

JAERI-M
92-011

繊維不融化回転照射装置の製作と運転

1992年3月

笠井 昇・瀬口 忠男

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1992

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

繊維不融化回転照射装置の製作と運転

日本原子力研究所高崎研究所材料開発部

笠井 昇・瀬口 忠男

(1992年1月24日受理)

繊維不融化回転照射装置は、有機のポリカルボシラン繊維から耐熱性炭化ケイ素繊維への転換において放射線不融化処理を行うものである。有機繊維の放射線不融化は照射中にボビンを回転させ、ヘリウムガス雰囲気下で電子線照射により行われる。照射で繊維中に蓄積されたラジカルは照射後の空気による酸化を防止するため、不活性ガス中で熱処理して消滅させる。本装置は照射用ボビン、照射容器、熱処理容器、断熱材挿入箱および排気装置から構成されている。照射容器と熱処理容器には気密シャッターが設けられており、試料を空気に触れさせずに照射容器から熱処理容器へ移動できる。電子線加熱による試料温度の上昇を抑えるため、照射容器内壁の水冷パイプにヘリウムガス冷却用のフィンを取り付けた。ボビンに巻いた試料の線量は2 MV, 0.5 mA, ボビン回転数1 rpmの条件で7 kGy/mA・minであった。本装置により最大5kgのポリカルボシランの繊維を1度に照射できた。熱処理容器内の温度は高温で不均一性が大きくなるが、試料を回転することにより均一になった。この装置は工業規模のパイロット装置である。

Construction and Operating Performance of Apparatus for
Rotating Irradiation Fiber Curing

Noboru KASAI and Tadao SEGUCHI

Department of Material Development
Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Watanuki-cho, Takasaki-shi, Gunma-ken

(Received January 24, 1992)

Apparatus for rotating irradiation fiber curing was designed and constructed for the radiation curing on the synthesis of heat resistant silicon-carbide fiber from organic polycarbosilane fiber. The radiation curing of organic fiber was carried out by high energy electron beam irradiation under helium gas flow atmosphere by rotating fiber bobbin during irradiation. The trapped radicals in the fibers by irradiation were diminished by heat treatment in inert gas in order to prevent oxidation after irradiation in air. This apparatus is composed of irradiation fiber bobbin, irradiation chamber, heat treatment vessel, adiabator insertion box, and evacuation systems. Irradiation chamber and heat treatment vessel have the airtight shutters, and the fiber bobbin is transferred from irradiation chamber to heat treatment vessel without any contact with air (oxygen). In order to decrease temperature rise of the sample by electron beam heating, helium gas cooling fins connected to water cooling pipe are provided in the inside wall of irradiation vessel. The dose of sample fiber on the bobbin is 7kGy/mA min when 2MV and 0.5mA electron beam is irradiated under the bobbin rotation by 1rpm. Using this apparatus, polycarbosilane fiber of maximum 5kg can be cured by one time irradiation. The temperature inhomogeneity in the heat treatment vessel is enhanced at higher temperature, but heat treatment of sample can be homogenized by rotation during heat treatment.

This apparatus is operated as the pilot plant for the design of industry plant.

Keywords: Radiation Curing, Electron-beam, Irradiation-apparatus, Fiber Polycarbosilane, Silicon-carbide

目 次

| | |
|---------------------------|----|
| 1. はじめに | 1 |
| 2. 装置の概要 | 1 |
| 2.1 装置の製作目的 | 1 |
| 2.2 装置の構成 | 2 |
| 2.2.1 照射用ボビン | 2 |
| 2.2.2 照射容器 | 2 |
| 2.2.3 熱処理容器 | 3 |
| 2.2.4 断熱材挿入箱 | 3 |
| 2.2.5 排気装置 | 3 |
| 2.3 装置運転の方法 | 3 |
| 3. 装置の運転特性 | 4 |
| 3.1 真空排気 | 4 |
| 3.2 線量分布 | 5 |
| 3.3 照射による温度変化 | 7 |
| 3.4 熱処理容器の温度制御と温度分布 | 8 |
| 4. まとめ | 10 |
| 5. あとがき | 11 |
| 謝 辞 | 12 |
| 参考文献 | 12 |

Contents

| | |
|---|----|
| 1. Introduction | 1 |
| 2. Outline of Apparatus | 1 |
| 2.1 Propose of Construction of Apparatus | 1 |
| 2.2 Components of Apparatus | 2 |
| 2.2.1 Irradiation Bobbin | 2 |
| 2.2.2 Irradiation Chamber | 2 |
| 2.2.3 Heat Treatment Chamber | 3 |
| 2.2.4 Insertion Box of Adiabator | 3 |
| 2.2.5 Evacuation Apparatus | 3 |
| 2.3 Operation Procedure | 3 |
| 3. Characteristics of the Apparatus | 4 |
| 3.1 Evacuation | 4 |
| 3.2 Dose Distribution | 5 |
| 3.3 Temperature Change during Irradiation | 7 |
| 3.4 Temperature Control and Its Distribution in Heat Treatment Chamber | 8 |
| 4. Summary | 10 |
| 5. Afterword | 11 |
| Acknowledgements | 12 |
| References | 12 |

1. はじめに

炭化ケイ素繊維は耐熱性、耐酸化性、高強度、柔軟性を有するセラミック繊維で、繊維強化金属（Fiber Reinforced Metal：FRM）や繊維強化セラミックス（Fiber Reinforced Ceramics：FRC）などの先進複合材料（Advanced Composite Materials：ACM）の耐熱繊維として有望視され、開発研究が行われている¹⁻³⁾。炭化ケイ素繊維は、ポリカルボシラン系の有機化合物を熔融紡糸して、熱酸化による不融化处理の後、不活性ガス中で焼成することにより得られる⁴⁾。現在は、ポリカルボシランから得られた繊維を「ニカロン」、ポリチタノカルボシランから得られた繊維を「チラノ繊維」の商品名で製造販売されている。

これらの繊維は、製造プロセスで有機繊維を空气中熱酸化の不融化处理（熱酸化不融化法）する際に導入された酸素が、高温で炭素と反応して分解を起こすため、1300℃以上の高温では急激に強度が低下する⁵⁾。炭化ケイ素繊維の高温特性を改善するため、熔融紡糸した繊維を不活性ガス中で電子線照射により不融化（放射線不融化法）する方法が見いだされた⁶⁾。放射線不融化法は、熱酸化不融化法と違い、放射線による架橋であり酸素を必要としないで不融化が達成できる。このため、高温特性の向上に有効な方法である。繊維中の酸素量が少ないほど高温処理した繊維の強度が高いことが確められ、優れた耐熱性を示すことがわかった⁷⁾。

本報告は、有機ケイ素繊維の連続長繊維を電子線照射で不融化する研究を行うために製作した「繊維不融化回転照射装置」の構成とその特性について記述したものである。真空排気特性、線量分布などの照射特性および熱処理における加熱特性を明らかにした。

本装置は、繊維をボビンに巻いて回転させながら照射する方式であり、先に製作した「電子線照射不融化装置」⁸⁾のコンベアーによる往復移動照射方式と異なる。そのため、電子線照射不融化装置の1回の不融化处理量が数百グラムであるのに対し、この繊維不融化回転照射装置では数キログラムと10倍以上の量を不融化处理できる。従って、非常に長い不融化した連続繊維を得ることができる。

2. 装置の概要

2.1 装置の製作目的

繊維不融化回転照射装置は、数キログラムの有機ケイ素繊維を空気（酸素）の無い条件で電子線照射して架橋を起こさせ、焼成してセラミック繊維に転換させる際に繊維の形状を保持させる不融化处理を行うためのものである。さらに、照射後に残存する反応活性種（ラジカル）を空気（酸素）の無い条件で加熱し、酸化させずに消滅させるものである。

有機ケイ素繊維を巻いたボビン（300φ×320mm、3個連結）を照射容器に挿入し、真空に排気した後、ヘリウムガスを流しながら電子加速器（1号加速器⁹⁾）を用いて電子線照射を行

1. はじめに

炭化ケイ素繊維は耐熱性、耐酸化性、高強度、柔軟性を有するセラミック繊維で、繊維強化金属（Fiber Reinforced Metal：FRM）や繊維強化セラミックス（Fiber Reinforced Ceramics：FRC）などの先進複合材料（Advanced Composite Materials：ACM）の耐熱繊維として有望視され、開発研究が行われている¹⁻³⁾。炭化ケイ素繊維は、ポリカルボシラン系の有機化合物を溶融紡糸して、熱酸化による不融化处理の後、不活性ガス中で焼成することにより得られる⁴⁾。現在は、ポリカルボシランから得られた繊維を「ニカロン」、ポリチタノカルボシランから得られた繊維を「チラノ繊維」の商品名で製造販売されている。

これらの繊維は、製造プロセスで有機繊維を空气中熱酸化の不融化处理（熱酸化不融化法）する際に導入された酸素が、高温で炭素と反応して分解を起こすため、1300℃以上の高温では急激に強度が低下する⁵⁾。炭化ケイ素繊維の高温特性を改善するため、溶融紡糸した繊維を不活性ガス中で電子線照射により不融化（放射線不融化法）する方法が見いだされた⁶⁾。放射線不融化法は、熱酸化不融化法と違い、放射線による架橋であり酸素を必要としないで不融化が達成できる。このため、高温特性の向上に有効な方法である。繊維中の酸素量が少ないほど高温処理した繊維の強度が高いことが確められ、優れた耐熱性を示すことがわかった⁷⁾。

本報告は、有機ケイ素繊維の連続長繊維を電子線照射で不融化する研究を行うために製作した「繊維不融化回転照射装置」の構成とその特性について記述したものである。真空排気特性、線量分布などの照射特性および熱処理における加熱特性を明らかにした。

