

绝缘材料抗金属污染性能

刘存兄,倪邦发,田伟之,王平生,张桂英,黄东辉,张兰芝,刘立坤

(中国原子能科学研究院 核物理研究所,北京 102413)

摘要:使用 HI-13 串列加速器产生的³²S 离子对不同厚度的聚酯膜进行不同密度的辐照,并在不同温度、不同碱度和不同蚀刻时间条件下,针对蚀刻对孔形状、孔径以及膜表面损耗的影响等进行了研究。在蚀刻后的样品表面镀金属膜,对镀膜后样品的抗金属污染的绝缘性能进行了研究。结果显示,核孔的存在使材料抗金属污染的绝缘性能得到了大幅提高。

关键词:核径迹;绝缘性能;抗金属污染

中图分类号:TL815.7

文献标志码:A

文章编号:1000-6931(2009)03-0275-04

Anti-metallic Contamination of Insulating Materials With Surface Modification by Nuclear Pore

LIU Cun-xiong, NI Bang-fa, TIAN Wei-zhi, WANG Ping-sheng, ZHANG Gui-ying,
HUANG Dong-hui, ZHANG Lan-zhi, LIU Li-kun

(China Institute of Atomic Energy, P.O. Box 275-50, Beijing 102413, China)

Abstract: Polyester membranes with different thickness were bombarded by ³²S ions from the HI-13 tandem accelerator of China Institute of Atomic Energy. The bombarded membranes with different densities of tracks were etched at different conditions, such as etching time, concentration of sodium hydroxide solution and temperature. The effects of etching condition on the pore shape and pore size were also investigated. The insulating capability of anti-metallic contamination of treated membranes was evaluated by using silver coatings. The results indicate that the insulating capability of nuclear pore-modified materials in anti-metallic contamination is greatly improved.

Key words: nuclear track; insulating property; anti-metallic contamination

绝缘材料表面在受到导电材料污染时,绝缘性能便会遭到破坏,例如,金属粒子蒸发或溅射到绝缘体的表面时,绝缘性能会显著下降,达不到绝缘效果。针对来自导电材料的污染,常规的解决方法是将绝缘体表面制成

波纹形状以增大绝缘体表面积,然而,这种方法往往达不到理想的效果。采用重粒子照射和蚀刻径迹技术处理云母表面,当表面径迹孔的孔隙率为 70%~220%时,云母抗金属污染的绝缘性能得到大幅提高^[1]。本工作应

用固体核径迹技术和蚀刻技术研究聚酯膜在高压环境下抗金属污染的超绝缘性能。

1 实验过程和方法

1.1 辐照实验

分别选用厚度为 19、50 和 75 μm 的聚酯膜,用重离子 ^{32}S 在 HI-13 串列加速器上进行辐照。为获得分布均匀、高密度的重离子径迹,在辐照靶窗前安装了 1 个直径为 26 cm 的不锈钢筒,将聚酯膜固定在钢筒的外表面,使用变速马达带动不锈钢筒,不锈钢筒按照一定速度作匀速转动,从而获得密度为 10^9 、 10^8 和 10^7 cm^{-2} 的径迹膜。

离子能量的选择主要依据能量和射程的关系。用 ENLOSS 程序计算出 ^{32}S 的能量与在聚酯膜中的投影射程、径向长度和纵向长度的对应关系(表 1)。根据样品膜的厚度、所需的径迹深度和离子在到达靶窗和在靶窗上的损失,选择合适的离子能量。在辐照 19 μm 的聚酯膜时,选择的离子能量为 140 MeV, 50 和 75 μm 时,离子能量为 160 MeV。

表 1 ^{32}S 离子能量与在聚酯膜中的投影射程、径向长度和纵向长度的对应关系

Table 1 Relation between ^{32}S ion energy and range

离子能量/ MeV	投影射程/ μm	径迹纵向长度/ μm	径迹径向长度/ nm
140	52.10	1.69	497.9
150	56.80	1.81	519.4
160	61.66	1.94	541.5

根据辐照密度选择适当的离子流强,由流强和辐照密度来控制照射时间。单位时间、单位面积上照射的离子数 ρ_{μ} 为:

$$\rho_{\mu} = I/s \quad (1)$$

其中: I 为单位时间内的离子数; s 为照射面积。

照射时间 t 为:

$$t = \rho/\rho_{\mu} = \rho s/I \quad (2)$$

其中: ρ 为辐照密度,由孔隙率计算得出。

1.2 蚀刻实验

由于高能重离子在穿过聚酯膜时,部分能量沉积在膜上,损坏了分子、原子间的化学键,形成潜径迹,潜径迹在一定的温度和碱度

条件下被腐蚀成孔或蚀坑。然而,在不同温度、不同蚀刻时间和不同浓度的 NaOH 溶液条件下,所获得的径迹孔的大小和形状有差异^[2-3]。如果照射离子穿透样品,经蚀刻后会得到近柱形孔;若离子未穿透样品,蚀刻后径迹可能呈现锥形或条形坑。通常蚀刻温度为 55~70 $^{\circ}\text{C}$ 。

