

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4851037号

(P4851037)

(45) 発行日 平成24年1月11日 (2012. 1. 11)

(24) 登録日 平成23年10月28日 (2011. 10. 28)

(51) Int. Cl.

F I

G 2 1 K 5/04 (2006. 01)

G 2 1 K 5/04 E

G 2 1 K 5/00 (2006. 01)

G 2 1 K 5/00 W

請求項の数 2 (全 29 頁)

(21) 出願番号	特願2001-520444 (P2001-520444)	(73) 特許権者	505005049
(86) (22) 出願日	平成12年8月1日 (2000. 8. 1)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公表番号	特表2003-508760 (P2003-508760A)		ズ カンパニー
(43) 公表日	平成15年3月4日 (2003. 3. 4)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(86) 国際出願番号	PCT/US2000/020905		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開番号	W02001/016991		フィス ボックス 33427, スリーエ
(87) 国際公開日	平成13年3月8日 (2001. 3. 8)		ム センター
審査請求日	平成19年6月18日 (2007. 6. 18)	(74) 代理人	100101454
(31) 優先権主張番号	09/386, 735		弁理士 山田 卓二
(32) 優先日	平成11年8月31日 (1999. 8. 31)	(74) 代理人	100081422
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 田中 光雄
		(74) 代理人	100062144
			弁理士 青山 稜
		(74) 代理人	100079245
			弁理士 伊藤 晃

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低損失ビーム経路を有する電子ビーム装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子ビーム改質性の第1の層と、前記第1の層と近接する電子ビーム劣化性の基材とを有し、前記第1の層が電子ビームに対向するよう配置された物品に電子ビームを照射する方法であって、

電子ビーム源を提供するステップと、

前記電子ビーム源と近接し、少なくとも1つの表面上に少なくとも1つの保護層を有し、単位路程が3 から 5 4 g / m^2 であるポリマーフィルムのウィンドウと、

前記ウィンドウと近接し、前記電子ビーム源によって照射される物品が上に配置される支持体と、

前記ウィンドウと前記支持体との間の調整可能な間隙と、を提供するステップと、

電子ビームに対向した前記第1の層の上面の受け取る電子ビーム放射線の強度が前記基材に隣接した前記第1の層の面の受け取る電子ビーム放射線の強度の1乃至5倍となるよう、ウィンドウと前記物品の間隙、ウィンドウの単位路程、第1の層の厚さ、電子ビームエネルギーを含むパラメータが設定され、エネルギーが50乃至150 keVである電子ビーム源からウィンドウを通して電子で物品を照射するステップと、

を備えることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記ウィンドウの単位路程が3 から 5 0 g / m^2 である、請求項1の物品に電子ビームを照射する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の分野

本発明は、単層または多層物品に電子ビームを照射する方法および装置、ならびに得られる製品を目的としている。より詳細には、本発明は、電子ビーム劣化性基材上にコーティングされた電子ビーム改質性材料に照射するための低損失電子ビーム経路の使用を目的としている。

【0002】

背景

近年、重合性材料、架橋性材料、グラフト材料、および硬化性材料などの種々の材料の改質への電子ビーム放射線の使用が増加してきている。例えば、電子ビーム加工は、フィルム基材上にコーティングした種々の感圧接着剤配合物の重合および/または架橋、基材上へのコーティングのグラフト化、ならびに印刷用インクなどの種々の液体コーティング剤の硬化に使用されてきた。材料の改質に電子ビームを使用すれば、揮発性有機化合物（「VOC」）を含むコーティング溶液などのコーティング溶液が不要となる。このため、VOC排出量を減少させることができ、同時にエネルギー費を削減でき、環境または職業上の危険性も減少させることができる。

【0003】

種々の材料の架橋、重合、グラフト化、および硬化に同様に使用される紫外（「UV」）線とは異なり、電子ビーム放射線は、開始剤を使用する必要がない。さらに、電子ビーム放射線はすべての有機材料に容易に吸収され、厚く不透明な材料などのUV線によって容易に改質されない材料、ならびにアリル系化合物、オレフィン系化合物、および不飽和化合物などのUV改質に対して抵抗性である材料にも容易に吸収される。ポリエチレンはUV線では容易に硬化させることができない不飽和化合物の代表であるが、電子ビーム放射線では硬化させることができる。

【0004】

電子ビーム放射線には多くの利点があるが、いくつかの制限もある。このような制限としては、従来電子ビーム発生設備が比較的高価であったことが挙げられる。このように高価なことは、大型電源、鉛遮蔽、高電圧装置、および安全監視装置が必要なことと少なくとも部分的には関係している。近年、製造業者は、電子ビーム電圧を125キロボルト（kV）以下まで低下させることによってより低価格で、より小型で、より軽量の電子ビーム設備の製造が可能となった。例えば、Energy Sciences, Inc.（Wilmington、マサチューセッツ州）、Advanced Electron Beam Technologies,（Wilmington、マサチューセッツ州）、およびAmerican International Technologies, Inc.（Torrance、カリフォルニア州）は、小型で低コストの電子ビーム発生設備の製造業者である。これらの装置をすれば、電子ビーム放射線設備の購入費および運転費を軽減することができる。

【0005】

電子ビーム放射線のもう1つの大きな制限は、放射線が照射される材料の内部に電子が深く侵入しすぎる場合が多いことである。電子ビーム改質性コーティングの断面全体にわたって適度に均一な線量を得るために高電圧が使用されることが多いが、これによって電子ビーム改質性コーティングの下層にかなりの量の高エネルギー電子が侵入する場合がある。これは、改質される材料のコーティングと、電子ビーム放射線によって損傷しうる材料の基材またはバックングとを含む多層材料の場合には問題となる。紙、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレン、およびTEFLONはすべて接着剤の基材として使用されることの多い材料であるが、電子ビーム放射線によって劣化しやすい。電子ビーム放射線によって、基材が脆くなったり、その他の劣化が発生したりする場合がある。その結果、基材が劣化して、製品の品質が低下するか、あるいは所望の用途では使用不可能となるかのいずれかとなる。

【 0 0 0 6 】

発明の要約

既存の電子ビーム発生システムは、装置のコストが高いという問題、および基材を劣化させずにコーティングの十分な改質を行うことに関する問題に十分に対処していない。したがって、電子ビームの侵入が照射材料の特定の層、好ましくはちょうど材料の電子ビーム改質性コーティングに実質的に制限されるように電子ビーム照射が制御される必要がある。

【 0 0 0 7 】

本発明は、材料、特に電子ビーム改質性コーティングと電子ビーム劣化性基材を有する多層材料に電子ビーム放射線を供給する装置および方法を目的としている。また本発明は、本発明の装置および方法を使用して製造される製品も目的としている。本発明の少なくとも1つの実施形態では、照射材料の特定の深さに供給される線量（単位質量当りに供給されたエネルギー）を制御することができる。

10

【 0 0 0 8 】

本発明の1態様は、電子ビーム源、少なくとも2つの表面を有するポリマーフィルムを含み電子ビーム源と近接するウィンドウ、ポリマーウィンドウの少なくとも1つの表面上にありフリーラジカル劣化に対して抵抗性である保護層、ビーム源によって照射される材料が配置されウィンドウと近接する支持体、およびウィンドウと支持体の間の間隙を含む電子ビーム装置を目的としている。

20

【 0 0 0 9 】

本発明のもう1つの態様は、少なくとも2つの表面を有するポリマーフィルムを含み電子ビーム源と併用されるウィンドウを目的としており、このフィルムはフリーラジカル劣化に対して抵抗性の保護層を少なくとも1つの表面上に有し、このフィルムは 10^{-4} トール（Torr）未満の圧力を有する環境を収容することができる。

【 0 0 1 0 】

本発明のもう1つの態様は、電子ビーム源を提供する工程と、電子ビーム源と併用されるウィンドウであって、少なくとも2つの表面を有し少なくとも1つの表面上にフリーラジカル劣化に対して抵抗性の保護層を有するポリマーフィルムを含むウィンドウを提供する工程と、電子ビーム源からの電子をウィンドウを通して物品に照射する工程とを含む、物品に電子ビームを照射する方法を目的としている。

30

【 0 0 1 1 】

本発明の別の態様は、電子ビーム改質性の第1の層と、第1の層と近接する電子ビーム劣化性の第2の層とを有する物品を提供する工程と、エネルギー、電圧、および電流の量が調節可能な電子ビーム源を提供する工程と、電子ビーム源と照射される物品との間にウィンドウを提供する工程であって、ウィンドウと物品の間には間隙が存在し、ウィンドウの単位路程は $3 \sim 50 \text{ g/m}^2$ である工程と、電子ビーム源エネルギーを $50 \sim 150 \text{ keV}$ の間に設定する工程と、電子ビームが第2の層を実質的に劣化させずに第1の層を改質できるように電子ビーム源の電圧と電流を調節し、ウィンドウと物品の間の間隙距離を調節する工程と、電子ビーム源から電子ビームを物品に照射する工程とを含む、2つ以上の層を有する物品の性質を改質する方法を目的としている。

40

【 0 0 1 2 】

本発明のもう1つの態様は、電子ビーム劣化性裏当て材と、電子ビームで改質され裏当て材上にあるコーティングとを含む電子ビーム改質物品であって、改質されたコーティングと隣接する電子ビーム劣化性バックングの $30 \mu\text{m}$ は $0.1 \sim 40 \text{ mJ/cm}^2$ のエネルギーを吸収している電子ビーム改質物品を提供する。

【 0 0 1 3 】

本発明のもう1つの態様は、電子ビーム劣化性裏当て材と、電子ビームで改質され裏当て材上にあるコーティングとを含む電子ビーム改質物品であって、改質されたコーティングは剥離材料で汚染されていない電子ビーム改質物品を提供する。本発明によって、バックングを実質的に劣化させることなく電子ビーム劣化性バックング上で直接電子ビーム改質

50

性層を改質（例えば硬化）させることができるため、シリコンなどの剥離材料上で改質性層を改質させ後でバッキングに移す必要はない。これによって、改質性層が剥離材料で汚染される可能性がなくなる。

【 0 0 1 4 】

電子ビーム劣化性基材上にコーティングされた電子ビーム改質性材料に照射する場合は、改質性層が十分に改質される線量が照射材料に照射されて材料を透過することが重要であり、そうすることで意図する目的で有用となり、材料が基材と接着する。しかしながら、線量は過剰にならないことも重要である。例えば、基材上の接着剤層に照射される場合、表面線量は凝集強さや接着強さなどの重要な接着特性を付与するのに十分である必要があるが、接着剤層の過架橋や劣化などの過剰な改質（これらは接着層の接着特性を制限する）が起こるほど線量が高くなるべきではない。線量は接着剤 / 基材の界面の接着剤を十分に改質させるのに十分である必要もあり、それによって接着剤が基材と接合する。しかしながら、基材が著しく劣化するほど界面の線量が高くなってはならない。

10

【 0 0 1 5 】

本発明の電子ビーム装置は、材料、最も好適には電子ビーム改質性の上部層と電子ビーム劣化性の下部層の両方を有する多層材料に電子が向かうように構成され配置された電子ビーム源を備える。電子が電子ビーム源から移動する場合、電子は真空環境を通過して、低電子吸収特性を有するウィンドウ箔（「低損失」ウィンドウ）を透過し、照射される材料を含む大気圧環境に移動する。電子ビーム源から低損失ウィンドウを透過して照射材料に到達する電子ビームの経路を、本明細書では低損失経路とも呼ぶ。低吸収性ウィンドウを使用することによって、比較的低電圧の電子ビームであっても、わずかな出力の低下でウィンドウを透過することができる。得られる電子ビームは、好ましくは基材に侵入したり基材を劣化させることなく、照射材料のコーティングに侵入してコーティングを改質することができる。