本装置は、繊維をボビンに巻いて回転させながら照射する方式であり、先に製作した「電子線照射不融化装置」⁸⁾のコンペアーによる往復移動照射方式と異なる。そのため、電子線照射不融化装置の1回の不融化处理量が数百グラムであるのに対し、この繊維不融化回転照射装置では数キログラムと10倍以上の量を不融化处理できる。従って、非常に長い不融化した連続繊維を得ることができる。

2. 装置の概要

2.1 装置の製作目的

繊維不融化回転照射装置は、数キログラムの有機ケイ素繊維を空気（酸素）の無い条件で電子線照射して架橋を起こさせ、焼成してセラミック繊維に転換させる際に繊維の形状を保持させる不融化处理を行うためのものである。さらに、照射後に残存する反応活性種（ラジカル）を空気（酸素）の無い条件で加熱し、酸化させずに消滅させるものである。

有機ケイ素繊維を巻いたボビン（300φ×320mm、3個連結）を照射容器に挿入し、真空に排気した後、ヘリウムガスを流しながら電子加速器（1号加速器⁹⁾）を用いて電子線照射を行

う。電子線（2 MV, 4~10 mA）照射で発熱する熱を効率良く除去するためボビンの肉厚をできる限り薄くするとともに、照射容器内にヘリウムガスを流通させる。さらに、容器の内壁に水冷による冷却フィンを設け、繊維温度を融点（約 250°C）以下に保持する。電子線照射後の繊維を空気と接触させると、ラジカルが酸素と反応して酸化を起こして繊維中に酸素が取り込まれる。また、急激な酸化反応のため有機ケイ素繊維が燃焼する。このため、照射容器内の繊維を空気に接触させることなく熱処理容器内に移し換え、アルゴンガスを流通させながら最大 600°C（873 K）まで加熱してラジカルを消滅させた後、室温まで放冷して大気中に取り出す。

本装置は、電子線照射開始から熱処理終了までの一連の工程において、大量の長繊維を空気と接触することなく、酸素の無い条件下で処理を行うことのできる装置である。

2.2 装置の構成

本装置は、照射用ボビン、照射容器、断熱材挿入箱、熱処理容器および排気装置から構成されている。なお、照射容器と熱処理容器には気密シャッターが取り付けられている。気密シャッターは試料の挿入、取り出し口に設けられており、容器内の真空または不活性ガス雰囲気気密を保持するとともに照射容器内の試料を空気と遮断した状態で熱処理容器に移し換えるためのものである。

2.2.1 照射用ボビン

有機ケイ素繊維の照射・熱処理は直径 300 mm、長さ 320 mm の中空のボビンに巻き付けた状態で行われる。照射用ボビンは Photo.1 および Fig.1 に示したように、繊維を巻いたボビン 3 個を支持具により固定したものであり、3 個のボビンを同時に回転しながら照射・熱処理を行うものである。なお、巻いた繊維と直接接触するボビン（胴部）は照射による発熱を抑制することや熱の拡散を早めるため、厚さ 100 μ m の薄板（SUS 304）を用い、厚さ 500 μ m（SUS 304）のフランジで補強する構造とした。

2.2.2 照射容器

照射容器は排気装置による真空排気後にヘリウムガスを導入し、ヘリウムガス気流中で繊維を巻いた照射用ボビンを 0.5 ~ 2 rpm の範囲で回転させながら電子線照射を行うもので Photo.2 に写真を、Fig.2 に概略を示した。照射容器には 80 × 1,000 mm に厚さ 50 μ m のチタン箔を取り付けた照射窓、試料挿入・取り出し用に 450 mm ϕ の窓を有する空気遮断用の気密シャッター（両端に 2 基）、シャッター駆動装置、照射用ボビンを回転させる回転装置、電子線照射による発熱を防止するための冷却板（Fig.3 に概略を示した）、照射容器内の温度上昇を抑制するための冷却フィン、圧力計、ヘリウムガス用流量計および各種バルブ等が取り付けられている。照射用ボビンの回転表示や制御、照射容器内の温度（熱電対 K により測定）等は、照射室内の照射容器からスリーブを通した配線により、照射室外の制御盤で表示、制御される。また、ヘリウムガスは同じようにスリーブを通して配管が接続してあり、照射室外から供給される。

2.2.3 熱処理容器

熱処理容器は照射後の試料を空気に接触させずに、アルゴンガス中で加熱してラジカルを消滅させるもので Photo.3 に写真を、Fig.4 に概略を示した。熱処理容器には 450 mm ϕ の窓を有する気密シャッター、シャッター駆動装置、照射用ボビンを回転させる回転装置、軸方向に設けられた 8 本のヒーター（1.2kW/本）、視窓、照射容器内から熱処理容器へ照射用ボビンを通すためのハンドバー、圧力計、アルゴンガス用流量計、容器外周の断熱材及び各種バルブ等が取り付けられている。照射用ボビンは回転数 0.5 ~ 2 rpm で回転しながら、熱処理容器の軸方向に取り付けられたヒーターにより最大 600°C（873 K）まで加熱できる。昇温速度、処理温度および保持時間等はプログラムコントローラーにより設定、制御される。なお、熱による変形、劣化を受けやすい気密シャッターや駆動軸等のオーリングパッキン部分については、水で冷却できる構造となっている。

2.2.4 断熱材挿入箱

熱処理容器による試料加熱時において、気密シャッターの窓は輻射熱を受けるため変形し、容器内の気密保持に支障をきたす恐れがある。断熱材挿入箱は、熱処理容器に照射用ボビンを挿入した後で、気密シャッターの窓の輻射熱を遮るために断熱材を入れるものであり、Photo.4 に写真を、Fig.5 に概略を示した。断熱材の入った断熱栓は熱処理容器内で安定するように厚さを十分に厚くしてある。断熱栓は熱処理容器の気密シャッターに断熱材挿入箱を接続して空気が侵入しないよう真空排気、ガス置換した後に気密シャッターを開けて挿入する。なお、断熱材は断熱栓中に完全密閉された状態ではない。

2.2.5 排気装置

試料は空気に接触させることなく、照射開始から熱処理終了までの一連の工程を行う必要がある。このため、照射容器、熱処理容器および熱処理容器に接続した後の断熱材挿入箱内をガス置換の前に 1 Pa 以下（ 10^{-3} torr 台）まで真空排気する。排気装置はメカニカルブースターポンプ排気装置 VPM-50（真空機工製）で到達圧力 4×10^{-2} Pa（ 3×10^{-4} torr）、排気速度 50 m³/h の能力を有するタイプのものである。メカニカルブースターポンプは油回転真空ポンプと組み合わせて使用し、約 4×10^3 Pa（30 torr）程度から作動し、大きな排気速度を持つため排気時間を大幅に短縮できる。

2.3 装置運転の方法

本装置運転のフローシートを Fig.6 に示した。最初に有機ケイ素繊維を巻いたボビン 3 個を支持具により固定（フランジ両側からはさみつける）し、照射用ボビンを組み立てる。照射容器内に照射用ボビンを挿入した後、気密シャッターを閉めて排気装置により真空排気する。1 Pa 以下（ 10^{-3} torr 台）の真空度になったら排気を終了し、ヘリウムガスを導入して照射容器内がプラスの圧力になる条件で流通させる。照射用ボビンを所定の回転数に設定した後、電子線を所定時間照射する。照射風景を Photo.5 に示した。照射の際、冷却板と冷却フィンに冷却

水を流して照射による発熱を防止する。照射終了後、照射容器の気密シャッターに熱処理容器の気密シャッターをオーリングのパッキンを介して接続する。接続状態を Photo.6 に示した。熱処理容器の気密シャッターを開けて熱処理容器内及び気密シャッター間の空間部分を真空排気する。排気後、アルゴンガスを導入して熱処理容器内を大気圧より少し高い圧力（プラス圧）にする。照射容器の気密シャッターを開いた後、熱処理容器のハンドバーを照射容器内の照射用ボビンのフランジ部に掛けて引っ張り、照射用ボビンを熱処理容器内に移動する。照射容器と熱処理容器の気密シャッターを閉めた後、接続部を切り離す。断熱栓を入れた断熱材挿入箱を熱処理容器の気密シャッターに接続した後、挿入箱内を真空排気する。排気後、アルゴンガスを導入してプラス圧にし、熱処理容器の気密シャッターを開けて断熱栓を熱処理容器内に挿入する。気密シャッターを閉じてから断熱材挿入箱を切り離す。照射用ボビンを所定の回転数に設定し、熱処理容器にアルゴンガスを流通させながら、所定の昇温速度で最大 600°C (873 K) まで加熱し、所定時間熱処理する。その後、放冷し大気中に試料を取り出す。なお、加熱時において熱処理容器の気密シャッターのオーリングパッキン部と回転軸のパッキン部を水で冷却して熱による変形、劣化を防止する。

3. 装置の運転特性

3.1 真空排気

本装置において、照射開始から熱処理終了までの一連の工程を、空気と遮断して行う必要がある。このため、照射時（照射容器）はヘリウムガス、加熱時（熱処理容器）はアルゴンガスを容器内に流通させながら行う。できる限り空気を除くため、ガス置換する前に排気装置により照射容器内および熱処理容器内を 1 Pa 以下 (10^{-3} torr 台) まで真空排気する。照射容器については気密シャッターを閉めた状態で真空排気した時の排気開始からの時間と真空度を調べ、気密シャッターの気密効果を調べた。また、実際の運転操作において、照射容器から熱処理容器への試料の移し換え時に、それぞれの気密シャッター同士を接続した後、気密シャッター間の空間についても真空排気するとともに、気密シャッターを開けた状態でも真空度を保持できる必要がある。このため、熱処理容器については照射容器の気密シャッターと接続した後に熱処理容器の気密シャッターを開け、パッキンを介して接続した気密シャッター間の空間を一緒に真空排気した。この時の時間と真空度の関係を調べ、真空排気に対する気密シャッター同士の接続効果を確認した。