经离子辐照后的样品膜用紫外灯照射,膜上潜径迹中的辐射分解产物在含氧的环境中发生光致氧化作用,潜径迹被加深和扩展,其效应相当于用更重的离子照射^[4]。因此,在蚀刻处理前先用紫外灯照射样品更有利于后期处理。对辐照过的样品用 350 nm 的紫外灯照射 2~2.5 h。

图 1 示出在一定 NaOH 溶液温度和浓度条件下,蚀刻时间与径迹孔径的关系。由图 1 可见,蚀刻时间越长,径迹孔径越大。同样的样品在高温和低温下蚀刻相同时间,高温下的径迹孔径大于低温下的径迹孔径。

图 2 示出蚀刻后膜样品的电子扫描电镜图。图 2 表明,在一定温度和浓度下的 NaOH 溶液中,将辐照过的样品蚀刻一定时间后,样品表面的潜径迹便会形成具有一定深度、大小和形状的孔。

图 3 示出辐照密度为 10^8 cm^{-2} 时,径迹孔随蚀刻时间的变化曲线。由图 3a 可见,蚀刻时间太短,径迹孔的孔径和孔深均很小,由于孔隙率小于 70%,污染很薄的 1 层金属后便会导通成为导体。由图 3d 可见,蚀刻时间过长,孔隙率大于 220%,样品表面的损耗很严重,径迹孔因严重重叠而模糊,金属污染后的情况与图 3a

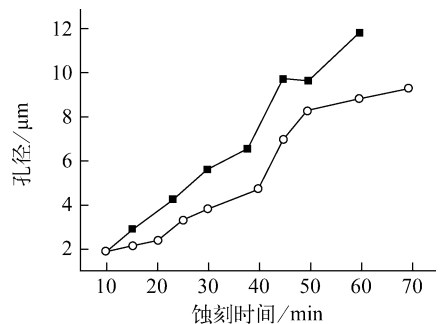


图 1 孔径随蚀刻时间的变化

Fig. 1 Pore size change with etching time

■——70 $^{\circ}\text{C}$, 6.5 mol/L; ○——65 $^{\circ}\text{C}$, 6.5 mol/L

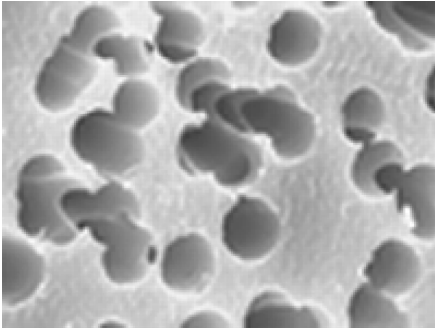


图2 蚀刻后的径迹扫描电镜图

Fig. 2 SEM image of track etched

相似。当蚀刻时间适中时,径迹孔具有一定的孔径和孔深(图3b、c),绝缘材料才能有好的抗金属污染的绝缘能力。

2 抗金属污染的绝缘性能

为检验辐照蚀刻处理后样品是否具有抗金属污染的能力,采用离子蒸发的方法在径迹密度为 10^9 、 10^8 和 10^7 cm^{-2} 的样品上镀不同厚度的银和钛,镀层厚度为 $0.1\sim 0.5$ μm 。同时,对

未经处理的聚脂膜表面镀厚度约为 0.06 μm 的银。图4是辐照密度为 10^8 cm^{-2} ,蚀刻时间分别为18、42和90 min的聚酯膜镀银后的扫描电镜图。图4a由于蚀刻时间太短,孔隙率小于70%,因而抗金属污染的绝缘性能较差;图4c的蚀刻时间太长,孔隙率大于220%,表面损耗太大,孔的深度太浅,因而抗金属污染的绝缘性能亦不很佳;图4b的抗金属污染的绝缘性能较好。

采用普通欧姆表和ZC-8欧姆表对镀银样品的电阻进行测量,分别在1、5 kV的高压下,测定了膜样品(2 cm \times 2 cm)的电阻(两点之间的距离为1 cm),每个样品随机测量两个位置。测量结果显示,未经任何处理的原聚酯膜、重离子辐照后的膜和经过蚀刻后的膜材料的电阻均为无穷大。但未经辐照处理的膜镀银 0.06 μm 时则变为导体,用普通欧姆表测量,其电阻为零。经辐照蚀刻处理后的膜镀银 0.144 μm ,聚脂膜样品的所有测量值均大于 10^{11} Ω 。电阻测量结果列于表2。