20

【 0 0 1 6 】

低損失経路に使用するのに適切なウィンドウ材料としては、ポリイミドフィルムなどのポリマーフィルムが挙げられる。フリーラジカル劣化を軽減することで性能および耐久性を向上させるために、ウィンドウ表面のうち少なくとも大気圧環境と面するウィンドウ表面上には保護層が配置される。保護層は、フリーラジカル劣化から保護するアルミニウムまたはその他の金属の薄層であってよい。好ましくは、保護層は、フィルムに沿って電気および熱の伝導性も向上させる。

30

【 0 0 1 7 】

電子がウィンドウを透過した後で、電子はウィンドウと照射される材料との間の間隙を通過する。通常、この間隙は、ほぼ大気圧に維持された窒素ガスまたは別の不活性材料を含んでいる。改質性コーティングに送られる電子ビーム放射線の線量を増加させ、間隙の電子によって吸収される線量を減少させるために、間隙距離は最小限にすることが好ましい。間隙距離が減少すれば装置のエネルギー効率も向上し、それによって材料に放射線照射するために使用される電圧も低くすることができる。ある実施形態ではウィンドウと照射材料の間隙は約 2 ~ 1 0 0 mm であり、別の実施形態では 4 ~ 5 0 mm であり、さらに別の実施形態では約 5 ~ 2 0 mm である。好ましい間隙の寸法は、ウィンドウ材料、ウィンドウ締め付け構造の存在、使用される電圧、および改質性層の厚さなどの要因に依存する。

40

【 0 0 1 8 】

ウィンドウ、間隙、コーティング、および任意の基材層を電子ビームが通過する際に、これらの領域によって吸収される電子エネルギー量は、深さ / 線量曲線として決定しプロットすることができ、この曲線は吸収された線量を電子ビーム源からの距離に対してプロットしたものである。この曲線の大きさは多くの条件に依存して変動しうるが、通常はエネルギー吸収が最大になる部分でピークを有する。従来の電子ビームシステムでは、ウィンドウまたは間隙領域内にこのピークが存在することが多い。理想的な深さ / 線量曲線は方形波形状となり、この場合ウィンドウと間隙ではエネルギーが吸収されず、改質性材料層

50

はその厚さ全体で均一量のエネルギーを吸収し、劣化性基材はエネルギーを吸収しない。

【0019】

低損失ビーム経路の原理的な利点は、深さ／線量曲線がより理想的な方形波曲線に近づくように、当技術分野では「後方散乱」ピークとも呼ばれる深さ／線量曲線の吸収ピークを、ウィンドウ／間隙領域からコーティング領域に移動させることが可能なことである。同時に、低損失ビーム経路特性によって可能となるより低い電圧によって、吸収ピークの後に残留する侵入深さ全体で急激な負の勾配を有する深さ／線量曲線が得られる。したがって、ウィンドウ材料と間隙距離の選択が適切であれば、基材とコーティングの界面とほぼ一致しうる減衰する勾配を有する深さ／線量曲線が得られる。

【0020】

本発明によると、電子ビーム放射線線量は、照射材料に侵入すると急激に減衰しうるので、コーティングの受けた線量は基材が受ける線量よりもはるかに多くなりうる。基材が受ける全線量の比率は、深さ／線量曲線の形状、ウィンドウ材料、間隙距離、コーティングを十分改質させるために必要な電圧、および基材の厚さなどの要因の影響を受ける。一部の実施形態では、コーティング／基材界面よりもコーティング面の方が線量が1～5倍多くなりうる。表面線量と界面線量の比として許容される値は、劣化あるいは過架橋などの過度の改質を引き起こさずにコーティング層が受けることができる放射線量に大きく依存する。

【0021】

従来の電子ビーム経路、例えば12 μmチタンウィンドウを備え約150 kVより高い電圧で操作される電子ビーム経路では、一般に比較的平坦で幅広の深さ／線量曲線が得られる。高い表面線量を使用される場合は、表面線量が増加すれば界面線量と基材に対する全線量も通常は増加するので、基材の実質的な量の劣化が起こる可能性がある。驚くべきことに、本発明者らは、低損失ビーム経路によって比較的高いが狭い深さ／線量曲線を得ることが可能であり、この場合には必ずしも高い表面線量によって界面線量が高くなるわけではないことを発見した。したがって、接着剤層などの電子ビーム改質性層は、コーティング／基材界面よりもコーティング表面の方が5倍大きな電子ビーム線量でうまく改質させることができる。低損失経路で得られる深さ／線量曲線の形状および配置によって、接着剤層に十分な線量を与えることができ、電子ビームの基材への侵入を最小限にしながら界面を十分に改質させて隣接する基材と接着させることができる。

【0022】

照射材料の種々の深さにおける電子ビーム放射線の線量の予測性を向上させるために、モンテカルロコード(Monte Carlo code)を使用してウィンドウ材料と間隙距離に基づく深さと線量の値を予測することができる。このような予測によって、照射材料の種々の深さにおける電子ビーム線量の調整が容易になり、基材を損傷せずに最適な線量をコーティングに送って改質させることができる。コーティングされた基材に照射するために使用される電子ビーム放射線は、好ましくは約30～150 kV、より好ましくは約50～100 kV、最も好ましくは約50～75 kVの電圧で操作される。電圧を選択することによって、深さ／線量分布の形状(したがって表面線量と界面線量の比)を決定することができる。電流を選択すれば、照射材料に照射される実際の線量を決定することができる。電流の調整によって、例えば界面線量を変化させることができる。

【0023】

本発明は、製品、具体的には電子ビーム改質物品をさらなる目的としている。製品は、1つ以上の電子ビーム改質性層を含むことができる。一部の実施形態では物品は、電子ビーム劣化性基材上に1つ以上の電子ビーム改質コーティング層を含む。本発明は、照射後に電子ビーム劣化性基材が許容できるまたは最小限の電子ビーム劣化を示すか、あるいは電子ビーム劣化を示さない実施形態を含む。目標とする界面線量は、劣化が最小限となり、使用可能なテープ製品が作製できるようにコーティングを基材と接着させることができる線量である。

【0024】

10

20

30

40

50

上記要約は、本発明のあらゆる実施形態を説明することを意図したものではない。本発明のその他の態様および利点は、以下の図面の説明および詳細な説明を読めば明らかとなるであろう。

【0025】

詳細な説明

本発明の1つの態様は、材料に電子ビームを照射するための装置を目的としている。本発明は、電子ビーム照射に好適なコーティングと、電子ビーム照射によって損傷しやすい基材とを有する多層材料などの材料に放射線を照射する方法も目的としている。本発明は、基材への過度の照射や基材の劣化を引き起こさずに、硬化、グラフト化、重合、および/または架橋など材料の有益な改質を促進するのに十分な放射線をコーティングに照射することができる。

10

【0026】

図1は、本発明により構成され電子ビーム源10(1つのEビーム源が示されている)を備える装置の詳細図である。電子銃アセンブリ16内部の加熱タングステン線フィラメント14に高電圧電源12からの高電圧が印加されると、電子ビーム源10は電子ビーム11(Eビーム)を発生する。電子銃アセンブリ16は、約 10^{-4} トール未満、好ましくは約 10^{-6} トール未満に維持された真空チャンバー18内に配置される。

【0027】

タングステン線フィラメント14は、反射板22と抽出グリッド24によって誘導されて電子20を発生し、これらの電子はビーム11の形態、すなわち加速電子の集積した形態である。電子20を反発して抽出グリッド24に向けて加速するために反射板22は通常負電荷に維持される。電子20は、ビーム電圧、すなわち抽出グリッド24と大地の間の電圧差によって加速される。例えば、70キロボルト(kV)のビーム電圧を印加すると、70キロ電子ボルト(keV)のエネルギーが各電子に付与され、大地と抽出グリッド24の間の電位に沿って加速される。

20

【0028】

電子ビーム11は末端グリッド26に誘導され、続いてウィンドウ28を通過して、電子はチャンバー18を出て、間隙29に入る。間隙29は雰囲気30を含む。雰囲気30を通過した後で、電子はウィンドウ28と近接して配置される材料32に侵入する。ウェブと呼ばれることもある可動支持体(図示していない)によって材料32はウィンドウ28を通り過ぎる。間隙29内の雰囲気30は、窒素ノズル34から窒素を流入させることによって酸素を実質的に含有しないように維持されることが好ましい。ビームコレクター36によってすべての残留電子が回収される。コンピューター制御38が行われる場合にはEビーム加工は非常に正確になりうる。

30

【0029】

本発明は、電子ビーム源10からの電子の材料32への侵入を制御するための改良された方法および装置を提供する。これによって、本発明では、材料32の特定の部分に吸収される電子線量の制御を改良することができる。本発明では、低損失ビーム経路とともに低エネルギー電子ビームを使用することによって、基材への電子ビームの侵入を最小限にしながらコーティングに対して十分な線量を実現可能となる要因を特定可能であるという予期せぬ発見があり、本発明はこのことを使用している。言い換えると、本発明は、照射材料の上部で電子線量を比較的高くし、照射材料の下部で電子線量を比較的低くすることができる。

40

【0030】

コーティング材料には比較的高い線量を供給し、同時に基材材料には比較的低い線量を供給するために、低損失ウィンドウ28を備えた装置が作製される。さらに、間隙29は、雰囲気30に吸収されるエネルギーをさらに減少させるのに十分小さいことが好ましい。低損失ウィンドウ28と間隙29を組み合わせる使用することによって、2層構造体(例えばテープ製品)などの種々の層状構造を有する照射材料を透過する深さ/線量の最適な関係を決定することができる。間隙29の寸法を減少させることによって間隙29に吸収

50

される電子を減少させることによって効率も向上する。125 keV未満のビーム電圧を使用する場合にこの効果が最も顕著となる。その理由は、この範囲では、ウィンドウ材料とは無関係に間隙に吸収されるエネルギーの比率が高くなるからである。従来の電子ビーム発生器において、ウィンドウ28と材料32の間の間隙29の距離は、約2~100 mmとすることができる。コーティング表面とより近いウィンドウにスペーサー要素（図示していない）を配置して、指定の間隙を形成することができる。スペーサー要素は、ウィンドウ28と真空チャンバー18の間に配置してウィンドウ28の位置を下げることもできるし、材料32とビームコレクター36の間に配置して材料32をウィンドウに近づけることもでき、どちらの場合も間隙29の寸法は減少する。スペーサー要素は、ウィンドウ28と材料32の間の距離を効率的に減少させる任意のものであってよい。通常は、ウィンドウ28と真空チャンバー18の間に適合するように成形された金属枠である。通常、スペーサー要素は、従来の加工設備における雰囲気の間隙を5 cmから4 mm以下まで減少させることができる。間隙寸法の調整によって、深さ/線量曲線の位置（特に吸収ピーク）と材料32の位置の関係を微調整することができる。最適な間隙寸法は、ウィンドウの種類、使用される電圧、照射される材料などの多数の要因に依存する。通常、本発明で好ましい間隙寸法は2~50 mmであり、より好ましくは4~10 mmである。深さ/線量曲線の全体的な形状は、主として電子加速電圧の関数となり、これは材料32を適切に改質して材料が特定用途の要求に適合するように選択される。

10

【0031】

単位路程は、電子ビームが透過する材料の密度（ g/cm^3 （ g/cc ））と、横断距離（ μm ）（通常は材料の厚さ）との積であり、単位 g/cm^2 （ gsm ）で表される。例えば、標準温度および標準圧力で密度が約0.00125 g/cc である窒素ガスの単位路程は、間隙距離が4 mmの場合は5 gsm 、であり間隙が20 mmの場合は25 gsm であり、間隙が50 mmの場合は62.5 gsm である。公称12 μm のチタンウィンドウは単位路程が54 gsm である。明らかなように、大きな空気間隙は、従来のチタンウィンドウよりも低電圧における電子の透過をより大きく減少させることができる。

20

【0032】

単位路程は、種々の材料の組み合わせ（異なる密度および厚さを有する）の相対的な質量阻止能を特定の電圧に関して1つの尺度で比較するために従来使用されている。質量阻止能は、単位路程当りの平均エネルギー損失である。加速電子が通過する材料の質量阻止能はビーム電圧の影響を受ける。一般に質量阻止能は、電子ビームが通過する材料の密度、厚さ、および原子番号とも直接関係がある。本発明の場合、このような材料としては、低損失ウィンドウ、間隙、コーティング、および基材を挙げることができる。