真空度は $1.0 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa ($7.6 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{-3}$ torr) まで測定でき、2 レンジ自動切り替え (1 レンジ = $1.0 \times 10^5 \sim 9.3 \times 10^1$ Pa ; 2 レンジ = $1.3 \times 10^2 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa) のピラニー真空計 P T - 9 P (大亜真空製) を用いて測定し、記録計により記録した。

Fig. 7 に気密シャッターを閉めて照射容器内 (容積約 430 ℓ) を真空排気した時の排気時間と真空度の関係の一例を示した。排気開始後、油回転ポンプにより真空度が緩やかに上昇した。真空度が 2×10^4 Pa に達するとメカニカルブースターポンプが作動し、真空度が急激に上昇

水を流して照射による発熱を防止する。照射終了後、照射容器の気密シャッターに熱処理容器の気密シャッターをオーリングのパッキンを介して接続する。接続状態を Photo.6 に示した。熱処理容器の気密シャッターを開けて熱処理容器内及び気密シャッター間の空間部分を真空排気する。排気後、アルゴンガスを導入して熱処理容器内を大気圧より少し高い圧力（プラス圧）にする。照射容器の気密シャッターを開いた後、熱処理容器のハンドバーを照射容器内の照射用ボビンのフランジ部に掛けて引っ張り、照射用ボビンを熱処理容器内に移動する。照射容器と熱処理容器の気密シャッターを閉めた後、接続部を切り離す。断熱栓を入れた断熱材挿入箱を熱処理容器の気密シャッターに接続した後、挿入箱内を真空排気する。排気後、アルゴンガスを導入してプラス圧にし、熱処理容器の気密シャッターを開けて断熱栓を熱処理容器内に挿入する。気密シャッターを閉じてから断熱材挿入箱を切り離す。照射用ボビンを所定の回転数に設定し、熱処理容器にアルゴンガスを流通させながら、所定の昇温速度で最大 600°C（873 K）まで加熱し、所定時間熱処理する。その後、放冷し大気中に試料を取り出す。なお、加熱時において熱処理容器の気密シャッターのオーリングパッキン部と回転軸のパッキン部を水で冷却して熱による変形、劣化を防止する。

3. 装置の運転特性

3.1 真空排気

本装置において、照射開始から熱処理終了までの一連の工程を、空気と遮断して行う必要がある。このため、照射時（照射容器）はヘリウムガス、加熱時（熱処理容器）はアルゴンガスを容器内に流通させながら行う。できる限り空気を除くため、ガス置換する前に排気装置により照射容器内および熱処理容器内を 1 Pa 以下（ 10^{-3} torr 台）まで真空排気する。照射容器については気密シャッターを閉めた状態で真空排気した時の排気開始からの時間と真空度を調べ、気密シャッターの気密効果を調べた。また、実際の運転操作において、照射容器から熱処理容器への試料の移し換え時に、それぞれの気密シャッター同士を接続した後、気密シャッター間の空間についても真空排気するとともに、気密シャッターを開けた状態でも真空度を保持できる必要がある。このため、熱処理容器については照射容器の気密シャッターと接続した後に熱処理容器の気密シャッターを開け、パッキンを介して接続した気密シャッター間の空間を一緒に真空排気した。この時の時間と真空度の関係を調べ、真空排気に対する気密シャッター同士の接続効果を確認した。

真空度は $1.0 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa（ $7.6 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{-3}$ torr）まで測定でき、2レンジ自動切り替え（1レンジ = $1.0 \times 10^5 \sim 9.3 \times 10^1$ Pa；2レンジ = $1.3 \times 10^2 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa）のピラニー真空計 P T - 9 P（大亜真空製）を用いて測定し、記録計により記録した。

Fig. 7 に気密シャッターを閉めて照射容器内（容積約 430 ℓ）を真空排気した時の排気時間と真空度の関係の一例を示した。排気開始後、油回転ポンプにより真空度が緩やかに上昇した。真空度が 2×10^4 Pa に達するとメカニカルブースターポンプが作動し、真空度が急激に上昇

(93 Paで真空計のレンジが自動的に切り替わった)した。排気開始から約14分で1 Paに達し、約22分で0.4 Paに達した。また、2~4 Paで真空度に段差が生じる現象は、真空排気のたびに見られることから、この真空度で容器内に付着している水分、グリース等の中に含まれた空気や水分などが抜けるために起こるものと思われる。このように、気密シャッターが2個(照射容器の両端)付いた照射容器においても14分程度で1 Paに達する。

Fig. 8に熱処理容器(容積約430 ℓ)を照射容器の気密シャッターとパッキンを介して接続し、熱処理容器の気密シャッターを開けた状態で熱処理容器と気密シャッター間の空間(容積約5 ℓ)を真空排気した時の真空度の変化を示した。排気開始から12分程度で真空度の上昇が非常に緩やかになったため、熱処理容器の気密シャッターを閉めたところ、真空度が急激に上昇して約0.3 Paとなった。このため、気密シャッター同士の接続を強めて、再び気密シャッターを開けたところ、2~4 Paから真空度が緩やかに上昇し始め、真空排気開始から約21分後に1 Paに到達した。これらのことから、気密シャッターを閉めた状態での気密性は非常に良好であるとともに、気密シャッター同士を接続して片側の気密シャッターを開けた状態でも高い真空度まで排気できることがわかった。

Fig. 9に断熱材挿入箱(容積約80 ℓ)を熱処理容器の気密シャッターに接続して、真空排気した時の真空度の変化を示した。断熱材挿入箱に断熱栓がない時(a)には約5分で1 Paに達したが、断熱栓がある時(b)には7~8分で1 Paとなった。本来、挿入箱に断熱栓を入れると真空排気する容積は減少し、真空排気時間が減少するはずである。しかし、断熱材が断熱栓中に密閉された状態に入っていないため、断熱材も一緒に真空排気することになり、所定の真空度に到達するまで長時間を要したものと思われる。

以上のように、大きな容積を有する照射容器や熱処理容器を短時間に大気圧から1 Paまで真空排気できたことから、気密シャッターにより容器内の気密が十分保たれていることが明らかになった。また、気密シャッター同士の接続状態においても、接続を正常に行うことにより所定の真空度が容易に得られることから、照射容器から熱処理容器への照射した試料の移し換えの操作においても、断熱栓の挿入操作においても空気の侵入を防止できることが分かった。

3.2 線量分布

1号加速器で本装置により試料を照射する場合の吸収線量をCTA(Cellulose Tri-Acetate)フィルム線量計¹⁰⁾(幅8 mm、厚さ125 μm)により調べた。加速器の照射窓と照射用ボビンの関係をFig.10に示した。CTAフィルム線量計(富士フィルム製)は、Fig.11に示したように各ボビンの軸方向と円周方向に1枚ずつ取り付け(加速器スキャンナーの窓からボビン上端まで約495 mm)加速器の加速電圧2 MV、ビーム電流0.5 mA、ボビンの回転数1 rpm(周速942 mm/min)の条件で20分間(ボビン20回転)照射を行った。照射終了後、CTAフィルムの吸光度を測定して、下記の式より吸収線量を計算した。

$$\text{Dose} = (\text{O.D}_s - \text{O.D}_B) / 0.063 \quad \text{Mrad} (\times 10 \text{ kGy})$$

ここで、 $O.D_s$ は照射したCTAフィルムの吸光度、 $O.D_B$ は未照射のCTAフィルムの吸光度である。

ボビン軸方向の線量分布をFig.12に、ボビン円周方向の線量分布をFig.13に示した。Fig.12に示した軸方向の線量分布は、中央のボビンの分布（No.2）が両端のボビンの分布（No.1とNo.3）に比較して均一であり、線量も約100kGy（10Mrad）と少し高くなっている。また、両端のボビンの線量（No.1とNo.3）は中央側のフランジ近くにおいて（No.1では右側、No.3では左側）いずれも急激に低下した部分が見られた。これは、Fig.14に強調して示したように、スキャンされた電子がフランジにより遮られ直接電子が到達しない（フランジ等で散乱した電子等による照射を受ける）影の部分が生じたためである。円周方向の線量率分布においてはFig.13に示したように10%以上も線量が低下したシャープな谷が3本から4本見られた。この原因としては、加速器の加速電圧とボビンのステンレス板の厚さによる影響が考えられる。すなわち、1号加速器で電圧2MVの照射条件において照射を受ける試料の厚さはDepth-Doseの関係から約 $1.1\text{g}/\text{cm}^2$ （密度が $1\text{g}/\text{cm}^3$ のものでは1.1cmの厚さ）であり¹¹⁾、厚さ100 μm のステンレス製ボビンでは支持棒等の障害物が無い場合Fig.15(a)に示したように電子線ボビンを透過し、裏側Bの位置においても照射を受ける。しかし、実際の照射用ボビンでは3個のボビンを接続・固定するために支持棒がある。このため、Fig.15(b)に示したようにボビンの裏側Bの位置において、支持棒の遮蔽で照射を受けない影の部分ができるため、線量の低下した谷の部分が生じたものと考えられる。また、谷が3本と4本の違いは、Fig.15(c)に示したように円周方向のCTAフィルムの取り付けにおいて、フィルムの両端が支持棒の部分とほとんど重なりフィルムの端部が測定できなかつたため、フィルムNo.4、5が3本となり、フィルムNo.6だけフィルム両端の位置が少しずれて測定できたため4本になったものと考えられる。このように、円周方向において位置が少しずれると線量が大きく変化することからFig.12のNo.3の線量が他の2つに比べて低いのは、取り付け位置が他の2つ（No.1とNo.2）と少しずれていたためと思われる。平均的な線量は約100kGy（10Mrad）、線量率は $10\text{kGy}/\text{mA}\cdot\text{min}$ となり、部分的（谷の部分）に約90kGy（線量率 $9\text{kGy}/\text{mA}\cdot\text{min}$ ）になることが分かった。しかし、この結果はボビンに繊維を巻かない状態の線量率である。実際の照射実験においては繊維を巻いて行うため、電子線がボビンを透過し、照射窓の裏側Bの位置において受ける線量は少ないと考えられる。そこで、今回ボビンに繊維を巻いた状態を模擬するために、ボビンの板厚を厚くし、電子線がボビンを透過して照射窓の裏側Bの位置において照射を受けないようにして線量測定を行った。

