510-550	400	52-54
6	198	510-600	400	52-54
2Д663А-5				
7	211	520-580	400	46-50

В таблице 3 приведены значения времени обратного восстановления до и после электронного облучения, при формировании центров рекомбинации диффузией Pt и электронным облучением для 600В ультрабыстрых диодов.

Таблица 3. Время обратного восстановления до и после электронного облучения

№№ п/п	№ партии	Время до облучения, нс	Доза, кГр	Время после облучения, нс
КД0860SF				
1	277	36-38	490	28-29
2	279	38-48	500	28-29
3	280	40-48	590	27-28
4	281	36-38	590	27-29
КД0860UF				
5	290	56-58	100	42-45
6	291	75-80	140	40-44
7	292	75-90	140	45-47
8	295	68-80	120	45-49
9	299	67-79	120	43-48
10	301	75-85	130	41-43
11	305	72-89	140	45-48
КД01060UF				
12	321	57-65	100	42-45
13	360	58-75	120	42-45
КД01560UF				
14	324	52-89	140	40-47
15	342	75-80	140	40-43
16	363	75-90	140	45-48
17	375	65-80	120	43-49
18	379	64-78	120	43-46
19	390	76-88	130	41-44
КД02560UF				
20	223	80-95	150	44-48

В таблице 4 представлены значения параметра инверсного коэффициента усиления n-p-n транзистора β_{inv} до и после проведения процесса электронно-лучевой обработки пластин изделий при дозе D=105 кГр.

Таблица 4. Изменение коэффициента β_{inv} до и после электронно-лучевой обработки

№№ п/п	№ пластины	Значение β_{inv}	
		до обработки пластин	после обработки пластин при дозе D=105 кГр
1	6	6,2-7,3-7,2-6,3-5,2	0,55-0,6-0,6-0,55-0,5
2	9	13-7,5-12-8,2-8,3	1,2-0,7-1,1-0,8-0,8
3	2	7,8-5-3,8-4,2-9	0,75-0,4-0,35-0,4-0,8
4	4	8,2-9,5-12-14,2-8,5	0,8-0,9-1,1-1,3-0,8
5	1	3,7-19-5,3-5,2-6,5	0,35-2-0,5-0,5-0,6
6	10	3,8-4,1-5,2-4,2-5,8	0,35-0,4-0,5-0,4-0,55
7	5	22-12-12-21-9	2,0-1,0-1,1-2-0,8
8	7	7,2-20-11-4,7-17	0,7-2,2-1,2-0,4-1,6

Электронно-лучевое воздействие на полупроводниковую структуру интегральных схем применяют для улучшения динамических параметров приборов (времени включения, выключения и т.д.). Полученные по диффузионной технологии или с помощью ионной имплантации биполярные кремниевые полупроводниковые приборы обладают значительной инерционностью. Это снижает их быстродействие. В основе эффекта инерционности (низкого быстродействия) лежит физический процесс накопления и рассасывания заряда неравновесных носителей в базе структуры при прохождении электрического тока. После радиационной обработки резко понижаются такие параметры как коэффициенты усиления по току как прямой, так и инверсный, для восстановления требуется отжиг в течение определенного времени. При длительном отжиге структура возвращается в исходное состояние.

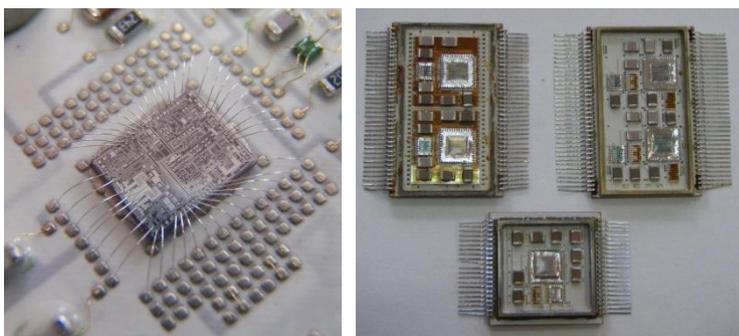


Рис. 2. Полупроводниковые приборы изготовленные из радиационно-модифицированных полупроводниковых пластин