30

【0033】

本発明は、一般には電子ビーム、特に、エネルギーが150 keV未満の低電圧電子ビーム、さらにはエネルギーが75 keV未満の電子ビームの深さ/線量分布の制御能力を向上させる装置および方法を提供する。一般にこのことは、照射される材料に到達する前に吸収される電子ビームエネルギー量を減少させることによって行われる。本発明は、ポリマー材料を含むことが好ましい低損失ウィンドウを提供し、間隙寸法を制御しながらウィンドウを使用することで、照射材料を透過する深さ/線量の有意義かつ好都合な変更および調整を可能とする方法を教示する。特定の単位路程を有する間隙と、例えば従来の公称厚さ12 μm のチタンウィンドウよりも小さな路程を有するウィンドウ材料とを使用することによって、電子ビーム改質性コーティングを改質するための電子ビームエネルギー量の比率を大きくしながら、下にある電子ビーム劣化性基材の有意な劣化を避けることができるように深さ/線量分布の形状を変えることができる。例えば、アルミニウムを蒸着させた公称厚さ25 μm のポリイミドウィンドウを厚さ2 mmの窒素間隙と併用して90 kVの電圧で操作すると、公称厚さ12 μm のチタンウィンドウを5 cmの窒素間隙を併用して125 kVで操作した場合の2倍のエネルギーをコーティング表面に到達させることができる。ポリイミド上に金属を蒸着しても、コーティングは非常に薄く（約100 nm）その単位路程はわずかであるので（蒸着されたすべての面で0.5 gsm 未満）である

40

50

ので、単位路程に関してはほとんど影響しない。

【0034】

図2は、ウィンドウ28、間隙29、および材料32の拡大図である。ウィンドウ28は、上部保護コーティングまたは層40（任意）と、下部保護コーティングまたは層42とを有するフィルム41を含む。ウィンドウ28は金属格子（通常はヒバチと呼ばれる）（図示していない）によって支持され、この格子は支持体43に載せられる。保護コーティング40は真空チャンバー18と面しており、保護コーティング42はほぼ大気圧の雰囲気30と面している。下部保護層42は、雰囲気30の一部の成分（例えば酸素）のイオン化によって始まるフィルム41のフリーラジカル劣化を抑制する。フィルム41がポリマー材料である場合は、フリーラジカル酸化からの防護は耐用寿命に関して特に有用であり、より耐用寿命の短いウィンドウよりも実用的になる。保護層40および42は、フィルム41に沿った熱伝導性も向上させることができ、それによって照射中にウィンドウ28からの過剰の熱の放散を促進することができ、フィルム41の幅全体にわたる温度差と関連するひずみを減少させることができる。さらに、保護層40および42が十分伝導性であれば、保護層が電荷を放散することによって、フィルム41の絶縁破壊に対する抵抗性を増大させることができる。

10

【0035】

ウィンドウフィルム41は、低損失ビーム経路を形成できる単位経路を有する任意の材料を含むことができる。言い換えると、ウィンドウを透過するビームの深さ/線量曲線の吸収ピークを、照射される材料のコーティング層に移動させることが可能となるのに十分小さな単位路程を、ウィンドウフィルムが有する。好適なウィンドウ材料としては、アルミニウム、チタン、ベリリウム、窒化ホウ素、窒化ケイ素、およびケイ素が挙げられる。金属製フィルムを含む一部のウィンドウは、強度および可撓性に依存して2 μm 以下の薄さであってよい。このような材料の一部は従来の電子ビームウィンドウで使用されている。しかしながら、低損失ビーム経路で有用となるためには、これらは（従来のウィンドウと比較して）比較的小さい単位路程が得られる厚さである必要がある。例えば、公称12 μm のチタンウィンドウが従来の電子ビーム発生器で使用されている。これらに使用されている公称12 μm のチタンウィンドウは、実際の厚さは約13.97 μm であることを本発明者らは発見した。本発明の場合、好適なチタンウィンドウの実際の厚さは12~4 μm となりうる。ポリイミドフィルムを含めた種々のポリマーフィルムは、単位路程が小さいウィンドウ箔材料として特に好適である。例えば、ウィンドウ箔41としては、公称厚さ25 μm のポリイミドフィルム、例えば、ピロメリット酸二無水物と4,4'-ジアミノジフェニルエーテルの重縮合反応で得られるポリイミドポリマーであるE. I. Du Pont de Nemours and Co. (Wilmington、デラウェア州)より入手可能なKAPTON HNを挙げることができ、この両面にスパッタコーティングなどでアルミニウム蒸着したものは、実際の厚さが約27.43 μm であり、単位路程が約36 g/m^2 (gsm)である。他のDu Pont Kaptonフィルムも好適となりうる。低損失ウィンドウとして有用となりうるその他のポリマー材料としては、熱安定性で耐久性（すなわち、高い引張強さと、応力緩和のために十分な延伸能力とを有する）のポリマー材料が挙げられる。好適なポリマーとしては、例えば、芳香族アミド、ポリスチレン、ポリスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルイミド、およびポリウレタンを挙げることができる。好ましくは有用なポリマーウィンドウは単位路程が約3~54 gsmの間である。ウィンドウは約10 μm ~40 μm の間、好ましくは10~30 μm の間の厚さを有することができる。材料の耐久性がより高ければ、より薄いウィンドウであってもよい。より薄いウィンドウは単位路程がより短くなるので好ましい。ウィンドウは、真空チャンバー18の真空環境を収容するのに十分な強度を有する必要がある。

20

30

40

【0036】

好ましくは、ウィンドウ材料に適用される任意の保護コーティングは、電荷および熱の放散が可能であり、さらにフリーラジカル酸化に対して抵抗性を有する。電荷または熱の放

50

散のみが可能なコーティングでは、フリーラジカル酸化も防護するコーティングの場合ほどウィンドウの耐用寿命は長くない。二酸化ケイ素などのコーティング剤はウィンドウのポリマーフィルムに対する酸素の攻撃を抑制するが、電荷の放散は行わない。一方、例えば、アルミニウムなどの蒸着金属は、熱の放散、電荷の放散、およびフリーラジカル酸化の抑制が行える。しかしながら、金属コーティングはガス不浸透性となるために十分な厚さが必要であり、例えばアルミニウムの場合は約100nmの厚さが必要である。好適な蒸着方法は当業者には公知である。アルミニウム以外の好適な保護コーティング材料としては、例えば、ニッケル、クロム、および金が挙げられる。

【0037】

さらに、保護金属コーティングは、金属コーティングが非導電性となったりガス透過性となったりすることがある望ましくない酸化を防止するために、保護金属コーティング自身にコーティングが行われる場合がある。例えば、二酸化ケイ素コーティングはアルミニウムの酸化を防止する。保護コーティング40および/または42に必要なことは、ポリマーフィルムのフリーラジカル劣化の原因となるガスの拡散を実質的に防止するために十分となる材料の種類および厚さのみである。低電子吸収性ウィンドウを使用することによって、比較的低電圧の電子ビームでさえも、わずかな出力の低下のみでウィンドウ28を透過することができる。これによって、材料32の劣化性基材46には有害な線量を供給せずに材料32のコーティング44の改質に十分な線量を供給するのに十分な強度で材料32に照射するのに好適な深さ/線量曲線を有する電子ビームを発生させることができる。

【0038】

コーティングされた基材などの照射材料の断面を透過する線量分布または勾配は、ビーム源からの距離の各増分における電子ビーム線量を、ビームが横断する各材料の単位路程に対してプロットすることによって求めることができる。これを図4B~4Eに示す。

【0039】

線量分布は、電子ビーム源からある距離離れた時に最大またはピーク線量に到達し、路程が増加するにつれて減少する。公称厚さが約12μmであり単位路程が54gsmである従来のチタンウィンドウは十分なエネルギーを吸収するため、電圧が175kVを超えるまで増加しても深さ/線量曲線(すなわち線量分布)のピークがウィンドウ/間隙領域を超える領域まで移動することはない。通常、このより高い電圧では、平坦で幅広く照射材料を通過する際にゆるやかに減少する深さ/線量分布が形成される。したがって、コーティングを改質するのに十分な線量と、電子ビーム劣化性基材が損傷しうる過剰な線量とのバランスをとるには無理が生じる。これは、このような線量分布の形状では、単に段階的に減衰する勾配の線量がコーティングと基材の両方に照射されるためである。対照的に、本発明の厚さ25μmのアルミニウム蒸着ポリイミドフィルムウィンドウは単位路程がわずか36gsmである。このためウィンドウの吸収するエネルギーがより少なくなり、ウィンドウ領域を超えた部分にピーク吸収が得られる。エネルギー吸収がより少ないことによって、低電圧の使用が可能となり、急勾配で狭い深さ/線量曲線を得ることができる。このような急勾配の曲線では、好適な表面線量と界面線量の比は5:1まで高くなりうる。

【0040】

ビーム電圧と間隙距離を調整することによって、改質性コーティング層内に吸収ピークが入るように線量分布を操作可能である。さらに本発明に低損失ウィンドウ、好ましくはポリイミドウィンドウは単位路程がより短いので、より低い電圧を使用することができる。好ましくは、ウィンドウ、保護層、および間隙の全体の単位路程が約41gsm未満である。低電圧を使用することで、線量ピークを超えた後の線量分布の減衰を鋭くすることができる。その結果、基材内に向かって延在する線量勾配部分は急勾配となって、基材に供給される線量を小さくすることができ、そのため劣化を制限することができる。基材に吸収されるエネルギーは、好ましくはコーティング層に吸収されるエネルギーの40%未満であり、より好ましくは25%未満、最も好ましくは20%未満である。

【0041】

深さ／線量曲線のピークが別の領域に移行するとして本発明の現象を説明しているが、所与電圧では深さ／線量曲線は変化しない。しかしながら、所与の深さ／線量曲線では、電子ビームが通過する領域の単位路程を短くすることによって、単位路程で画定される後の領域が電子ビーム源に近づくように移行し、そのため吸収ピークに近づいていく。このことは、例えば、図４Ｂ、４Ｃ、および４Ｄを比較することによって説明される。これらの図から分かるように、ウィンドウと間隙の単位路程を減少させることによって、単位路程で表される接着剤層は電子ビーム源に近づくように移動する。

【００４２】

モンテカルロコードは、照射される材料の種々の操作条件の影響を予測するのに有用な深さ／線量分布のシミュレートに使用すると好都合となりうる。これらの予測によって、照射材料の種々の深さにおける電子ビーム線量の予測および調整が可能となり、基材を劣化させうる過剰の線量を使用せずに基材上のコーティングを改質するのに十分な最適線量を求めることができる。好適なモンテカルロコードとしては、Integrated Tiger Series (ITS)、Electron Gamma Shower (EGS)、およびMonte Carlo Neutron-Proton (MCNP) が挙げられる。モンテカルロコードによって、線量と深さの間の好都合な関係を特定することが可能となる。モンテカルロコードの使用および関連する計算に関しては、Douglas E. Weiss、Harvey W. Kalweit、およびRonald P. KensekによるLow-Voltage Electron-Beam Simulation Using the Integrated Tiger Series Monte Carlo Code and Calibration Through Radiochromic Dosimetryに記載されており、これはIrradiation of Polymers (ACS Symposium Series 620, American Chemical Society, Washington DC 1996) の第８章である。深さ／線量分布の計算に使用することができる別の方法が米国特許第5,266,400号に開示されている。