ボビンを0.8mmのステンレス板（2MVでの電子線の透過厚は $1.1\text{g}/\text{cm}^2$ 、ステンレスの比重を7.9とすると1.4mmあればボビンの裏側の位置まで透過する電子線を遮ることができる。ボビンの板厚を0.8mmとすると、電子線はボビンの照射窓側を透過するが、照射窓の裏側Bの位置まで透過しないためBの位置のCTAフィルムにまで到達しない）としてFig.11と同じ位置にCTAフィルムを取り付けて同じ条件で照射して、線量測定を行った。

測定結果をFig.16とFig.17に示した。Fig.16に示した軸方向の線量分布は、70~75kGyで比較的均一であった。また、Fig.12と同じようにフランジの影響で両端のボビンの線量は中央側のフランジ近くにおいて（左のボビン（No.1）では右側、右のボビン（No.3）では左側）いずれも急激に低下した部分が見られた。円周方向の線量分布はFig.17に示したように、3個の

ポビンとも70kGyでほとんど均一であった。今回の測定結果からポビンに繊維を巻いて照射する場合（電子線が照射窓の裏側のポビンを透過しない）の線量は軸方向で70～75kGy、円周方向で70kGyであることからほとんど均一に照射を受けることが分かった。なお、放射線照射による不融化において線量不足は焼成時の融着・発泡等の原因となるため、線量を小さな値の70kGyとして線量率を求めると7kGy/mA・min（0.7Mrad/mA・min）となった。

今回の線量測定結果から、回転照射において繊維を巻いて照射する場合と巻かない場合では線量や線量分布に大きな違いが生じることが明かになった。すなわち、繊維を巻かない場合は照射窓の裏側の位置においても照射を受けるとともに支持棒の影響を受けるため線量分布は大きくなったが、平均約100kGyの線量（線量率10kGy/mA・min）であった。これに対して、繊維を巻いた場合は線量分布は均一で約70kGyの線量（線量率7kGy/mA・min）となり、繊維を巻かない場合に比べて30%低い値となる。このことは、70kGyがポビンの表側で照射され、30kGyが裏側で照射されていたことを意味する。これらのことから、厚さの薄いポビンに繊維を少し巻いて（繊維の層が薄い）照射する場合と多く巻いて（繊維の層が厚い）照射する場合では、最大30%程度の線量変化が考えられるため、繊維を巻く量を常に一定にして照射実験した方が良いと思われる。また、線量または線量率を正確に求めるためには、所定量の繊維をポビンに巻いた後にCTAフィルムを取り付けて線量測定する必要がある。

3.3 照射による温度変化

電子加速器を用いて照射する場合、照射試料や照射容器の発熱が大きくなり、その対策が問題となる。ビーム電流や出力が大きいほど照射時の発熱量が増大する¹¹⁾。しかし、ビーム電流や出力を小さくして照射すると、線量率が小さいために長時間に渡り照射が必要となる。有機ケイ素系繊維は熱に対して不安定であり、照射開始初期に高い温度に曝されると熔融し、繊維形状を保てなくなる。これを照射後に熱処理すると発泡するようになる。このため、本装置において照射による試料温度の上昇を抑制するために下記の対策を講じた。

- ① 繊維を巻くポビンのステンレス板の肉厚を100 μ mの薄板とし、照射によるポビンの発熱を抑えると同時に熱の拡散を高めた。
- ② ポビンを回転させながら照射を行い（回転照射）、繊維またはポビンの温度の上昇を抑える。繊維は加速器照射窓の下を通過する時に照射され、通り過ぎると照射されない。すなわち、照射-空冷の繰り返しとなる。移動照射（回転による繰り返し照射）は固定照射（連続照射）に比べて、到達飽和温度が小さくなる⁹⁾。
- ③ 繊維やポビンの温度上昇を抑えても、照射容器内の温度が上昇するため結果的に繊維の温度が上昇することになる。このため、照射容器内に水冷のラジエーター（冷却フィン）を設け、照射容器内の温度（Heガスの温度）上昇を抑制する。
- ④ 有機ケイ素系繊維は照射すると架橋が起こり、熱に対する安定性が向上する。このため、照射開始初期のビーム電流を低く抑え（線量率が小さい）、線量が増大して架橋が進行するにつれてビーム電流を上昇させる照射方式とする。

照射による試料温度の変化を測定することは、試料と熱電対の比熱の違いや熱電対への照射による流入電子が影響をおよぼすため難しい。このため、熱電対Kは直接電子線の照射を受けない位置（円周方向で照射容器中心から230mm，軸方向で照射ボビンの中心部と両側350mmの位置）に3点取り付け、照射における照射容器内の温度変化を測定した。なお、照射容器内部をPhoto.7に示した。

Fig.18にラジエーターに冷却水（約20ℓ/min）を流しながら照射した時の照射容器内の温度変化を測定した結果を示した。なお、照射は電圧2MV，電流4～10mAでボビンを1rpmで回転させながら行った。照射容器内の温度は照射開始前は22°C，4mAで30°C，6mAで37°C，8mAで42°C，10mAで48°Cであった。このように、照射容器内の温度は電流が大きいほど高くなっている。しかし、この温度は直接照射を受けない照射容器内空間部の温度であり、直接照射を受ける繊維やボビンの温度はもっと高いものと思われる。この条件で照射した有機ケイ素繊維は熱処理後の観察において熔融した形跡がないことから、照射中の試料温度が有機ケイ素繊維の熔融温度（照射前は約250°Cであるが照射により熔融温度が変化）以下で正常に不融化処理できることがわかった。

3.4 熱処理容器の温度制御と温度分布

照射終了した繊維は、照射ボビンごと熱処理容器内に移し換えて熱処理を行う。熱処理開始から所定の温度・時間での熱処理、熱処理終了後の室温近くまでの放冷に長時間を要するため、本装置では2基の熱処理容器を製作し、熱処理工程において2個の試料を同時に行うことができる。熱処理容器はそれぞれ8本（1.2KW/本）のヒーターにより最大600°Cまで加熱できる。そして、設定温度や温度上昇速度はプログラム温度調節器（オムロンE5T）により設定する。また、試料ボビンは加熱時において0.5～2rpmで回転できる。熱処理容器の内部をPhoto.8に示した。今回設定温度に対する実際の熱処理容器内の温度およびボビン位置による温度分布を調べた。

(1) 設定温度と熱処理容器内温度

熱処理容器内の温度はシース型の熱電対（K）により3点測定する。熱電対は軸方向で照射ボビンの中心部と両側350mm，円周方向で熱処理容器中心から240mmの位置でヒーターとヒーターの間接点での温度を検知する。熱処理容器内の温度は、照射ボビンの中心部を測定する熱電対で検知して制御される。Fig.19(a)は100°C/hの昇温速度で500°Cまでボビンを回転しないで昇温した時の温度曲線である。100°C以下の低温側では温度制御が難しいため、昇温速度が一定にならないが、100°C以上では昇温速度が一定となった。到達温度は最高約510°C（No.2），最低約490°C（No.1，3），すなわち設定温度に対して±10°Cとなった。Fig.19(b)は照射ボビンを1rpmで回転させながら、（a）と同じ加熱条件で加熱させた時の温度曲線である。照射ボビンを回転させても、回転しない時とほとんど同じ傾向を示した。ただし、温度を制御しているボビン中心部（No.2）の温度はほとんど設定温度の500°Cを示し、最低温度も490°Cとなった。このことは、照射ボビンを回転させた方が少しではあるが、設定温度に対する温度幅が小さくなったものと思われる。Fig.19(c)は昇温速度と回転数が（b）と同じで、設

定温度を 375°C とした時の温度曲線である。到達温度は最大 380°C、最低 370°C で $\pm 5^\circ\text{C}$ の温度幅となり、500°C 設定に比べて温度の幅が小さかった。今回測定した温度はポビン軸方向での温度である。今回のポビン軸方向での熱処理容器内の温度測定からでは位置による温度の違いは少なかったが、ポビンを回転した方が設定温度に対して熱処理容器内の温度幅が小さくなり、設定温度の低い方が温度幅が小さくなることがわかった。

(2) ポビン位置による温度分布

熱処理時における照射ポビンの回転効果を調べるため、ポビンを回転させた場合と回転させない場合についての温度分布を調べた。熱処理は実際には 350°C ~ 500°C で行うが熱電対等ではポビン回転時の温度が測定できないことから、サーモラベル（日油技研工業製）をポビンに貼り、温度分布を調べた。サーモラベルの使用温度は低いため、実際の熱処理温度より低い温度で加熱して分布を調べた。今回用いたサーモラベルは 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220°C 用のもので、それぞれ各温度に到達するとテープ内部の示温部が変色する。すなわち、一瞬でもその温度以上になった場合に変色する。サーモラベルの貼り付け位置を Fig.20 に示した。