Радиационные дефекты, образующиеся при радиационной обработке, влияют на электрические свойства кремния подобно центрам рекомбинации, что позволяет улучшить динамические параметры прибора. Однородное распределение концентрации рекомбинационных центров и, следовательно, времени жизни носителей τ вдоль оси прибора во многих случаях не является оптимальным, и при разработке современных силовых приборов в настоящее время используются методы радиационного

облучения позволяющие получать профильное распределение центров рекомбинации. Это облучение протонами и облучение электронами с различной энергией в одном процессе. Перспективные направления разработок: создать инновационные полупроводниковые материалы и приборы на их основе с использованием новых методик электронно-лучевой обработки и специальных режимов отжига. Образующиеся при этом радиационные дефекты изменяют электрические свойства кремния подобно центрам рекомбинации, что позволяет улучшить динамические параметры полупроводниковых приборов.

Технология модификации драгоценных и полудрагоценных камней и минералов пучком ускоренных электронов позволяет изменять их физико-химические свойства. Модификация камней проводится на технологической установке, включающей в себя линейный ускоритель электронов с энергией 10 МэВ, средним током 1,2 мА, конвейер барабанного типа с цилиндрической кюветой высотой 45 см, внешним диаметром 42 см и внутренним диаметром 40 см. Одновременно облучаются партии камней весом до 1 кг. Кювета имеет проточную водяную систему охлаждения. Электронно-лучевой обработке при флюенсах до 10^{18} эл/см² подвергались различные камни, включая топаз, нефрит, жадеит, скаполит, агат, турмалин, кварц, берилл, циркон, алмаз.

Электронно-лучевая обработка технических, импактных алмазов при флюенсе $5 \cdot 10^{16}$ эл/см² с последующим отжигом приводит к повышению прочности алмазов. Специальный режим отжига алмазов проводился при температуре эквивалентной вжиганию алмазов в буровой инструмент. Перспективное направление работ: путем многократных электронно-лучевых обработок при специально подобранных режимах при одновременном воздействии различных других факторов в сочетании с чередованием режимов отжига получать микро-нано-фракции камней.

Цвет камней определяется не химическим составом, а дефектами их кристаллической структуры. Облучение камней высокоэнергетическими электронами приводит к образованию цветных центров, создавая дефицит (или избыток) электронов в пределах кристаллической структуры. Свободные электроны взаимодействуют с пропускаемым через камни светом и избирательно поглощают определенные спектральные участки. В результате у облученных камней появляются различные цветовые оттенки в видимом диапазоне спектра. Совершенно черным нефрит становится при флюенсе $2 \cdot 10^{17}$ эл/см². Причем процесс почернения происходит монотонно и стабильно, практически не меняется от образца к образцу. На процесс модификации нефрита не сказывается ни сорт камней, ни месторождение, из которого он взят. Окраска топаза в голубой цвет достигается при флюенсе $1,2 \cdot 10^{16}$ эл/см², причем густота интенсивности окраски зависит от конкретной величины дозы, технологии облучения и состава примесей. Электронно-лучевой обработке подвергались топазы из месторождений

России, Бразилии, Шри-Ланки, Мьянмы, Индии и Монголии. Камни из Волынского месторождения на Украине поддаются радиационной обработке при наименьших поглощенных дозах.



Рис. 3. Электронно-лучевая модификация топазов при разных дозах облучения

Радиационное модифицирование полимеров. Вся кабельная арматура фирмы «ЭРГ» основана на технологии поперечносшитых полимеров с пластической памятью формы. В сравнении с обычными полимерами эти полимеры обладают улучшенными механическими свойствами, химической и термической стойкостью.