【００４３】

ウィンドウ材料の原子番号は、ビーム電圧が一定である場合さえも深さ／線量曲線の形状に影響しうる。単位路程が同じ２種類の材料の場合、原子番号のより大きな材料が電子をより散乱する。これによって電子ビーム源側に線量ピークが近づき、それでもなお所与の単位路程では同じ深さで電子があるため、ピーク後の勾配の負の傾きが減少する。図３は、公称厚さ8 μmのチタンウィンドウと、保護アルミニウムコーティングを有する公称厚さ25 μmのポリイミドウィンドウとの両方について、３つの異なるビーム電圧(100 keV、125 keV、および175 keV) および一定間隙4 μmで、ナイロンを通過する深さ／線量曲線をシミュレートした結果を示している。どちらのウィンドウも単位路程は36 gsmである。図から分かるように、公称厚さ25 μmのポリイミドウィンドウによって形成される深さ／線量曲線と比較すると、原子番号12である公称厚さ8 μmのチタンウィンドウで形成される深さ／線量曲線は、ピーク線量が小さく勾配の減衰もより緩やかになる。したがって、路程が同じであるチタンウィンドウとポリイミドウィンドウで同じ界面線量が実現される場合でも、基材層に侵入するエネルギーを減少させるためには、ポリイミドウィンドウを使用すると好都合となりうる。

【００４４】

本発明の低損失ウィンドウは、従来の電子ビーム発生器でも好都合に使用することができる。通常、特に厚い材料を硬化させる場合には、従来の電子ビーム発生器は電圧が約175 kV～上限約300 kVで使用すると最も好都合である。本発明のウィンドウによって、広範囲の距離(すなわち深さ)で同じ表面線量／界面線量を達成可能となる。例えば、図３は分かるように、175 kVにおいて、25 μmのポリイミドウィンドウでは、電子ビーム源から2.54 μmおよび190.5 μm(0.1ミルおよび7.5ミル)の距離で約5.0メガ電子ボルト・cm²/g(MeV・cm²/g-ビーム源電子)の線量を与えることができるが、公称8 μmのチタンウィンドウでは2.54 μmと127 μm(線

10

20

30

40

50

量約 $7 \text{ MeV} \cdot \text{cm}^2 / \text{g}$) でしか同一線量が得られない。高電圧範囲の用途としては、小さな中空管への侵入の向上、または厚いウェブ材料の硬化の深さの拡大を挙げることができる。

【 0 0 4 5 】

本発明では、材料への照射に使用される電子ビーム放射線のエネルギーは、ある実施形態では約 $30 \sim 150 \text{ keV}$ であり、別の実施形態では約 $50 \sim 75 \text{ keV}$ であり、これは使用される設備に依存する。電子ビーム放射線エネルギーは好ましくは 120 keV 未満であり、より好ましくは 100 keV 未満であり、最も好ましくは 90 keV 未満である。

【 0 0 4 6 】

図 4 A は、選択範囲の電圧における、モンテカルロコードで得た一連の深さ / 線量到達曲線を示しており、水を透過して種々の深さに到達する線量をシミュレートしたものである。ここで水は原子番号の小さい標準的な単位密度材料の代表として使用しており、同様の密度と同様の原子番号の成分とを有するポリマーなどの材料を通過する場合のエネルギー損失の予測に好適である。このシミュレーションでは、電子を吸収するウィンドウや間隙が存在しないことを仮定した。

【 0 0 4 7 】

本発明の低損失ウィンドウは、深さ / 線量曲線を移動させその形状を変化させることができる。図 4 A に示されるように、より低電圧の電子ビームは、より高電圧の電子ビームよりもピーク線量が大きく、分布がせまい。水の浮け取る総エネルギー量は低電圧では少ないが（各曲線の下の面積から計算）、エネルギーはより浅い部分で受け取っている。このため線量は、水の表面付近の狭い帯域に実質的に制限される。図 4 A から分かるように、 50 keV における深さ / 線量曲線では、電子ビームは、実質的に照射材料の $0 \sim$ 約 $35 \text{ g} / \text{m}^2$ の間の深さに存在する。対照的に、本発明のエネルギー範囲の上限である 130 keV の電子ビームでは、深さ / 線量曲線は水面から深さ $95 \text{ g} / \text{m}^2$ 付近のピークまで緩やかに増加し、その後緩やかに減少して約 $210 \text{ g} / \text{m}^2$ で消滅する。

【 0 0 4 8 】

ウィンドウを通過する低電圧電子の量が多くなり、そのため接着剤層に線量ピークを移動させることができるので、低損失ビーム経路は重要である。本発明の装置を使用すれば、間隙および / またはウィンドウの電子吸収を変動させることによって、コーティング層と基材層の深さに関連する深さ / 線量曲線の位置を調整することができ、そのため、基材の劣化が防止される適切な深さで最適な電子線量がコーティングした基材に供給される。例えば、図 4 A に示されるように、 65 keV のビームは、比較的薄いコーティング（ $60 \text{ g} / \text{m}^2$ ）のコーティング厚さ全体を改質するのに十分な線量を供給することができる。この線量は実質的に約 $0 \sim 60 \text{ g} / \text{m}^2$ の間の深さに供給される。 $60 \text{ g} / \text{m}^2$ より深い部分にあるごくわずかな基材にしか電子ビーム放射線は供給されない。しかしながら、この例ではウィンドウと間隙の吸収を考慮していない（エネルギーを吸収しない真空であると仮定している）ことに注意されたい。実際の使用では、ウィンドウと間隙の吸収を補償するためにより高い電圧が必要となるが、図 4 A と同様の表面線量が実現される。

【 0 0 4 9 】

図 4 B ~ 4 E は、種々のウィンドウと間隙の組み合わせを使用して照射した代表的な感圧接着テープ構造体の断面を通過する深さ / 線量曲線を示している。図 4 B は、従来の公称厚さ $12 \mu\text{m}$ のチタンウィンドウ（実際の厚さ約 $14 \mu\text{m}$ 、単位路程は約 $57 \text{ g} / \text{cm}^2$ ）、一般的な 50 mm 窒素間隙（単位路程約 $62 \text{ g} / \text{cm}^2$ ）、厚さ $43 \mu\text{m}$ の電子ビーム架橋性感圧接着剤（単位路程約 $40 \text{ g} / \text{cm}^2$ ）、および厚さ $127 \mu\text{m}$ の電子ビーム劣化性不織基材（単位路程約 $80 \text{ g} / \text{cm}^2$ ）を通過する深さ / 線量曲線の形状を示している。

【 0 0 5 0 】

図 4 C は、従来の公称厚さ $12 \mu\text{m}$ のチタンウィンドウ、狭い厚さ 4 mm の窒素間隙（単位路程約 $5 \text{ g} / \text{cm}^2$ ）、厚さ $43 \mu\text{m}$ の電子ビーム架橋性感圧接着剤、および厚さ $127 \mu\text{m}$ の電子ビーム劣化性不織基材を通過する深さ / 線量曲線の形状を示している。

【 0 0 5 1 】

図 4 D は、公称厚さ $3\ \mu\text{m}$ の窒化ホウ素ウィンドウ（単位路程約 $6.8\ \text{g}\cdot\text{cm}^2$ ）、狭い厚さ $4\ \text{mm}$ の間隙、厚さ $43\ \mu\text{m}$ の電子ビーム架橋性感圧接着剤、および厚さ $127\ \mu\text{m}$ の電子ビーム劣化性不織基材を通過する深さ / 線量曲線の形状を示している。

【 0 0 5 2 】

図 4 E は、アルミニウム蒸着した公称厚さ $25\ \mu\text{m}$ のポリイミドフィルムウィンドウ（実際の厚さ約 $27\ \mu\text{m}$ 、単位路程約 $36\ \text{g}\cdot\text{cm}^2$ ）、狭い厚さ $4\ \text{mm}$ の間隙、厚さ $43\ \mu\text{m}$ の電子ビーム架橋性感圧接着剤、および厚さ $127\ \mu\text{m}$ の電子ビーム劣化性不織基材を通過する深さ / 線量曲線の形状を示している。

【 0 0 5 3 】

上述のグラフから分かるように、本発明で使用される低電圧ビームによって形成される線量分布は、より高電圧のビームの場合よりも狭く急勾配である。この分布では、基材線量がコーティング線量よりも有意に少なくなる。また図 4 B ~ 4 E を比較すれば分かるように、ウィンドウの単位路程と間隙の厚さとの両方が、照射されたコーティングと基材とを通過する深さ / 線量曲線に大きく影響する。

【 0 0 5 4 】

特定の照射材料を通過する深さ / 線量分布は、それぞれ異なる電圧の多数のビームを材料に照射することによって形作ることができる。照射材料が特定の深さで受け取る線量は、各ビームによって供給される線量の和となる。複数の電子ビームの組み合わせを使用して、照射される材料への照射パターンを最適化することができる。例えば、非常に分布の狭い低電圧ビームを使用して、コーティングと基材の界面には余分な線量を供給せずに、コーティング層の表面および / または内部に供給される線量を追加または増加することができる。照射される層が厚い場合は、種々の低電圧ビームを 3 回以上曝露して、より複雑な分布を与えることができる。このような複数回の曝露は、複数の小型 E ビームを操作ライン上に連続して配列するか、あるいは 1 つの電子ビーム源に照射材料を複数回通過させるかによって実現することができる。

【 0 0 5 5 】

基材材料の劣化を防止するだけでなく、本発明は、コーティング / 基材界面が、必要であれば 2 つの層が互いに接合するに十分な電子ビーム線量を受け取るようにするためにも有用となりうる。これは、コーティングと電子ビーム劣化性基材の間を強く接合する必要がある場合に重要となりうる。例えば、バックングに接着剤が適用される場合は、接着剤がバックングから離れないことが重要である場合が多い。本発明によって、バックングが過剰の電子ビーム線量に曝露されずに接着剤とバックング層の間が強く接合されるのに十分な電子ビーム放射線を接着剤の界面部分が受け取ることができる。

【 0 0 5 6 】

図 5 は、実施例で議論される種々の操作条件における、図 4 B ~ 4 E と同じ接着剤および裏当て材による種々の深さ / 線量勾配を示している。重要なのは間隙（例えば $4\ \text{mm}$ ）、ウィンドウ材料（P I は公称 $25\ \mu\text{m}$ ポリイミドウィンドウを意味し、T i は公称 $12\ \mu\text{m}$ チタンウィンドウを意味する）、および電子電圧である。種々のウィンドウ / 間隙（および電圧）の組み合わせに関して、表面線量と界面線量の関係をより明確にするために、接着剤層とバックング層の分布（各層における深さを単位 μm で示している）は独立に示している。層の間隔は接着剤 / バックング界面を表している。比較を容易にするため、界面線量が $20\ \text{kGy}$ となるようにビームの電流を調整した。ウィンドウ / 間隙の組み合わせの単位路程（材料の密度と厚さの積より求められる）が増加する場合には、接着剤層を通過する線量の勾配を許容範囲に維持するために適宜電圧を増加させた。適切な電圧は、図 4 B ~ 4 E に記載される方法を使用して図 4 A から計算することができる。電圧が増加すると、バックングが受け取る全線量が増大し、それによってバックングの劣化も起こりやすくなる。この劣化はバックングが受け取る全エネルギーと関連付けることができ、バックングの深さ / 線量曲線の下で表される。本発明者らは、公称 $25\ \mu\text{m}$ のポリイミドウィンドウ、 $4\ \text{mm}$ の間隙、および電圧 $78\ \text{kV}$ を使用する低損失経路では、

10

20

30

40

50

MIT 屈曲試験 (MIT Flex Test) によって測定した場合に測定可能な基材の劣化は認められないことを発見した (表 6 および 7 に示す) (この組み合わせのウィンドウ、間隙、および電圧を使用した場合に受け取られる全エネルギーを示す図 5 の曲線は、バックングの深さ約 $30\text{ }\mu\text{m}$ で 0 に近づくため、バックングの界面から $30\text{ }\mu\text{m}$ までで吸収されるエネルギーを計算することによってすべての比較を行った)。表 7 から分かるように、公称 $25\text{ }\mu\text{m}$ ウィンドウ (実際の厚さ約 $27\text{ }\mu\text{m}$)、 4 mm の間隙、および 78 kV の電圧の組み合わせでは、全エネルギー吸収はエネルギー吸収は約 11.2 mJ/cm^2 であった。MIT 屈曲数が 1212 であることから明らかなようにバックングの劣化は認められなかった。同じウィンドウ/間隙の組み合わせを電圧を上げて使用した場合、エネルギー吸収は $25\sim 35\text{ mJ/cm}^2$ に増大し、MIT 屈曲数が 800 の範囲内にあることから劣化も増大したことが分かった。バックングに吸収されるエネルギーが 10 mJ 未満となるウィンドウ材料、間隙、および電圧の組み合わせによって、MIT 屈曲試験結果の良いテープが得られる。