サーモラベルを Fig.20(a) に示した位置に貼り付け、ポビンを 0.5 rpm で回転させながら 100°C/h の昇温速度で 180°C まで昇温し、その温度で 1 時間保持してポビンの軸方向の温度分布を調べた。結果は、No. 1, 2 においては 190°C 用が変色して 200°C 用が変色していないことから 190°C 以上で 200°C 以下 ($190^\circ\text{C} < \text{No. 1}, \text{No. 2} < 200^\circ\text{C}$)、No. 3 においては 180°C 用が変色して 190°C 用が変色していないことから 180°C 以上で 190°C 以下 ($180^\circ\text{C} < \text{No. 3} < 190^\circ\text{C}$) であった。このことから、ポビンの軸方向における温度分布は測定精度や誤差はあるものの、およそ $1^\circ\text{C} \sim 19^\circ\text{C}$ ($190^\circ\text{C} - 189^\circ\text{C} = 1^\circ\text{C}$, $199^\circ\text{C} - 180^\circ\text{C} = 19^\circ\text{C}$) の範囲であることがわかった。また、熱処理容器内の温度（熱電対で測定）は Fig.21 に示したように 180°C を大きく越えることがなく最大 182°C（デジタル温度計の読み）であった。しかし、ポビンに張り付けたサーモラベルで 190°C 以上を示したことから、ポビンの温度は熱電対で測定・記録している温度より高くなることがわかった。この原因としては、ヒーターの出力、制御方法、温度計の熱容量の違いや温度測定等の問題が考えられる。すなわち、本ヒーターによる温度制御は、設定温度と実際の温度との温度差に応じて小さな出力や大きな出力がパルス的にかかり、昇温や温度保持を行う方式である。このため、瞬間的にヒーターに大きな出力がかかり、高い温度となり輻射熱としてポビンに高い温度を与えたものと思われる。また、熱処理容器内の温度を測定する熱電対 K はシース型であり、測ろうとする温度が周期的に変動する場合には、温度の指示が時間的に遅れるとともに指示温度の変化の幅は減少するため、パルス的にかかる大きな熱出力を検知しないものと思われる。ポビンの温度が熱処理容器内の温度より高くなる理由がパルス的にかかる出力による輻射熱によるものであれば、実際に繊維を熱処理する場合においては、ポビンに巻いた繊維の表面部において高い温度となるが、巻いた繊維の内部においては直接輻射熱の影響を受けないため熱処理容器内の温度と同じになるものと思われる。そこで、ポビンの内側（ステンレス板 100 μm の裏側）に Fig.20(a) と同じ位置にサーモテープを貼り付け、上記と同じ条件で加熱した。その結果、No. 1, No. 2 については 180°C 以上で 190°C 以下 ($180^\circ\text{C} < \text{No. 1}, \text{No. 2} < 190^\circ\text{C}$)、No. 3 については 170°C 以上で 180°C 以下 ($170^\circ\text{C} < \text{No. 3} < 180^\circ\text{C}$) の結果となった。この結果は熱電対で測定している熱処理容器内の最高温度と同じであった。

以上のことをまとめると

No. 1, 2 のボビン表面温度： $190^{\circ}\text{C} < \text{No. 1, No. 2} < 200^{\circ}\text{C}$

No. 1, 2 のボビン裏側温度： $180^{\circ}\text{C} < \text{No. 1, No. 2} < 190^{\circ}\text{C}$

No. 3 のボビン表面温度： $180^{\circ}\text{C} < \text{No. 3} < 190^{\circ}\text{C}$

No. 3 のボビン裏側温度： $170^{\circ}\text{C} < \text{No. 3} < 180^{\circ}\text{C}$

となり、いずれもボビン裏側が表面に比べ 10°C 低いサーモラベルが変色した。このことから、ボビンに繊維を巻いて熱処理した場合において、繊維の表面と内部で最大 19°C ($199^{\circ}\text{C} - 180^{\circ}\text{C} = 19^{\circ}\text{C}$) の違いが生じる可能性があることがわかった。また、ボビン内の最大温度差は 29°C ($199^{\circ}\text{C} - 170^{\circ}\text{C} = 29^{\circ}\text{C}$) であることがわかった。

照射用ボビンを回転しない時の円周方向の温度分布を調べるため、Fig.20(b)に示した位置(ボビンの表面)にサーモテープを貼り付けて 180°C まで加熱した。その結果

No. 1 ~ No. 4 のボビンの表面温度： $190^{\circ}\text{C} < \text{No. 1} \sim \text{No. 4} < 200^{\circ}\text{C}$

No. 5 のボビンの表面温度： $170^{\circ}\text{C} < \text{No. 5} < 180^{\circ}\text{C}$

となった。すなわち、照射用ボビンを回転させずに熱処理すると円周方向で $11^{\circ}\text{C} \sim 29^{\circ}\text{C}$ ($190^{\circ}\text{C} - 179^{\circ}\text{C} = 11^{\circ}\text{C}$, $199^{\circ}\text{C} - 170^{\circ}\text{C} = 29^{\circ}\text{C}$) の範囲で低い温度の部分が生じる。(ボビンを回転させた場合には $1 \sim 19^{\circ}\text{C}$ の温度差)この部分は (No. 5) は Fig.20(b)からも明らかのように、ヒーターから遠い位置になっているために温度が低いものと思われる。

照射した繊維の実際の熱処理温度は 180°C より高い $350 \sim 500^{\circ}\text{C}$ であることから、今回のサーモラベルの測定結果より大きな温度分布になるものと思われる。しかし、所定の温度に到達した後の温度保持の状態においては、大きな出力を要しないため温度分布が小さいと思われる。

以上の温度測定の結果から、ボビンを回転させながら熱処理を行うことにより、軸方向や円周方向の温度分布を小さくでき、繊維を均一に熱処理できることがわかった。

4. ま と め

- (1) 大きな容積(約 430ℓ)を有する照射容器や熱処理容器を短時間に 1 Pa まで真空排気できることから、本装置に設置されている気密シャッターは容器の気密を十分に保持できる。
- (2) 気密シャッター同士の接続状態において、片方の気密シャッターを開いて真空排気を行っても所定の真空度まで容易に到達することから、空気の無い条件で照射容器から熱処理容器へのボビンの移し換えや断熱栓の挿入操作を行うことができる。
- (3) 照射用ボビンの軸方向の線量分布は、中央のボビンでは比較的均一であるが、両端のボビンではフランジの影響により、中央側のフランジ近くで急激に線量が低下した部分が見られた。また、フランジは肉厚の板のため照射による発熱等も考慮すると、繊維をフランジの近くまで巻くのは好ましくない。

以上のことをまとめると

No. 1, 2 のボビン表面温度： $190^{\circ}\text{C} < \text{No. 1}, \text{No. 2} < 200^{\circ}\text{C}$

No. 1, 2 のボビン裏側温度： $180^{\circ}\text{C} < \text{No. 1}, \text{No. 2} < 190^{\circ}\text{C}$

No. 3 のボビン表面温度： $180^{\circ}\text{C} < \text{No. 3} < 190^{\circ}\text{C}$

No. 3 のボビン裏側温度： $170^{\circ}\text{C} < \text{No. 3} < 180^{\circ}\text{C}$

となり、いずれもボビン裏側が表面に比べ 10°C 低いサーモラベルが変色した。このことから、ボビンに繊維を巻いて熱処理した場合において、繊維の表面と内部で最大 19°C ($199^{\circ}\text{C} - 180^{\circ}\text{C} = 19^{\circ}\text{C}$) の違いが生じる可能性があることがわかった。また、ボビン内の最大温度差は 29°C ($199^{\circ}\text{C} - 170^{\circ}\text{C} = 29^{\circ}\text{C}$) であることがわかった。

照射用ボビンを回転しない時の円周方向の温度分布を調べるため、Fig.20(b)に示した位置(ボビンの表面)にサーモテープを貼り付けて 180°C まで加熱した。その結果

No. 1 ~ No. 4 のボビンの表面温度： $190^{\circ}\text{C} < \text{No. 1} \sim \text{No. 4} < 200^{\circ}\text{C}$

No. 5 のボビンの表面温度： $170^{\circ}\text{C} < \text{No. 5} < 180^{\circ}\text{C}$

となった。すなわち、照射用ボビンを回転させずに熱処理すると円周方向で $11^{\circ}\text{C} \sim 29^{\circ}\text{C}$ ($190^{\circ}\text{C} - 179^{\circ}\text{C} = 11^{\circ}\text{C}$, $199^{\circ}\text{C} - 170^{\circ}\text{C} = 29^{\circ}\text{C}$) の範囲で低い温度の部分が生じる。(ボビンを回転させた場合には $1 \sim 19^{\circ}\text{C}$ の温度差)この部分は (No. 5) は Fig.20(b)からも明らかのように、ヒーターから遠い位置になっているために温度が低いものと思われる。

照射した繊維の実際の熱処理温度は 180°C より高い $350 \sim 500^{\circ}\text{C}$ であることから、今回のサーモラベルの測定結果より大きな温度分布になるものと思われる。しかし、所定の温度に到達した後の温度保持の状態においては、大きな出力を要しないため温度分布が小さいと思われる。

以上の温度測定の結果から、ボビンを回転させながら熱処理を行うことにより、軸方向や円周方向の温度分布を小さくでき、繊維を均一に熱処理できることがわかった。

4. ま と め

- (1) 大きな容積(約 430ℓ)を有する照射容器や熱処理容器を短時間に 1 Pa まで真空排気できることから、本装置に設置されている気密シャッターは容器の気密を十分に保持できる。
- (2) 気密シャッター同士の接続状態において、片方の気密シャッターを開いて真空排気を行っても所定の真空度まで容易に到達することから、空気の無い条件で照射容器から熱処理容器へのボビンの移し換えや断熱栓の挿入操作を行うことができる。
- (3) 照射用ボビンの軸方向の線量分布は、中央のボビンでは比較的均一であるが、両端のボビンではフランジの影響により、中央側のフランジ近くで急激に線量が低下した部分が見られた。また、フランジは肉厚の板のため照射による発熱等も考慮すると、繊維をフランジの近くまで巻くのは好ましくない。