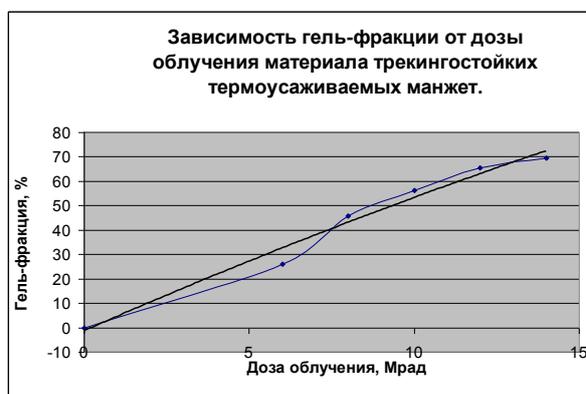
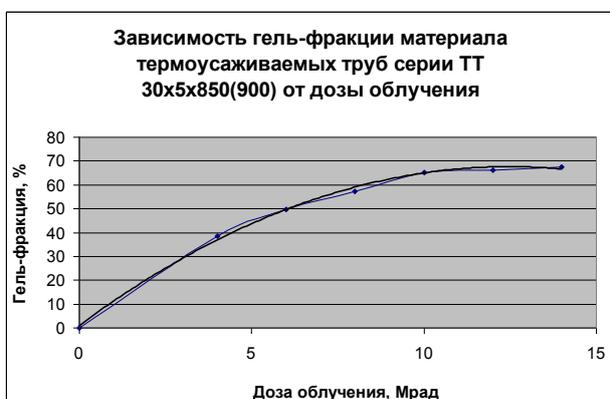


Рис. 4. Зависимость гель-фракции термоусаживаемых изделий от дозы

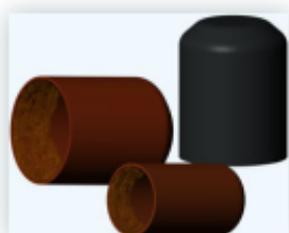


Рис. 5. Оконцеватели герметизирующие термоусаживаемые. Предназначены для временной герметизации концов кабелей, стальных и полиэтиленовых труб, исключают попадание внутрь влаги и вытекание пропиточного состава.



Рис. 6. Концевые термоусаживаемые муфты наружной и внутренней установки предназначены для оконцевания трех и четырех жильных силовых кабелей на напряжение до 10 кВ. Устанавливаются на открытом воздухе и в помещении, в том числе в качестве мачтовых. Диапазон допустимых температур окружающей среды от -50° до $+50^{\circ}\text{C}$, а также при относительной влажности до 98% и температуре до 35°C



Рис. 7. Соединительные термоусаживаемые муфты предназначены для соединения многожильных силовых кабелей. Муфты устанавливаются в земле, тоннелях, каналах и других кабельных сооружениях, при температуре окружающей среды от -50° до $+50^{\circ}\text{C}$, а также при относительной влажности до 98% и температуре до 35°C .

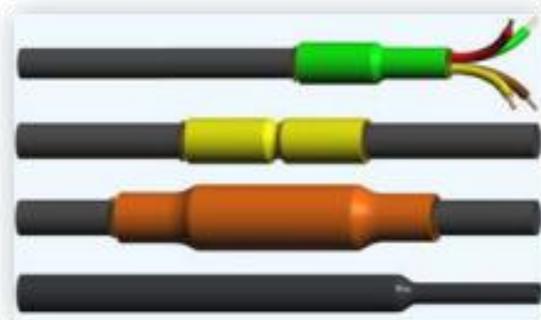


Рис. 8. Термоусаживаемые изолирующие трубки. Предназначены для выполнения покровной изоляции кабелей и проводов с наружным диаметром до 90 мм. Используются также для изготовления бандажей пучка проводов, фиксирующих и изолирующих чехлов для сборки электродвигателей, защитного и декоративного покрытия поручней и т.д

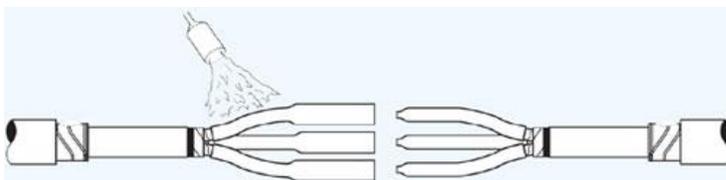


Рис. 9. Жильная трубка используется для восстановления изоляции жил обладает масло- и трекингоустойкими свойствами.