【0057】

本発明は、研究した材料に限定されるものではない。例えば本発明は、電子ビーム劣化性バックング上の非接着性電子ビーム改質性コーティング材料の改質に使用することができる。硬質コーティングまたはトップコート形成に使用することができるアクリル類やビニル類などのエチレン系不飽和材料がこのような材料の例である。図 4 A ~ 4 E に示されるように、ウィンドウ材料と間隙距離の任意の組み合わせを、単位 gsm で表現し、図 4 A に示される曲線によって得られる情報と組み合わせると、図 4 A と同じ線量勾配を実現するための目標電圧を計算することができる。

【0058】

図 6 は、モンテカルロシミュレーションに基づくテープ構造体を通過する深さ/線量曲線を示しており、ある範囲のウィンドウ材料および厚さ、ならびに一定間隙 $4\text{ }\mu\text{m}$ を仮定している。図 4 B ~ 4 E で説明した方法を使用して、チタン、ベリリウム、窒化ケイ素、および地下ホウ素を含むウィンドウの場合について深さ/線量曲線を作成した。これらの曲線を、公称厚さ $25\text{ }\mu\text{m}$ のポリイミドウィンドウを電圧 78 kV および 92 kV で使用した場合の図 5 の深さ/線量曲線に適合させた。各曲線でほぼ同じ界面線量 (20 kGy) となるように計算を行った。図 5 と 6 から、表面線量と界面線量の比の相違を比較することができる。この比は、ウィンドウ材料、間隙、および電圧を選択することによって好都合に制御可能であることが分かる。図 6 は、ウィンドウの単位路程が短縮されると、接着剤層の深さ/線量勾配が最終的に減少し、線量ピークが接着剤層内に移動することを示している。例えば、厚さ $3\text{ }\mu\text{m}$ の窒化ホウ素ウィンドウを通過する 65 keV のビームの場合の深さ/線量勾配では、接着剤層における入射線量と射出線量がほぼ同じであり、入射線量は射出線量の 5 倍の $25\text{ }\mu\text{m}$ のポリイミドウィンドウを通過する 78 keV で観察される場合と同様に紙への侵入は同程度に最小限である。同様の入射/射出線量によって、基材の損傷を増大させることなく接着剤層の深さにおける改質 (架橋など) のバランスを調節することができる。その結果、目的とする用途に合わせた性質を有するテープを得るために剥離や剪断などの接着特性のバランスを調整することができる。

【0059】

実施例で使用される接着テープ構造体などの本発明の一部の実施形態では、コーティング表面が受け取る電子ビーム放射線の強度は、基材表面が受け取る電子ビーム放射線の強度の $1\sim 5$ 倍の間となりうる。他の実施形態では、比が $5:1$ まで高くなると、コーティング層の過架橋や劣化などコーティング層表面の改質に悪影響が生じる。テープ構造体の理想的な深さ/線量曲線は、最適のテープ特性を得るために必要な層を通過する線量分布が得られるウィンドウ材料と間隙距離の組み合わせを選択することによって決定することができる。紙製バックングを有する感圧接着テープの代表的な測定特性は、例えば、 5-bond (5-bond) (接着剤の凝集強さ)、保持力 (低速剥離抵抗性)、および MIT flex (耐折強さ試験、この値はバックングの劣化の影響を受ける) が挙げられる。

【0060】

本明細書で具体的に開示したもの以外の電子ビーム改質性コーティング層と電子ビーム劣化性バッキングの組み合わせでは、所望の改質を実現するために最適となる電圧、間隙、および界面線量が異なる。しかしながら最適値は、本発明の教示内容に基づいて当業者によって決定可能であり、例えば使用する材料の厚さと密度を調べ、その情報を図4Aに適用することによって決定可能である。

【0061】

本発明の低損失経路は、製造中の材料の処理能力を向上させることができる。本発明の低損失経路は、電子とウィンドウおよび間隙材料との間の相互作用が、従来の電子ビーム経路よりも少ないため、コーティング層表面で有効となる線量がより多くなる。

【0062】

本発明を説明するために特定の実施例を使用した。本発明は、記載される特定の実施形態の制限されるものではなく、添付の請求項の意図および範囲内にある変更、同等物、および代替物も包含している。

【0063】

実験

本発明の装置の操作に有効な要因を示すために以下の実験を実施した。表1～5は、5種類の異なる目標コーティング/基材界面線量20kGy、40kGy、60kGy、80kGy、および100kGyにおける線量計の照射の結果をまとめている。ウィンドウ材料、電圧、間隙、および電流は、これらの変数を変化させることによる影響を評価するためにすべて変動させた。さらに、本発明により照射した材料の物理的性質を表6、7、および8に示す。従来の公称12μmのチタンウィンドウを使用して得た比較データも表に加えている。

【0064】

これらの実験では、不活性チャンバーを通過する幅6インチの支持体(ウェブ)を備えたEnergy Sciences, Inc. Model CB-175電子ビーム発生装置で放射線加工を実施した。コーティングされた基材の試料はウェブ上で3.1m/分の速度で移動させた。CB-175のチャンバー内の酸素量は50～100ppmの範囲となるように制限した。CB-175のウィンドウとウェブ経路の間の標準窒素間隙(本来の設備を使用)18mmである。この窒素間隙距離を縮めるために、真空チャンバーとウィンドウ支持体の間にスペーサーを入れた。例えば、厚さ4mmの窒素間隙を形成するために、真空チャンバーとウィンドウ支持体の間に厚さ14mmのスペーサーを配置した。スペーサーを取付けた後で、厚さ3ミリの薄型ウィンドウクランプを使用して、ウィンドウを電子ビーム発生器上に固定した。この薄型クランプは、本来の厚さ10mmの標準クランプの代用品として使用した。この代用品によって、クランプの先にある照射される基材までの間隔が適切となった。

【0065】

CB-175を較正するために、Far West Technologies, Inc. (Goleta, カリフォルニア州)より入手可能なラジオクロミック線量を含むポリマーフィルムである45μmと10μmの2つの線量計を使用して広範囲の線量測定を行った。ポリイミドウィンドウとチタンウィンドウの両方について90～180kVを10kVの増分で線量測定を行った。チタンウィンドウ材料(公称厚さ12μm)は厚さが13.97μmであることが分かり、ポリイミドフィルム(DuPontより入手可能であり公称厚さ25.4μm(1ミル)で販売されている現在入手可能なKAPTON HN(ピロメリット酸二無水物と4,4'-ジアミノフェニルアミンの重縮合で得られるポリイミドポリマー)と同等であると考えられる従来入手可能であったKapton E)は両面の厚さ100nmのアルミニウムコーティングを含めて厚さが27.43μmであることが分かった。すべての場合、10μmおよび45μmの線量計を3つずつを指標カードに取付け、これらを移動ウェブ上に取付けて、照射した。各線量計厚さについて各電圧の線量を、得られた3つの読取値を平均して求めた。CB-175の実際の出力を求めて調整するため、実際の計器の線量と表示される計器の電流の比較線量測定データを使

10

20

30

40

50

用した。

【 0 0 6 6 】

各電圧における個々の深さ / 線量の関係を、3つの線量計のスタックの平均から求めた。10 μm 線量計のスタックは通常低電圧の場合に使用し、43.5 μm 線量計は高電圧、例えば約125 kVを超える電圧の場合に通常は使用した。実際の電圧を、線量計スタックの段階的深さ / 線量分布と、ある範囲の電圧にわたるこれらのスタックのモンテカルロシミュレーションとを比較することによって求めた。CB-175の実際の電子ビーム電圧は表示電圧との整合性が90%であったが、この情報を使用して修正した電圧値を得た。本明細書中のすべての電圧はこうして修正した電圧である。

【 0 0 6 7 】

表6～9に示される試験データを得るために、マスキングテープ試料を使用した。このテープは繊維性バックング上に接着剤をコーティングしたものであった。この接着剤は、1種類以上の電子ビーム架橋性エラストマーと、1種類以上の粘着性付与樹脂とで構成され、その他の硬化剤は含まず、層の厚さは40.6 μm であり比重は0.93であった。テープバックングはセルローズ系不織布であり、厚さは約107 μm で比重は0.63であった。このテープは、バックング上に接着剤層を押出成形して作製された。

【 0 0 6 8 】

同一断面について、測定線量を、モンテカルロコードで得た計算線量と比較し、モンテカルロコードの予測の確証を行った。すべての計算は実際の材料の厚さを使用して行った（例えば、公称12 μm チタンウィンドウは実際の厚さが約13.97 μm であったので14 μm を計算に使用し、公称厚さ25 μm のKaptonウィンドウは実際の厚さが約27.43 μm であったので27 μm を計算に使用した）。本発明者らは、測定値と一致するシミュレーションを行うためには、公称厚さよりも実際の測定値を使用し、表示電圧よりも実際の電圧を使用することが重要であることを発見した。このことは特に低電圧で操作する場合に重要であると思われる。接着剤とバックングの界面において20 kGy、40 kGy、60 kGy、80 kGy、および100 kGyの線量を選択した電圧で得るために必要な電流を計算する場合にもモンテカルロコードを使用した。結果を表1～5に示す。10 μm 線量計は接着剤表面を模倣したものであった。43.5 μm 線量計は接着剤全体を模倣したものであり、接着剤 / バックング界面を模倣するために使用した。ほとんどの場合、測定線量と計算線量の結果は互いに20%以内であり、ごくわずかな場合では理由は不明であるが差違が20%を超えた。このような高い誤差範囲、意図された電圧範囲（約150～175キロボルト）未満と低電流（1ミリアンペア（mA）未満）で装置を操作することによって発生する不安定が特に原因となっていると思われる。

【 0 0 6 9 】

表1は、目標界面線量20 kGyを得るために必要な較正を示している。実施例1～10は、100 nmの保護アルミニウムコーティングを有する公称25 μm ポリイミドウィンドウの場合の、4 mm、17 mm、および47 mmの間隙距離における20 kGyの目標線量を示している。比較例11および12は、公称12 μm チタンウィンドウの場合の間隙距離17 mmにおける20 kGyの目標線量を示している。実施例の電圧は、ポリイミドウィンドウの場合には最低78 kV～最高139 kVで変動させ、チタンウィンドウの場合は114～146 kVで変動させた。電流も最大0.63 mA～最小0.22 mAで変動させた（各ウィンドウ / 間隙の組み合わせでこの範囲は変動した）。

【 0 0 7 0 】

電圧が増大すると、深さ / 線量勾配は減少する。これを補償するために電流を減少させて、各ウィンドウ材料について各電圧で同じ目標界面線量を得た。表1の実施例1では、78 kVの電圧と0.63 mAの電流を使用して、接着剤 / バックング界面における目標の20 kGyの線量を得た。深さ10 μm での計算線量は76 kGyであり、測定線量は59 kGyであった。43.5 μm での計算線量43 kGyであり、測定線量は29 kGyであった。対照的に、表1の実施例4では87 kVの電圧と0.27 mAの電流を使用して、界面における目標線量の20 kGyを得た。深さ10 μm での計算線量は32 kGy

10

20

30

40

50

であり、測定線量は26 kGyであった。43.5 μ mでの24 kGyであり、測定線量は14 kGyであった。表1の実施例1と4を比較すると、電圧を増大させ電流を低下させると、10 μ mと43.5 μ mの両方において測定線量が低下することが分かる。同様の相関傾向が表1の他の実施例でも認められる。