- (4) 円周方向の線量分布は、繊維が巻いていない場合において照射ボビンの支持棒の影響を受けて10%程度線量の低いシャープな谷が発生するが、繊維を巻いた場合にはほとんど均一な分布になる。
- (5) 板厚の薄いボビン (sus 100 μ m) に繊維を少し巻いて (繊維層が薄い) 照射する場合には、電子線がボビンを通過して照射窓の裏側の位置においても照射を受けることから、繊維を多く巻いて (繊維層が厚い) 照射する場合に比べて、最大30%程度の線量増加となる。
- (6) 線量率は、繊維を巻かない場合10 kGy/mA \cdot min, 繊維を巻いた場合7 kGy/mA \cdot minであった。
- (7) 本装置において、照射による試料温度の上昇を防止するため、3.3節に記した4項目の対策を講じた。この結果、今回の照射条件では照射容器内の温度が最大約50 $^{\circ}$ C (323 K)であった。また、照射により有機ケイ素繊維の熔融が見られなかったことから、照射中の試料温度が有機ケイ素繊維の熔融温度 (照射前は約250 $^{\circ}$ Cであるが照射により熔融温度が変化) 以下で正常に不融化処理できる。
- (8) 熱処理容器内の温度分布は、設定温度の高い方が温度差が大きくなる。また、ボビンを回転することにより温度差が小さくなる。
- (9) サーモラベルをボビンに貼り付けて、実際の使用温度より低い温度でボビンの温度分布を測定した結果、ボビンに繊維を巻いて熱処理した場合、最大29 $^{\circ}$ Cの温度差が生じる。

5. あとがき

これまで、繊維状からシート状まで、形状の長い試料を照射する場合、試料を電子加速器の照射窓の下を連続的に通過させ、照射した試料をボビン等に巻き取る方法等が用いられてきた。そして、照射部に不活性ガスを流通させることや、照射前から照射後の巻き取りまでの部分をガス置換のできる密閉式の照射容器に入れることで、試料を空気と遮断して電子線照射が行われている。しかし、これらの方法では強度の小さい試料の連続的な照射が難しい上に、照射後の試料を空気に触れさせることなく加熱等を行うことができない。

我々は、先に製作した電子線照射不融化装置では、パレット内に繊維を螺旋状に置き、密閉式の照射容器内に設置されたコンベヤーによりパレットを照射窓下に往復移動して照射した後、パレットごと加熱容器に入れて熱処理する方法を用いた。しかし、この方法では繊維量の割に照射容器が大型化するため、大量の繊維や連続した長繊維を照射するためには現実的な方法ではない。本繊維不融化回転照射装置は、電子線照射不融化装置をスケールアップしたもので、実用化のためのパイロット装置である。本装置では、スケールアップの問題点を浮き彫りにし効果的な対策を取ると共に、SiCの連続長繊維を試作するものである。これにより得られた知見はそのまま、工業化の際に適用できるものと思われる。

- (4) 円周方向の線量分布は、繊維が巻いていない場合において照射ボビンの支持棒の影響を受けて10%程度線量の低いシャープな谷が発生するが、繊維を巻いた場合にはほとんど均一な分布になる。
- (5) 板厚の薄いボビン (sus 100 μ m) に繊維を少し巻いて (繊維層が薄い) 照射する場合には、電子線がボビンを通過して照射窓の裏側の位置においても照射を受けることから、繊維を多く巻いて (繊維層が厚い) 照射する場合に比べて、最大30%程度の線量増加となる。
- (6) 線量率は、繊維を巻かない場合10 kGy/mA \cdot min, 繊維を巻いた場合7 kGy/mA \cdot minであった。
- (7) 本装置において、照射による試料温度の上昇を防止するため、3.3節に記した4項目の対策を講じた。この結果、今回の照射条件では照射容器内の温度が最大約50 $^{\circ}$ C (323 K)であった。また、照射により有機ケイ素繊維の熔融が見られなかったことから、照射中の試料温度が有機ケイ素繊維の熔融温度 (照射前は約250 $^{\circ}$ Cであるが照射により熔融温度が変化) 以下で正常に不融化処理できる。
- (8) 熱処理容器内の温度分布は、設定温度の高い方が温度差が大きくなる。また、ボビンを回転することにより温度差が小さくなる。
- (9) サーモラベルをボビンに貼り付けて、実際の使用温度より低い温度でボビンの温度分布を測定した結果、ボビンに繊維を巻いて熱処理した場合、最大29 $^{\circ}$ Cの温度差が生じる。

5. あとがき

これまで、繊維状からシート状まで、形状の長い試料を照射する場合、試料を電子加速器の照射窓の下を連続的に通過させ、照射した試料をボビン等に巻き取る方法等が用いられてきた。そして、照射部に不活性ガスを流通させることや、照射前から照射後の巻き取りまでの部分をガス置換のできる密閉式の照射容器に入れることで、試料を空気と遮断して電子線照射が行われている。しかし、これらの方法では強度の小さい試料の連続的な照射が難しい上に、照射後の試料を空気に触れさせることなく加熱等を行うことができない。

我々は、先に製作した電子線照射不融化装置では、パレット内に繊維を螺旋状に置き、密閉式の照射容器内に設置されたコンベヤーによりパレットを照射窓下に往復移動して照射した後、パレットごと加熱容器に入れて熱処理する方法を用いた。しかし、この方法では繊維量の割に照射容器が大型化するため、大量の繊維や連続した長繊維を照射するためには現実的な方法ではない。本繊維不融化回転照射装置は、電子線照射不融化装置をスケールアップしたもので、実用化のためのパイロット装置である。本装置では、スケールアップの問題点を浮き彫りにし効果的な対策を取ると共に、SiCの連続長繊維を試作するものである。これにより得られた知見はそのまま、工業化の際に適用できるものと思われる。

謝 辞

本装置の設計に当り、有益な助言をいただいた照射施設課金沢 孝夫氏に感謝致します。本装置を用いて炭化ケイ素繊維の不融化実験を行い、装置の運転に協力していただいた日本カーボン(株)武田 道夫、松崎 貞夫の両氏および宇部興産(株)佐藤 光彦、原田 義勝の両氏に感謝いたします。また、加速器による照射、本装置の運転作業をしていただいた放射線照射振興協会山田 力造、川島 郁男の両氏にお礼を申し上げます。最後に、本装置の製作を引き受け、完成させたケイエスオート(株)の故 荒巻 覚氏に深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 市川 宏：工業材料，36，No.11，25(1988)
- 2) 和久芳春，山村武民：工業材料，36，No.11，46(1988)
- 3) 山村武民：工業材料，36，No.13，41(1988)
- 4) 岡村清人：高分子，37，464(1988)
- 5) K.Okamura, M.Sato, T.Matuzawa, Y.Hasegawa：Polymer，25，6(1984)
- 6) 岡村清人：放射線化学，45，41(1988)；K.Okamura, M.Sato, T.Seguchi, and S.Kawanishi：Controlled Interphase in Composite Materials, p.209(1990)
- 7) 今井義一：次世代産業基盤技術「第1回超耐環境性先進材料シンポジウム講演集」p.91(1990)
- 8) 笠井 昇，西井正信，瀬口忠男：JAERI-M 91-064(1991)「電子線照射不融化装置の製作と運転特性」
- 9) 金沢孝夫，春山保幸，宇野定則，四本圭一，田中隆一，鷲野正光，吉田健三：JAERI-M 86-005(1986)「高崎研1号加速器(デュアルビーム型，2 MeV，60 KW)の電子線出力特性」
- 10) 田中隆一，三友昭市，須永博美，松田光司，田村直幸：JAERI-M 82-033(1982)「CTA線量計マニュアル」

謝 辞

本装置の設計に当り、有益な助言をいただいた照射施設課金沢 孝夫氏に感謝致します。本装置を用いて炭化ケイ素繊維の不融化実験を行い、装置の運転に協力していただいた日本カーボン(株)武田 道夫、松崎 貞夫の両氏および宇部興産(株)佐藤 光彦、原田 義勝の両氏に感謝いたします。また、加速器による照射、本装置の運転作業をしていただいた放射線照射振興協会山田 力造、川島 郁男の両氏にお礼を申し上げます。最後に、本装置の製作を引き受け、完成させたケイエスオート(株)の故 荒巻 覚氏に深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 市川 宏：工業材料，36，No.11， 25 (1988)
- 2) 和久芳春，山村武民：工業材料，36，No.11， 46 (1988)
- 3) 山村武民：工業材料，36，No.13， 41 (1988)
- 4) 岡村清人：高分子，37， 464 (1988)
- 5) K. Okamura, M. Sato, T. Matuzawa, Y. Hasegawa : Polymer, 25, 6 (1984)
- 6) 岡村清人：放射線化学，45， 41 (1988)；K. Okamura, M. Sato, T. Seguchi, and S. Kawanishi : Controlled Interphase in Composite Materials, p. 209 (1990)
- 7) 今井義一：次世代産業基盤技術「第1回超耐環境性先進材料シンポジウム講演集」p. 91 (1990)
- 8) 笠井 昇，西井正信，瀬口忠男：JAERI-M 91-064 (1991)「電子線照射不融化装置の製作と運転特性」
- 9) 金沢孝夫，春山保幸，宇野定則，四本圭一，田中隆一，鷺野正光，吉田健三：JAERI-M 86-005 (1986)「高崎研1号加速器(デュアルビーム型，2 MeV，60 KW)の電子線出力特性」
- 10) 田中隆一，三友昭市，須永博美，松田光司，田村直幸：JAERI-M 82-033 (1982)「CTA線量計マニュアル」