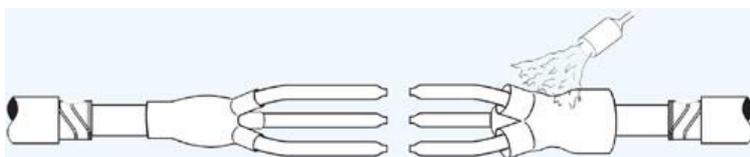


Рис. 10. Высоковольтная перчатка используется для герметизации кабеля, обладает трекингоустойкими свойствами

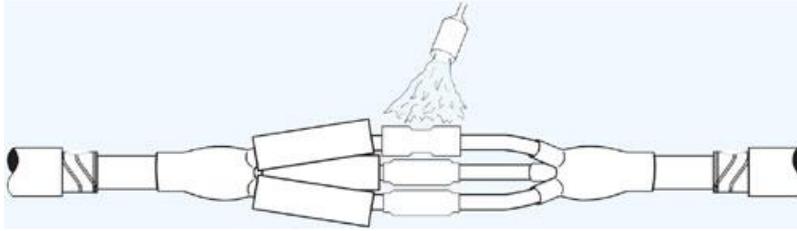


Рис. 11. Подкладная манжета используется для уплотнения пластины-регулятора, сглаживания неровностей.



Рис. 12. Внутренний термоусаживаемый кожух используется для уплотнения герметиков, обладает гидрофобными и маслостойкими свойствами.

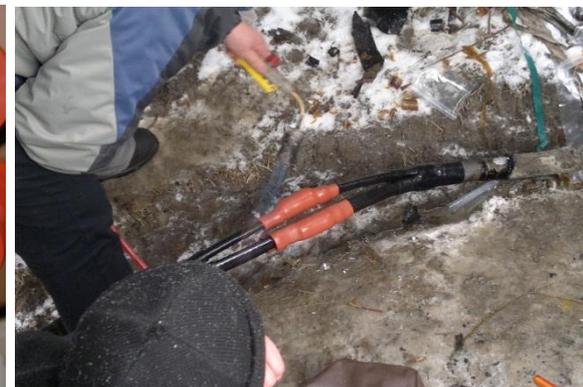


Рис. 13. Монтаж термоусаживаемых муфт, кожухов и изолирующих манжет на электрические кабели.

Разработаны рецептуры полимерных композиций, подобраны оптимальные дозы и схемы облучения, которые позволяют растягивать заготовки термоусаживаемых элементов комплектов кабельной арматуры в 5,5-5,7 раз. Эти детали могут иметь сложную конфигурацию (кабельные перчатки) и переменные толщины стенок от 1 до 7мм, однако, разработанная технология позволяет получить необходимую

равномерность сшивки по объему детали. Суммарные поглощенные дозы колеблются в диапазоне от 80 до 200 кГр.

Муфты «ЭРГ» обладают высокой механической прочностью, стойкостью к воздействию окружающей среды, ультрафиолетовому излучению и воздействию различных химикатов. Муфты успешно прошли испытания по ГОСТ 13781.0-86 в АНОЦ «Секаб», полностью соответствуют требованиям Гостандарта России и имеет сертификат № РОСС RU.МЕ80. Н01546 на концевые муфты типов КВТп и КНТп и на соединительные муфты типа СТп, выданный на основании протоколов испытаний, проведенных в испытательном центре ОАО «ВНИИКП».

Перспективные направления работ по электронно-лучевой модификации полимеров: ➤ на основе серийных марок полимеров за счет электронно-лучевой модификации и добавок создать материалы для термоусаживаемых изделий с повышенной чувствительностью к облучению для ускорения и регулирования процесса пространственной сшивки полимера, при этом обеспечить защиту полимера в течение 30 лет в условиях эксплуатации (атмосферные воздействия, влагонасыщенные грунты, солнечная радиация, протекание электрического тока с разогревом оболочек до 80 градусов и т.п.) для всех климатических зон СНГ и Европы; ➤ на основе каучуков разработать композиции и режимы электронно-лучевой вулканизации материалов деталей "холодной" усадки при комнатной температуре без нагрева для применения в шахтном оборудовании и метрополитене; ➤ на основе фторполимеров разработать композиции и режимы электронно-лучевой сшивки термоусаживаемых изделий для эксплуатации при повышенных температурах, в агрессивных средах в нефтедобывающей промышленности, фармакологии и медицине. ⇒

На рис. 14-16 показаны ускорители и СВЧ-генераторы, применяемые на радиационно-технологических установках ИФХЭ РАН