【0071】

従来の公称12 μ mチタンウィンドウではなく公称25 μ mのポリマー（この場合はポリイミド）ウィンドウを使用する場合に、照射材料の表面付近（10 μ m）と、内部、例えば材料のコーティング/基材界面（43.5 μ m）の線量の差をより大きくすることが可能であることも表1は示している。このより大きな差は、照射材料内に吸収ピークが移動していることを示している。特に、表1を参照すると、実施例7と11はどちらも間隙が17 mmであるが、実施例7では公称25 μ mポリイミドウィンドウを使用し、実施例11では公称12 μ mチタンウィンドウを使用している。ポリイミドウィンドウの方が単位路程は短い。実施例7では、深さ10 μ mにおける測定線量は深さ43.5 μ mにおける測定線量の約1.7倍であった。対照的に実施例11では、深さ10 μ mにおける測定線量は深さ43.5 μ mにおける測定線量の1.2倍をわずかに超える程度であった。したがって、低損失ポリイミドウィンドウを使用することで、照射材料の接着剤部分の線量が材料のバックリング部分の線量よりも増大し、それによって裏当て材の劣化を防止することができ、性能を向上させることができる。

10

【0072】

要約すると、表1は、目標界面線量20 kGyにおける表面線量（10 μ m）と接着剤層（43.5 μ m）を通過する全線量と関係を示している。深さ/線量曲線のピークがウィンドウから離れて照射されるコーティング層内に移動すると表面線量が増大する。このようなことが起こるのは、ウィンドウおよび間隙領域の単位路程を減少させ、目標界面線量を達成またはこれに近づけるためにより低い電圧を使用する場合である。より低い電圧は、裏当て材を通過する線量勾配の鋭い減衰と相関がある。

20

【0073】

さらに、本発明によってより電圧でより高い線量を接着剤層が受け取ることができるため、コーティングされた基材は、公称12 μ mの金属製ウィンドウ、幅50 mmの間隙、および同様の電圧設定を使用する従来のシステムよりも速く加工することができる。例えば表1の実施例3と比較例11とを比較することによってこの差を見ることができる。実施例3は公称25 μ mポリイミドウィンドウ、4 mmの間隙、電圧82 kV、および電流0.40 mAを使用して、10 μ mにおいて29 kGyの測定線量を得ている。比較例11は公称12 μ mチタンウィンドウ、17 mmの間隙、電圧114 kV、および電流0.41 mAを使用して、10 μ mにおいて17 kGyの測定線量を得ている。本発明は所与の電流でより高い表面線量を得ることができるため、電子ビーム発生器を最大電流で操作した場合でさえも照射される材料の処理能力がより高くなる。

30

【0074】

【表1】

表 1

目標界面線量 20 kGy

実施例	間隙 距離 (mm)	ウィンドウ 材料	電圧 (kV)	電流 (mA)	深さ (μ m)	計算線量 (kGy)	測定線量 (kGy)
1	4	ポリイミド	78	0.63	10	76	59
	4	ポリイミド			43.5	43	29
2	4	ポリイミド	80	0.51	10	62	51
	4	ポリイミド			43.5	38	39
3	4	ポリイミド	82	0.40	10	47	29
	4	ポリイミド			43.5	31	23
4	4	ポリイミド	87	0.27	10	32	26
	4	ポリイミド			43.5	24	14
5	4	ポリイミド	92	0.22	10	25	21
	4	ポリイミド			43.5	21	15
6	4	ポリイミド	101	0.21	10	21	23
	4	ポリイミド			43.5	19	12
7	17	ポリイミド	98	0.29	10	30	19
	17	ポリイミド			43.5	24	11
8	17	ポリイミド	116	0.23	10	17	21
	17	ポリイミド			43.5	19	21
9	47	ポリイミド	118	0.33	10	29	24
	47	ポリイミド			43.5	23	24
10	47	ポリイミド	139	0.25	10	21	17
	47	ポリイミド			43.5	20	20
比較例 11	17	Ti	114	0.41	10	29	17
	17	Ti			43.5	22	14
比較例 12	17	Ti	146	0.29	10	22	18
	17	Ti			43.5	21	17

【 0 0 7 5 】

以下の表 2 は、目標界面線量 40 kGy を達成するために間隙距離、ウィンドウ材料、電圧、および電流を変化させた場合の 10 μ m 線量計および 43.5 μ m 線量計の影響を示している。表 1 と同様に、表面付近の線量 (10 μ m) と照射される接着材料全体を通過する線量 (43.5 μ m) の間の最大の差は、低損失ウィンドウを使用した場合に実現する。特に、線量の最大の差は、厚さ 100 nm のアルミニウム保護コーティングを有する低損失公称 25 μ m ポリイミドウィンドウを小さい間隙距離と併用した場合に実現する。表 2 の実施例 1 は、ポリイミドウィンドウを 4 mm の窒素間隙と併用すると、10 μ m 線量計で 147 kGy の測定線量が得られ、43.5 μ m 線量計で 70 kGy の測定線量が得られることを示している。これらの結果は 78 kV の電圧と 1.26 mA の電流を使用して得られた。実施例 2 は、80 kV の電圧と 1.02 mA の電流を使用しても、10 μ m 線量計における測定線量 121 kGy、および 43.5 μ m 線量計における測定線量 66 kGy という同様の結果が得られることを示している。10 μ m と 43.5 μ m の測定線量の差は、一般に間隙が増大と減少する。例えば、47 mm の間隙に電圧 139 kV と電流 0.49 mA を使用した実施例 10 は、10 μ m と 43.5 μ m における測定線量がそれぞれ 39 および 41 となっている。

【 0 0 7 6 】

保護コーティングを有するポリイミドウィンドウを小さい間隙とともに使用した場合と、

12 μm チタンウィンドウを大きい間隙とともに使用した場合との対比は、表2の実施例3と11を比較すれば明らかである。ポリイミドウィンドウと4mmの間隙を使用した実施例3では、電圧82kVおよび電流0.80mAを使用して測定線量が10 μm 線量計で94kGy、43.5 μm 線量計で45kGyであった。対照的に、12 μm のチタンウィンドウと17mmの間隙間隙により高い電圧の114kVと同じ電流0.81mAを使用した実施例11では、測定線量は10 μm 線量計で38kGy、43.5 μm 線量計で32kGyしかなかった。これらの実施例は、単位路程のより短いポリイミドウィンドウ/小さい間隙は、従来のチタンウィンドウ/大きな間隙と比べると、深さ/線量曲線の吸収ピークが電子ビーム源を離れ接着剤層に向かって移動することを示している。このように接着剤層により高い線量が供給されると、電子ビームの使用がより効率的になることを示している。これらの実施例の比較から、低損失ビーム経路は表面線量と界面線量の比が有意に高くなることも分かる。これは、バックング層を通過する深さ/線量勾配がより急勾配の望ましい形状になっていることを示している。

【0077】

【表2】

表2

目標界面線量40kGy

実施例	間隙 距離 (mm)	ウィンドウ 材料	電圧 (kV)	電流 (mA)	深さ (μm)	計算線量 (kGy)	測定線量 (kGy)
1	4	ポリイミド	78	1.26	10	153	147
	4	ポリイミド			43.5	87	70
2	4	ポリイミド	80	1.02	10	124	121
	4	ポリイミド			43.5	75	66
3	4	ポリイミド	82	0.80	10	95	94
	4	ポリイミド			43.5	63	48
4	4	ポリイミド	87	0.53	10	64	53
	4	ポリイミド			43.5	48	31
5	4	ポリイミド	92	0.44	10	49	40
	4	ポリイミド			43.5	42	32
6	4	ポリイミド	101	0.43	10	43	45
	4	ポリイミド			43.5	41	31
7	17	ポリイミド	98	0.57	10	61	50
	17	ポリイミド			43.5	47	38
8	17	ポリイミド	116	0.45	10	42	40
	17	ポリイミド			43.5	41	40
9	47	ポリイミド	118	0.65	10	58	57
	47	ポリイミド			43.5	45	49
10	47	ポリイミド	139	0.49	10	42	39
	47	ポリイミド			43.5	39	41
比較例 11	17	Ti	114	0.81	10	58	38
	17	Ti			43.5	45	32
比較例 12	17	Ti	146	0.58	10	45	36
	17	Ti			43.5	41	40

【0078】

表3、4、および5は、表1および2と同様の相関を示している。全体的には表3、4、

および 5 は、低損失電子ビーム経路が使用され、特により低電圧で使用される場合に、コーティング層（10 μm 線量計（表面）および 43.5 μm 線量計（界面））を使用して概算した）の表面線量と界面線量の比が高いことを示している。これらの表は、表示の低損失電子ビーム経路をより高い表面線量で使用すると、同様の電流設定の比較例と比較するとエネルギー効率が向上していることも示している。例えば、表 3 の実施例 7 は公称 25 μm のポリイミドウィンドウで 0.86 mA の電流を使用しているが、比較例 12 は従来の公称 12 μm のチタンウィンドウで 0.88 mA の電流を使用している。実施例 7 は測定表面線量（10 μm において）97 kGy を得るために必要な電圧はわずか 98 kV であるのに対し、比較例 12 は測定表面線量 53 kGy を得るのに 146 kV の電圧が必要である。

【0079】

【表 3】

表 3

目標界面線量 60 kGy

実施例	間隙 距離 (mm)	ウィンドウ 材料	電圧 (kV)	電流 (mA)	深さ (μm)	計算線量 (kGy)	測定線量 (kGy)
1	4	ポリイミド	78	1.89	10	229	266
	4	ポリイミド			43.5	130	113
2	4	ポリイミド	80	1.53	10	187	199
	4	ポリイミド			43.5	113	100
3	4	ポリイミド	82	1.20	10	143	153
	4	ポリイミド			43.5	94	84
4	4	ポリイミド	87	0.80	10	96	67
	4	ポリイミド			43.5	73	51
5	4	ポリイミド	92	0.66	10	74	69
	4	ポリイミド			43.5	63	54
6	4	ポリイミド	101	0.64	10	64	74
	4	ポリイミド			43.5	62	62
7	17	ポリイミド	98	0.86	10	91	97
	17	ポリイミド			43.5	71	73
8	17	ポリイミド	116	0.68	10	63	62
	17	ポリイミド			43.5	62	61
9	47	ポリイミド	118	0.98	10	87	85
	47	ポリイミド			43.5	68	68
10	47	ポリイミド	139	0.74	10	63	60
	47	ポリイミド			43.5	59	66
比較例 11	17	Ti	114	1.22	10	87	57
	17	Ti			43.5	67	49
比較例 12	17	Ti	146	0.88	10	67	53
	17	Ti			43.5	62	64

【0080】

【表 4】

表 4

目標界面線量 80 kGy

実施例	間隙 距離 (mm)	ウィンドウ 材料	電圧 (kV)	電流 (mA)	深さ (μ m)	計算線量 (kGy)	測定線量 (kGy)
1	4	ポリイミド	78	2.52	10	305	350
	4	ポリイミド			43.5	173	143
2	4	ポリイミド	80	2.04	10	249	293
	4	ポリイミド			43.5	150	139
3	4	ポリイミド	82	1.60	10	190	231
	4	ポリイミド			43.5	125	110
4	4	ポリイミド	87	1.08	10	128	134
	4	ポリイミド			43.5	97	90
5	4	ポリイミド	92	0.88	10	98	105
	4	ポリイミド			43.5	84	82
6	4	ポリイミド	101	0.84	10	84	97
	4	ポリイミド			43.5	81	87
7	17	ポリイミド	98	1.16	10	123	119
	17	ポリイミド			43.5	96	82
8	17	ポリイミド	116	0.92	10	85	92
	17	ポリイミド			43.5	84	80