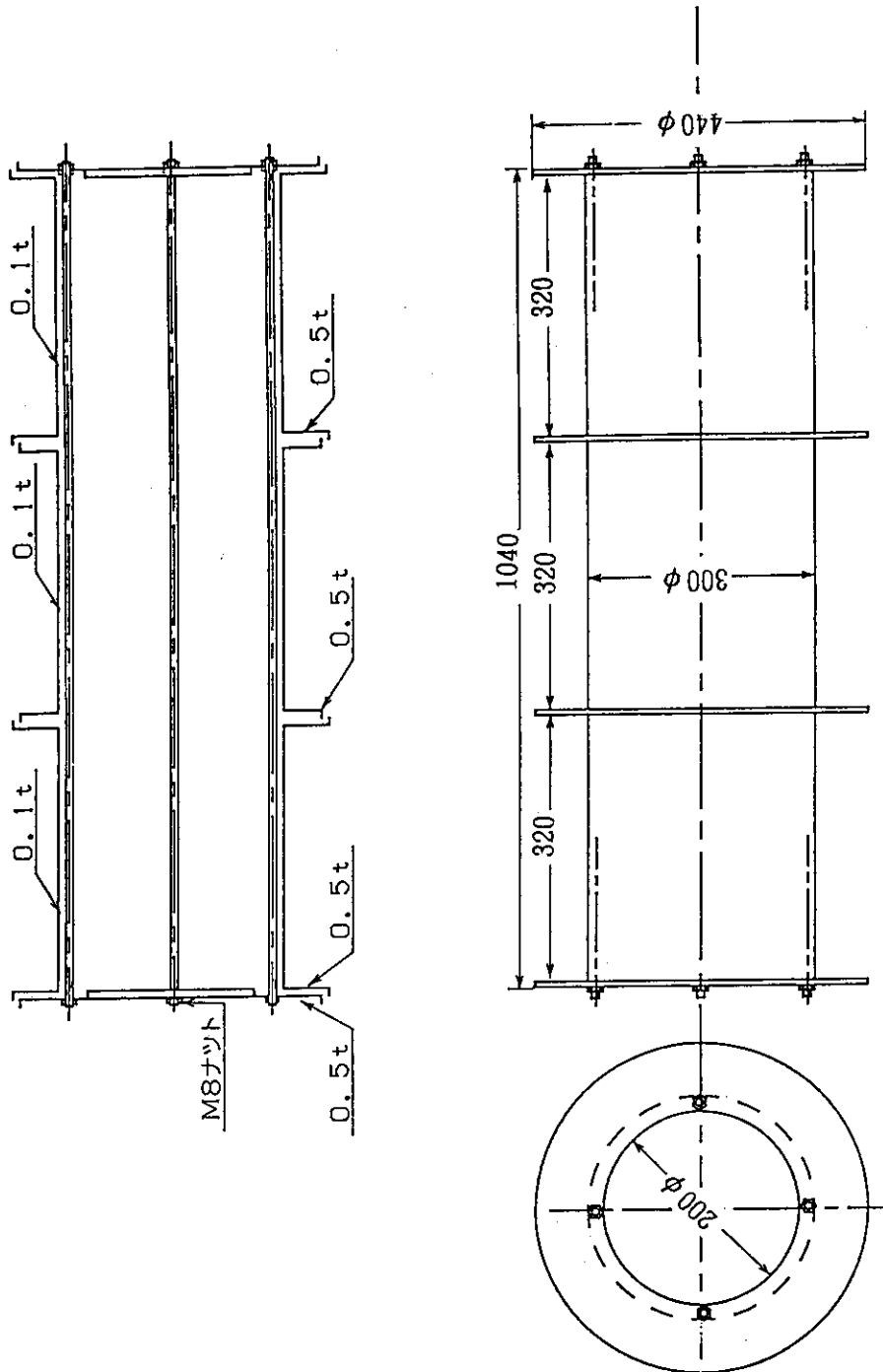


Fig. 1 Design drawing of irradiation bobbin.

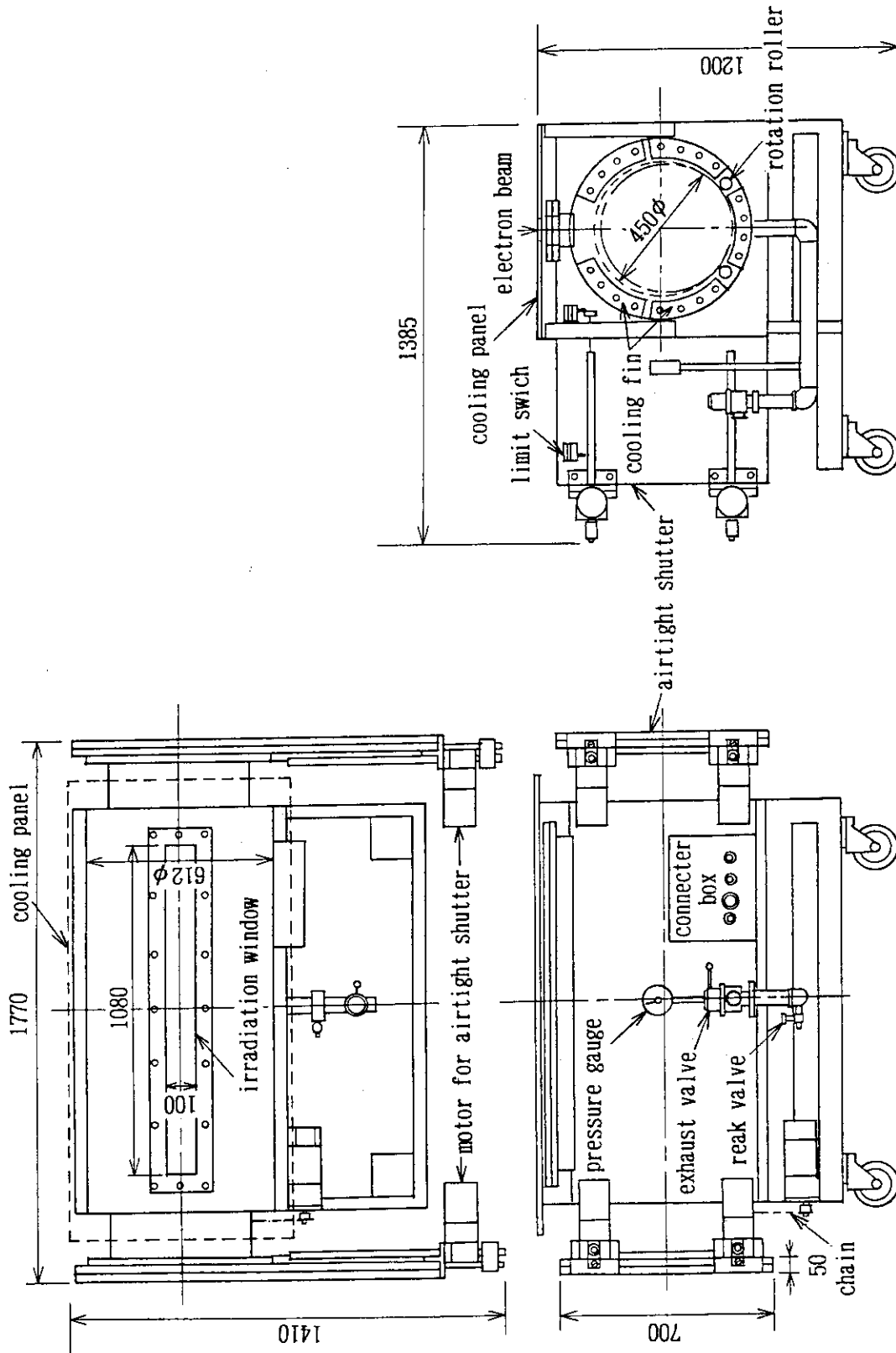


Fig. 2 Design drawing of irradiation chamber.