Рис. 14. Ускоритель типа "Электроника"- энергия 8,5 МэВ, мощность в пучке 20 кВт

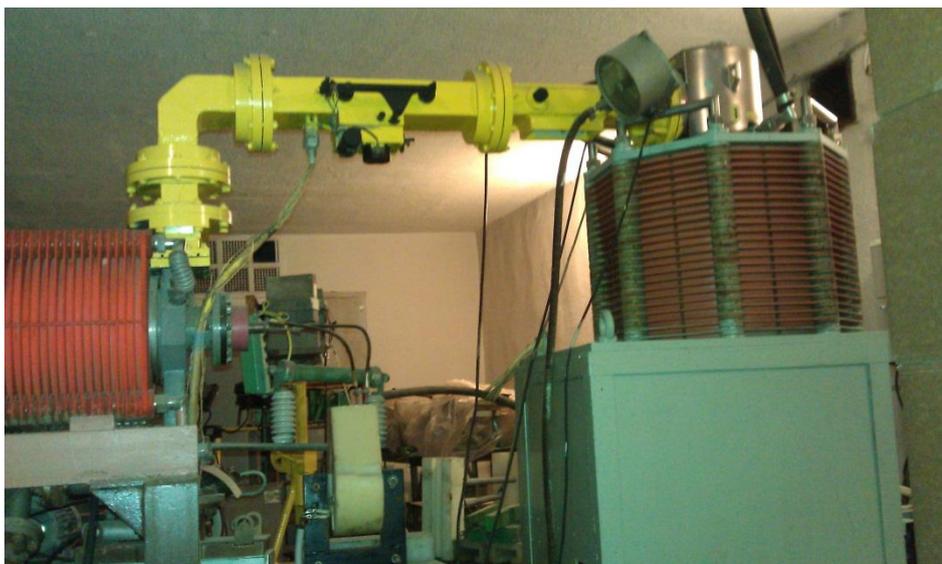


Рис. 15. Магнетронный СВЧ-генератор - импульсная мощность 10 МВт, средняя мощность до 50 кВт



Рис. 16. Фактическая долговечность магнетронов ФГУП "НПП "Торий", применяемых на радиационно-технологических установках ИФХЭ РАН составляет 5000÷7500 часов

Приемочный дозиметрический контроль и контроль при пуско-наладочных работах на радиационно-технологических установках проводится при замене или модернизации узлов установки приводящей к изменению наиболее важных режимов работы установки, например, при замене магнетрона, магнита развертки, транспортной системы с целью контроля ее метрологических характеристик: ⇨ измерения и контроля наиболее вероятной энергии электронов; ⇨ измерения ширины развернутого пучка в зоне облучения; ⇨ измерения скорости движения транспортного устройства с продукцией; ⇨ определения воспроизводимости работы установки. При отработке режима радиационной стерилизации проводят ⇨ измерение распределения ПД по всему объему блока (ящика) с продукцией для конкретного режима работы установки; ⇨ определение минимального и максимального значений ПД и погрешности их измерения; ⇨ проверку соответствия полученных значений ПД требованиям регламентирующим радиационный процесс с

последующей коррекцией режимов облучения; ➡ установка параметров периодического и текущего контроля радиационного процесса. По результатам предварительных исследований РТУ устанавливается режим работы ускорителя и транспортного устройства обеспечивающий облучение продукции заданной дозой и производят облучение продукции. При этом осуществляют непрерывный контроль режимов работы установки (скорости конвейера, длительности импульсов, частоты посылок, тока пучка монитора-коллектора электронов, частоты развертки пучка электронов, ширину развертки пучка электронов). Поглощенная доза определяется с помощью пленочных детекторов.

Опыт работы ИФХЭ РАН, ЗАО "ВЗПП-Микрон", ООО "ЭРГ" и связанных с нами коллег по бизнесу в области электронно-лучевых технологий показал перспективность и значимость полученных результатов, их важность и финансовую окупаемость. Наш творческий коллектив, разрабатывая совместные проекты, ищет финансовых спонсоров для взаимовыгодного частно-государственного партнерства в деле внедрения инновационных электронно-лучевых технологий в народно-хозяйственный комплекс России.