10

20

【 0 0 8 1 】

【 表 5 】

表 5

目標界面線量 100 kGy

実施例	間隙 距離 (mm)	ウィンドウ 材料	電圧 (kV)	電流 (mA)	深さ (μ m)	計算線量 (kGy)	測定線量 (kGy)
1	4	ポリイミド	78	3.15	10	381	440
	4	ポリイミド			43.5	216	165
2	4	ポリイミド	80	2.55	10	311	378
	4	ポリイミド			43.5	187	177
3	4	ポリイミド	82	2.00	10	237	286
	4	ポリイミド			43.5	156	157
4	4	ポリイミド	87	1.35	10	160	176
	4	ポリイミド			43.5	121	115
5	4	ポリイミド	92	1.10	10	123	137
	4	ポリイミド			43.5	105	100
6	4	ポリイミド	101	1.05	10	105	119
	4	ポリイミド			43.5	102	113
7	17	ポリイミド	98	1.45	10	153	158
	17	ポリイミド			43.5	120	105
8	17	ポリイミド	116	1.15	10	107	116
	17	ポリイミド			43.5	104	104

【0082】

線量測定以外に、照射マスキングテープ試料の性能特性を分析した。照射後に、試料の接着剤側を、テープバックングの低接着バックサイズ側で直ちに覆った。すべての試料を、一定湿度/温度室（相対湿度50%、21℃）内で少なくとも48時間貯蔵した後に試験を行った。以下の標準試験に従って試料の試験を行った。

【0083】

(1) MIT flex 試験。テープの幅12.5mmのストリップについてTinius Olsen Testing Machine Company (Willow Grove、ペンシルバニア州) 製造のMIT Flex Tester Model #1を使用して試験を行った。テープが破断するまで、1.5kgの重りをつり下げた張力下で機械的にテープを固定した。各報告結果は3回の測定の平均値であり、値の変動は±20%であった。バックングの劣化を、放射線未照射の含浸強化クレープ紙バックングと屈曲繰返し数を比較することによって測定した。通常、未照射バックングは1200回屈曲することができる。屈曲繰返し数が900～1200回で、実質的に劣化が存在しない非常に良好な状態であると見なした。屈曲繰返し数が900～600回の間のテープは、多くの現行用途では満足できると見なした。屈曲繰返し数が600～300回のテープは、破壊または切断することなしに基材からテープを除去するなどの一部の現行用途では満足できると見なした。屈曲繰返し数が300回未満のテープは、ほとんどの用途では脆くて許容できないと見なした。

【0084】

(2) 5 - ボンド試験。5 - ボンド試験では、つり下げ剪断試験によって接着剤の凝集強さを測定する。テープの幅12.5mmの2つのストリップの互いの接着剤部分を長さ12.5mmにわたって接合した。次に、接合領域上に4.4kgのローラーを6回通した。こうして接合したストリップの下端に、1000gの重りを備えるジグが垂直方向にぶらさがるように取付けた。ストリップが分離するまでに経過する時間を測定した（単位分

）。いずれの場合も5000分後には試験を終了した。この実験で使用した接着剤 - バックキングの組み合わせの場合、一般的に400分を超える時間は十分架橋していることを示し、一般的に400分未満の時間は架橋が不満足（不十分）であることを示す。

【0085】

(3) 保持力。保持力試験では、所定の重りを取付けたテープが、水平位置に保持された研磨ステンレス板から分離するのに要する時間を測定する。長さ15cmで幅19.1mmのテープの一端（長さ10cm）を板に配置し、9.9kgのローラーで10cmの部分の上を6回通すことによって板に取付けた。次にテープを取付けた板を水平方向に配置し、テープの自由端が下方にぶらさがって90°の剥離角を形成するようにした。テープの自由端に200gの重りを取付けた。板からテープが分離するまでに要する時間を測定した（単位分）。保持時間が少なくとも30分であれば満足できると判断した。

10

【0086】

上記試験の報告結果は、それぞれ3回の測定の平均である。

【0087】

MIT屈曲試験、5ボンド、および保持力データは高い値が得られることが望ましい。高い値は、試験した試料が可撓性であり高い接合強さを有することを示す。

【0088】

以下の表6は、マスキングテープ試料のMIT屈曲試験データを示している。実施例の項の最初で述べたように、マスキングテープは繊維性バックキング上にコーティングした接着剤を含むものであった。窒素雰囲気中で、表1～5に示されるウィンドウ材料、間隙距離、電圧、および電流を使用してテープ構造体に照射を行った。表6に示すMIT屈曲試験結果は、テープ試料の屈曲特性が、電子ビームの侵入深さ（電圧量と直接相関がある）および放射線強度（線量と直接相関がある）の両方の影響を受けることを示している。表6から分かるように、最も好都合な結果は、4mm間隙と公称25μmポリイミドウィンドウを100kV未満、特に80kV未満の電圧で使用し界面線量が20～60kGyの場合と相関がある。表6からは、目標界面線量が100kGyの場合でさえも、MIT屈曲試験の数値がほぼ1000～600の間にあることも分かる。さらに表6は、目標界面線量が20kGyと小さくても、使用される接着剤と裏当て材から満足の行く接着テープが形成されることを示している。

20

【0089】

【表6】

30

表 6

種々の電圧におけるM I T屈曲データ

装置			界面線量				
間隙 (mm)	ウィンドウ (材料)	電圧 (kV)	20 (kGy)	40 (kGy)	60 (kGy)	80 (kGy)	100 (kGy)
			サイクル数				
4	ポリイミド	78	1212	1171	873	831	967
4	ポリイミド	80	1123	902	952	618	757
4	ポリイミド	82	868	874	908	796	706
4	ポリイミド	87	1080	893	882	857	826
4	ポリイミド	92	807	1098	1003	826	606
17	ポリイミド	98	804	857	778	755	705
4	ポリイミド	101	895	1093	909	575	493
17	チタン	114	920	982	844	---	---
17	ポリイミド	116	851	608	537	461	442
47	ポリイミド	118	860	748	648	---	---
47	ポリイミド	139	769	558	405	---	---
17	チタン	146	728	495	343	---	---

【 0 0 9 0 】

表 7 は図 5 に示すデータを表にしたものである。得られる深さ / 線量曲線の電流を、4 mm の窒素間隙と単位路程が 36 g s m である厚さ 27 μ m (公称 25 μ m) のポリイミドウィンドウとを使用して低損失経路で界面線量 20 k Gy が得られるように調整した。接着剤面の過度の改質 (例えば過架橋) を引き起こさずに 20 k Gy の界面線量を得るためには、78 k V が実的な最低電圧となる。なぜなら、これより低い電圧では表面線量と界面線量の比が 5 : 1 を超え、表面の過剰な改質が起こる可能性があるからである。78 k V の電圧では、M I T 屈曲試験サイクル数が 1212 であることから分かるように紙の劣化は検出されなかった。ウィンドウ、間隙、および界面線量の同じ組み合わせで電圧が増大すると、全体的な傾向として屈曲試験数が減少し、これはバックキングの劣化が増大していることを示している。バックキングの劣化は、電圧が増加すると増大し、間隙が 4 mm から 17 mm、さらには 47 mm (これは市販の電子ビームに一般的な 50 mm の間隙に近い) に変更すると増大した。従来の厚さ 14 μ m のチタンウィンドウと 17 mm の間隙 (電圧 114 k V および 146 k V において) を使用する場合にはバックキングの劣化が増大した。

【 0 0 9 1 】

表 7 の屈曲試験数で示される劣化は、裏当て材の最初の 30 μ m が吸収した全エネルギーと大まかな相関がある。吸収した全エネルギーは、図 5 の深さ / 線量曲線の下領域で表される。表 7 から分かるように、バックキングの最初の 30 μ m による約 $11.2 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ 程度のエネルギー吸収では劣化は起らなかった。約 $25 \sim 35 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ が同じ距離で吸収された場合は、劣化がより顕著となった (屈曲数が約 700 ~ 800 サイクルに減少)。したがって、バックキング層の最初の 30 μ m に吸収されるエネルギーを約 $40 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ 未満に維持することが好ましい。

【 0 0 9 2 】

表 7

バックキングのエネルギー吸収と屈曲試験数の関係

ウィンドウ (実際の厚さ)	間隙 mm	電圧 kV	エネルギー mJ/cm ²	M I T 屈曲数
27 μ m ポリイミド	4	78	112	1212
27 μ m ポリイミド	4	80	127	1123
27 μ m ポリイミド	4	82	157	868
27 μ m ポリイミド	4	87	213	1080
27 μ m ポリイミド	4	92	254	807
27 μ m ポリイミド	4	101	321	895
27 μ m ポリイミド	17	98	251	804
27 μ m ポリイミド	17	116	345	851
27 μ m ポリイミド	47	118	275	860
27 μ m ポリイミド	47	139	337	769
14 μ m チタン	17	114	274	920
14 μ m チタン	17	146	345	728

10

【 0 0 9 3 】

表 8 は 5 - ボンド試験データを示している。5 - ボンド結果は、電圧とは独立に界面線量の関数となった。最終的に 5 0 0 0 分を超えるまでは、線量が増大すると、すべてのウィンドウ、間隙、および電圧条件で 5 - ボンド結果が増大した。試料が 5 0 0 0 分を超えた時には試験を終了した。したがって、表 8 は、一定の目標界面線量で電圧を調整することによってテープの 5 - ボンド特性を制御可能であることを示している。約 5 0 0 分の結果を得るためには通常は 2 0 k G y の線量で十分であったし、約 5 , 0 0 0 分の結果を得るためには通常は 4 0 k G y の線量で十分であった。

20

【 0 0 9 4 】

【表 8】

表 8

5 ボンドデータ

装置			界面線量				
間隙 (mm)	ウィンドウ (材料)	電圧 (kV)	20 (kGy)	40 (kGy)	60 (kGy)	80 (kGy)	100 (kGy)
			破壊までの時間 (分)				
4	ポリイミド	78	742	4390	4844	5000+	5000+
4	ポリイミド	80	1716	5000+	5000+	5000+	5000+
4	ポリイミド	82	670	3553	5000+	5000+	5000+
4	ポリイミド	87	235	1220	4865	5000+	5000+
4	ポリイミド	92	314	1326	5000+	5000+	5000+
17	ポリイミド	98	258	4253	5000+	5000+	5000+
4	ポリイミド	101	626	3372	5000+	5000+	5000+
17	チタン	114	330	1485	5000+	---	---
17	ポリイミド	116	618	3730	5000+	5000+	5000+
47	ポリイミド	118	675	2816	5000+	---	---
47	ポリイミド	139	516	3192	5000+	---	---
17	チタン	146	210	5000+	5000+	---	---

30

40

50

【 0 0 9 5 】

表 9 は保持力試験結果を示している。予想されるように、保持力は表面線量の影響を非常に大きく受けると思われる。目標界面線量が増大すると、表面線量も増大し、保持力は低下する。全体的なデータの傾向から、より低い保持力がより高い界面線量と相関があることが分かる。表 1 ～ 5 から分かるように、約 9 2 k V 未満の電圧では、界面線量に対して高い表面線量を得ることができる。このため、過剰な硬化や過架橋などの過剰な改質が表面に起る場合があり、これが保持力の低下の原因となりうる。

【 0 0 9 6 】

【表 9】

表 9

保持力データ

装置			界面線量				
間隙 (mm)	ウィンドウ (材料)	電圧 (kV)	20 (kGy)	40 (kGy)	60 (kGy)	80 (kGy)	100 (kGy)
			破壊までの時間 (分)				
4	ポリイミド	78	64	26	25	7	5
4	ポリイミド	80	14	12	8	5	6
4	ポリイミド	82	60	38	23	9	7
4	ポリイミド	87	99	82	45	18	10
4	ポリイミド	92	130	63	47	19	16
17	ポリイミド	98	128	74	45	18	13
4	ポリイミド	101	93	67	54	15	15
17	チタン	114	110	114	74	---	---
17	ポリイミド	116	107	80	42	17	17
47	ポリイミド	118	100	78	58	---	---
47	ポリイミド	139	65	72	68	---	---
17	チタン	146	83	111	76	---	---

【 0 0 9 7 】

表 6、8、および 9 のデータは、低損失経路の場合には広範囲の電圧 / 線量の組み合わせで、性能の要求を満たすマスキングテープを作製することが可能であることを示している。9 0 k V 以下の低電圧における低損失ビーム経路によって、ほとんどの用途の最小要求を超えるテープ特性を得ることができる。