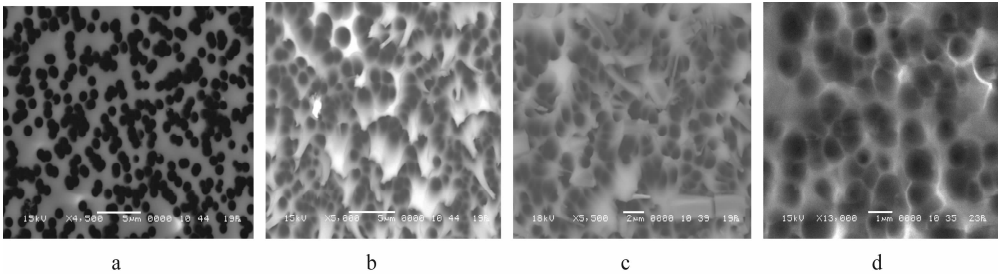


图3 相同辐照密度下径迹孔随蚀刻时间的变化

Fig. 3 Pore size change with etching time at same irradiation density

蚀刻时间:a—18 min;b—27 min;c—42 min;d—90 min

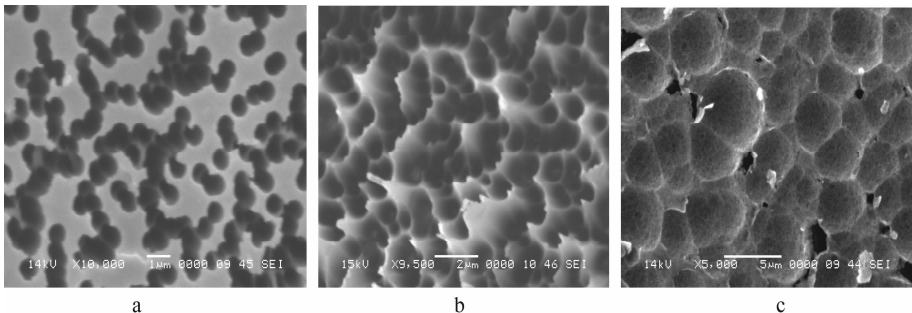


图4 镀银后样品表面的扫描电镜图

Fig. 4 SEM images of silver coated film at different etching conditions

蚀刻时间:a—18 min;b—42 min;c—90 min

表 2 镀膜与未镀膜材料的电阻测量结果
Table 2 Resistance values of irradiated film and unirradiated film

样品制备条件	镀层厚度/nm	样品电阻/ Ω		
		普通欧姆表	ZC-8(1 kV)	ZC-8(5 kV)
未辐照		$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
未辐照, 镀银	60	0	0	0
辐照(总剂量 10^8 cm^{-2})		$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
辐照后蚀刻		$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
辐照, 蚀刻, 镀不同厚度银	100	$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
	144	$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
	200	$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
	300	$>10^8$	$>10^{11}$	$>10^{11}$
辐照, 蚀刻, 镀不同厚度钛	400	$>10^8$		
	500	$>10^8$		

从表 2 可见, 未处理的膜镀银 60 nm 后成为导体, 经辐照蚀刻处理过的膜镀银不大于 144 nm 时在 5 kV 的高压下电阻仍大于 $10^{11} \Omega$ 。

辐照蚀刻处理过的样品的绝缘性能与金属镀层厚度密切相关, 镀银厚度达 400 nm 时绝缘性能已消失。

3 结果与讨论

图 4b 是 1 片径迹密度为 10^8 cm^{-2} 、蚀刻时间为 42 min、镀银厚度为 144 nm 的膜, 在高压 5 kV 下, 电阻大于 $10^{11} \Omega$ 。因此, 经重离子辐照和蚀刻处理后, 绝缘膜在抗金属污染能力方面有了显著的提高。

然而, 在实验中发现, 当两电极相距很近时, 电阻在某些实验点便减小。这可能缘于束流品质。还有一种情况也会影响绝缘体抗金属污染的绝缘性能, 即蚀刻孔径。蚀刻孔径越大, 抗导电性能越好。本工作使用的是孔径为 2~3 μm 的膜。同时, 蚀刻孔的形状也会影响绝缘性能。一般来说, 柱形孔和条形孔的抗金属污

染的绝缘性能好于锥形孔。

本工作在样品辐照过程中得到北京串列加速器核物理国家实验室同仁的大力支持, 许国基研究员在金属镀膜过程中提供了大力协助, 在此表示衷心感谢。

参考文献:

- [1] FISCHER B E, ALBRECHT D, SPOHR R. Preparation of superinsulating surfaces by the nuclear track technique[J]. Radiation Effects, 1982, 65: 143-144.
- [2] LUCK H B, GEMENDE B, HEINRICH B. Solvent-induced sensitization of particle tracks in polyester[J]. Nucl Tracks Radiat Meas, 1991, 19(1-4): 189-195.
- [3] TOMBRELLO T A. Surface modification using MeV ion beams [J]. Nucl Instrum Methods, 1983, 218: 679-683.
- [4] APEL P. Track etching technique in membrane technology[J]. Radiation Measurements, 2001, 34: 559-566.