【 0 0 9 8 】

その他の本発明の実施形態は、請求項の範囲内にある。明細書および実施例は単に例示を意図しており、本発明の完全な範囲および意図は請求項によって示される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の実施形態により構成され配置された電子ビーム源の断面詳細図である。

【図 2】 本発明の実施形態により構成され配置された低損失ウィンドウの断面拡大図である。

【図 3】 8 μ m のチタンウィンドウ、および 1 0 0 n m の保護コーティングを有する 2 5 μ m のポリイミドウィンドウ（どちらも単位路程は 3 6 g / m²）を使用し、電子ビーム電圧 1 0 0 k V、1 2 5 k V、および 1 7 5 k V を使用した場合の、ナイロンを透過する放射線の深さ / 線量の傾きをシミュレートしたグラフである。

【図 4 A】 水を透過する場合の放射線量対単位路程を異なる電圧でシミュレートしたグ

ラフである。

【図４Ｂ】 従来の公称 $12\text{ }\mu\text{m}$ のチタンウィンドウ、従来の窒素間隙、および接着テープを透過する場合の放射線量対単位路程を異なる電圧でシミュレートしたグラフである。

【図４Ｃ】 従来の公称 $12\text{ }\mu\text{m}$ のチタンウィンドウ、小さな窒素間隙、および接着テープを透過する場合の放射線量対単位路程を異なる電圧でシミュレートしたグラフである。

【図４Ｄ】 公称 $3\text{ }\mu\text{m}$ の窒化ホウ素ウィンドウ、小さな間隙、および接着テープを透過する場合の放射線量対単位路程を異なる電圧でシミュレートしたグラフである。

【図４Ｅ】 保護コーティングを有する公称 $25\text{ }\mu\text{m}$ のポリイミドウィンドウ、小さな間隙、および接着テープを透過する場合の放射線量対単位路程を異なる電圧でシミュレートしたグラフである。

10

【図５】 異なる間隙距離、ウィンドウ材料、および電圧を使用した場合の、図４Ｂ～４Ｅの接着テープを透過する電子ビーム放射線の線量対深さをシミュレートしたグラフである。表面線量と界面線量の比の比較が可能となる目標界面線量 20 kGy (kGy) を得るために電流を調整することで、すべての電子ビームの計算を規格化した。

【図６】 種々の電圧とウィンドウ材料の組み合わせ、ならびに 4 mm の一定間隔の場合の、図４Ｂ～４Ｅの接着テープを透過する線量／深さ曲線をシミュレートして比較したグラフである。表面線量と界面線量の比の比較が可能となる目標界面線量 20 kGy を得るために電流を調整することで、すべての電子ビームの計算を規格化した。

【図１】

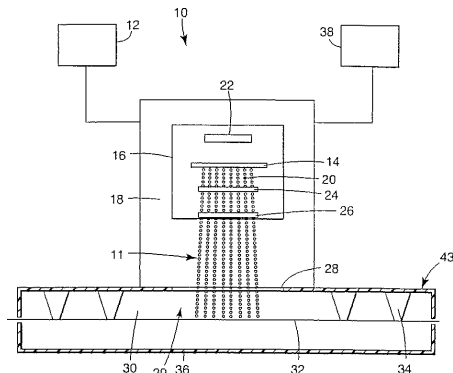


Fig. 1

【図２】

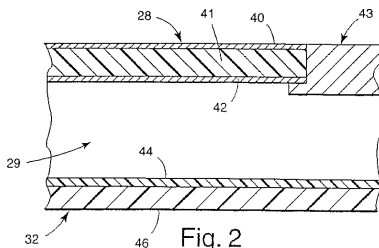
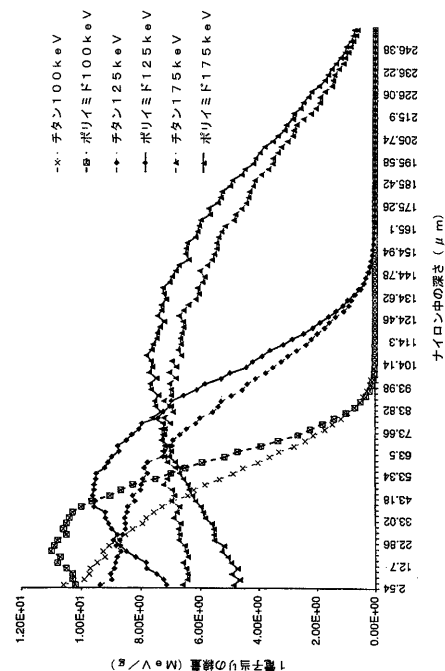
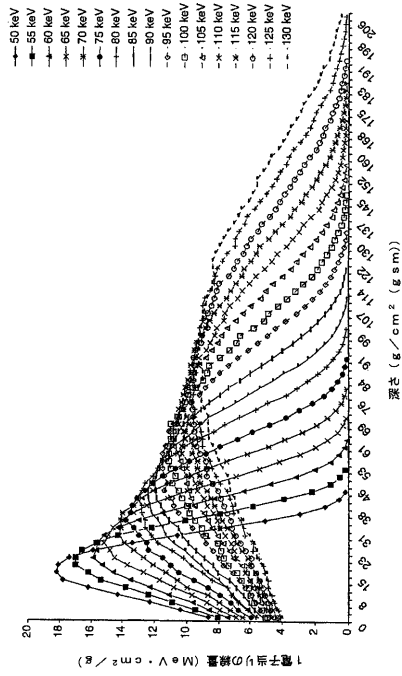


Fig. 2

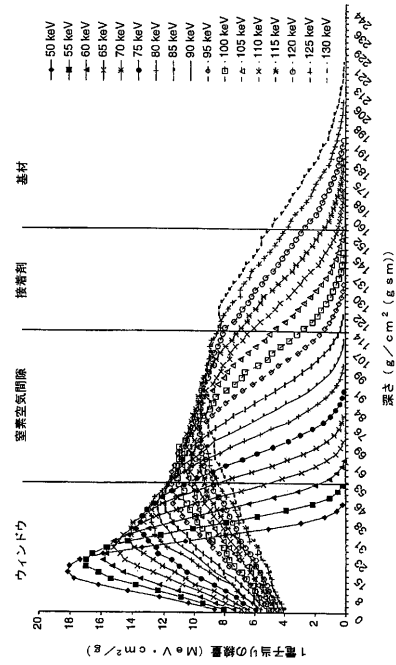
【図３】



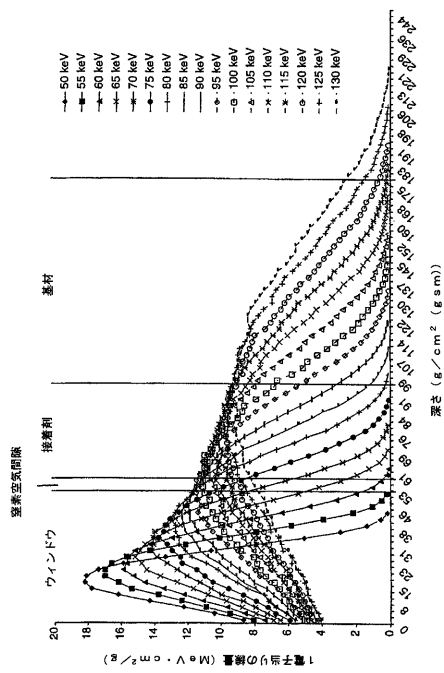
【図 4 A】



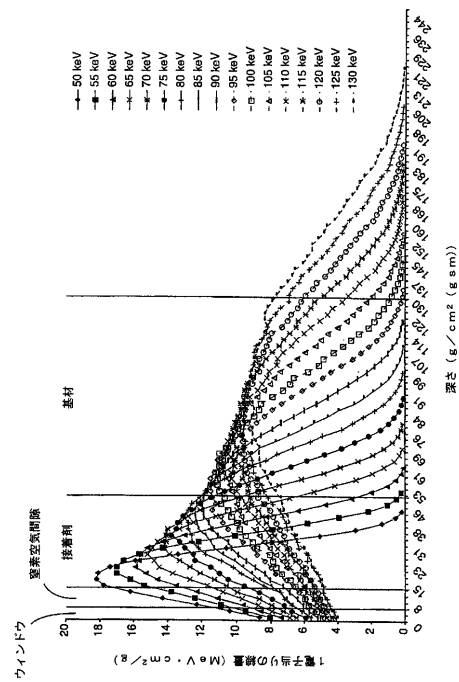
【図 4 B】



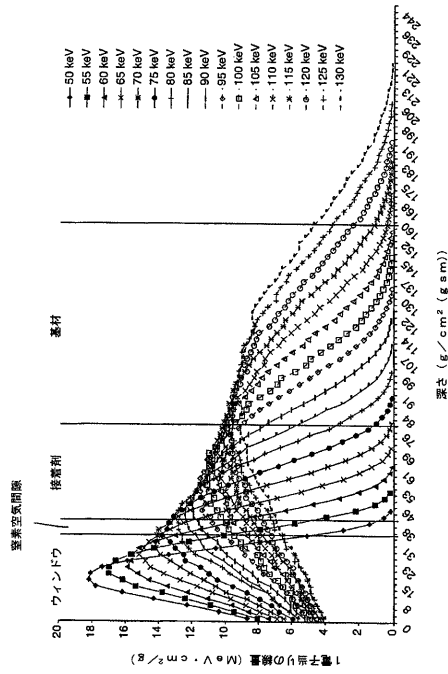
【図 4 C】



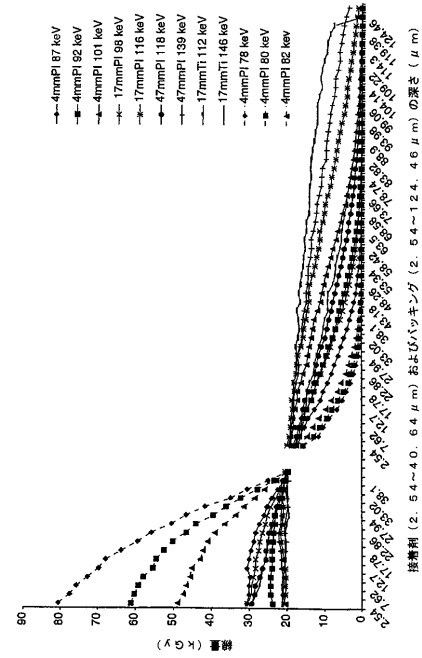
【図 4 D】



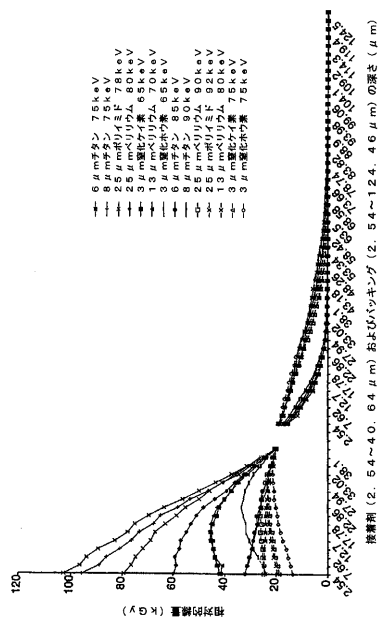
【図 4 E】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

- (72)発明者 ダグラス・イー・ワイス
アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3 4 2 7
- (72)発明者 ジェイムズ・ピー・ディジオ
アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3 4 2 7
- (72)発明者 ハービー・ダブリュー・カルウェイト
アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3 4 2 7
- (72)発明者 ロイ・ジー・シュレマー
アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3 4 2 7
- (72)発明者 ブルース・エイ・スベンテック
アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3 4 2 7

審査官 村川 雄一

- (56)参考文献 特開昭 6 0 - 2 3 1 3 2 3 (J P , A)
特開平 0 4 - 2 2 7 6 7 3 (J P , A)
実開平 0 2 - 0 5 2 2 0 0 (J P , U)
国際公開第 9 4 / 0 0 7 2 4 8 (W O , A 1)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
G21K 5/04
G21K 5/00