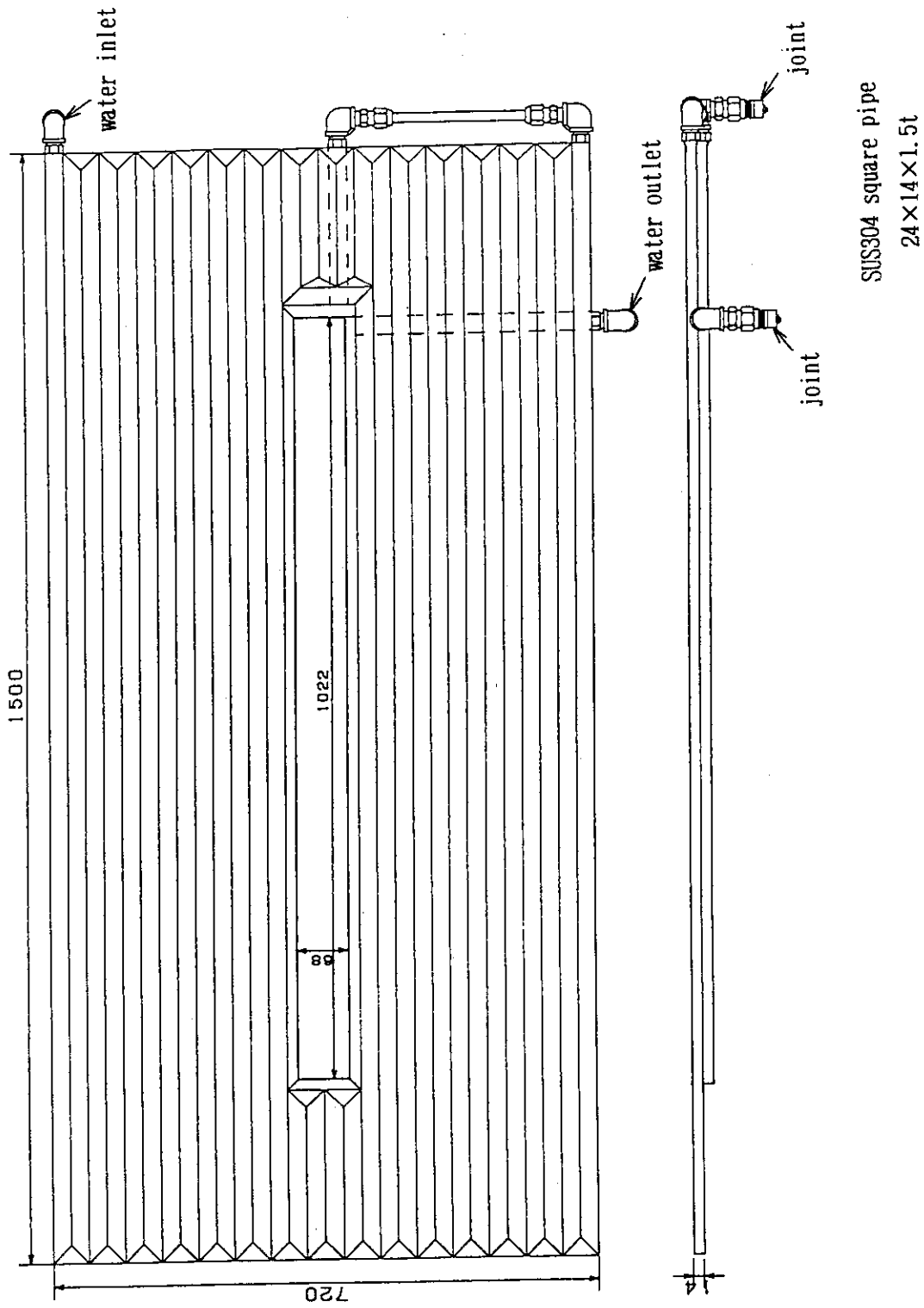


Fig. 3 Design drawing of cooling panel.

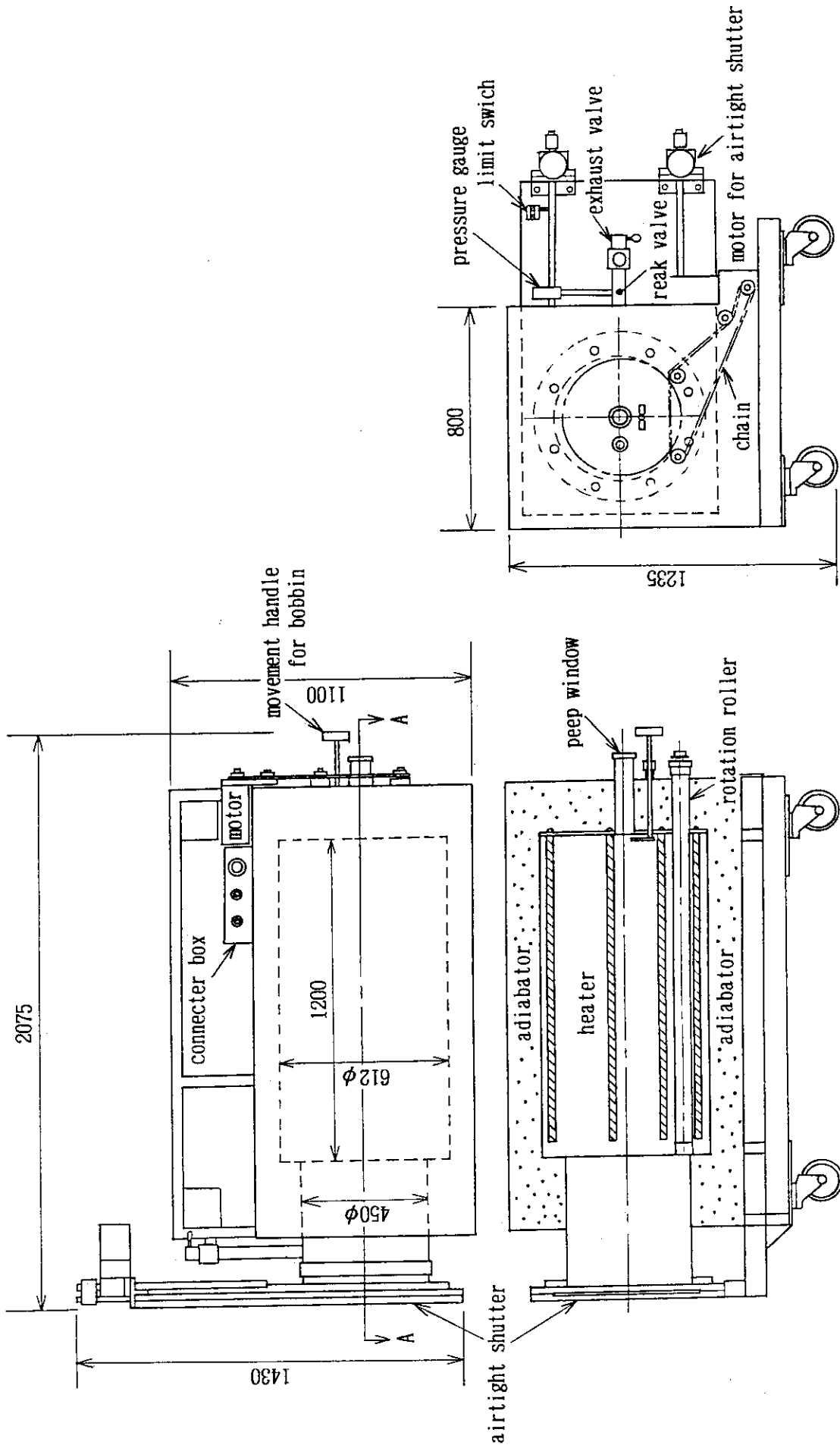


Fig. 4 Design drawing of heat treatment vessel.

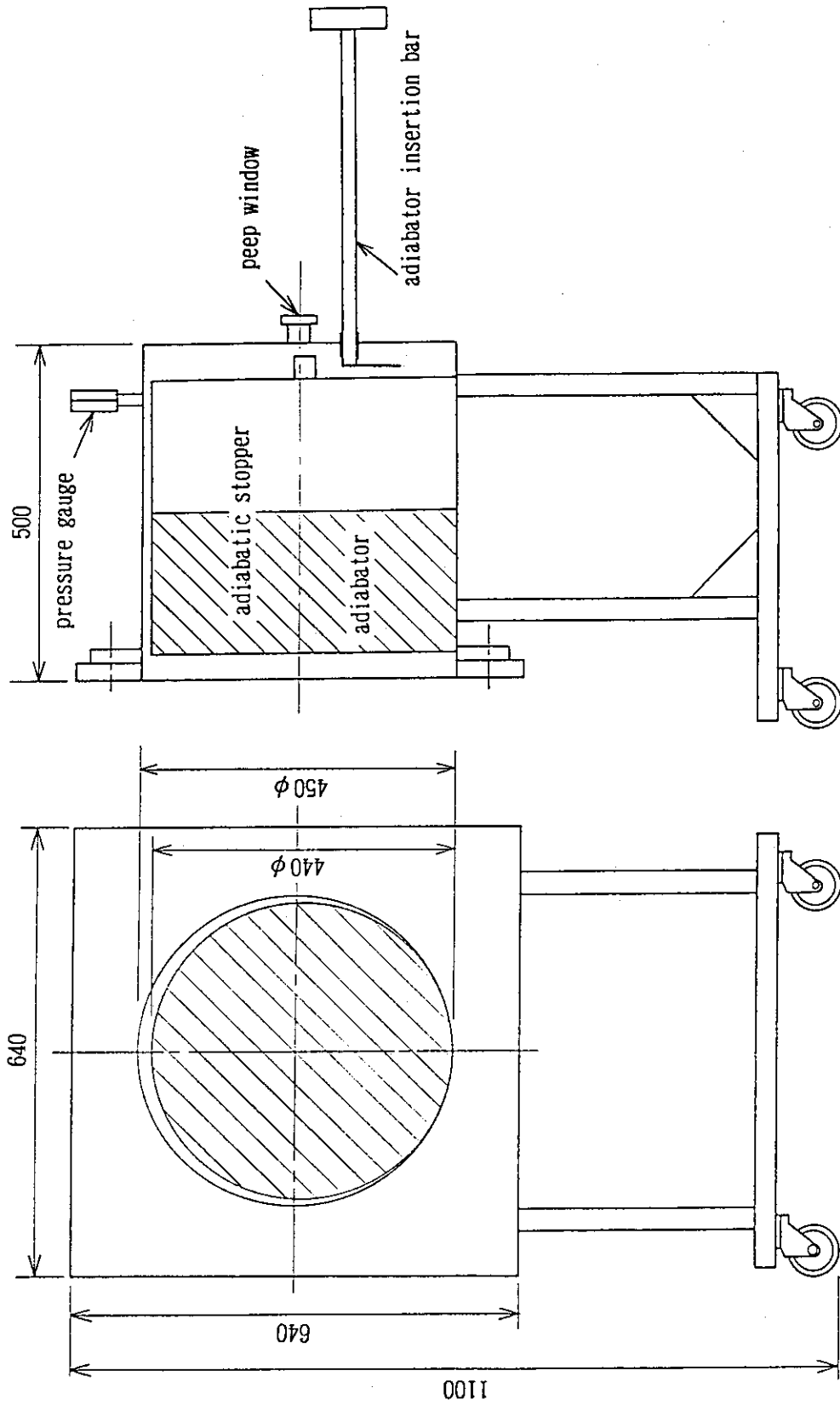


Fig. 5 Design drawing of adiabator insertion box.

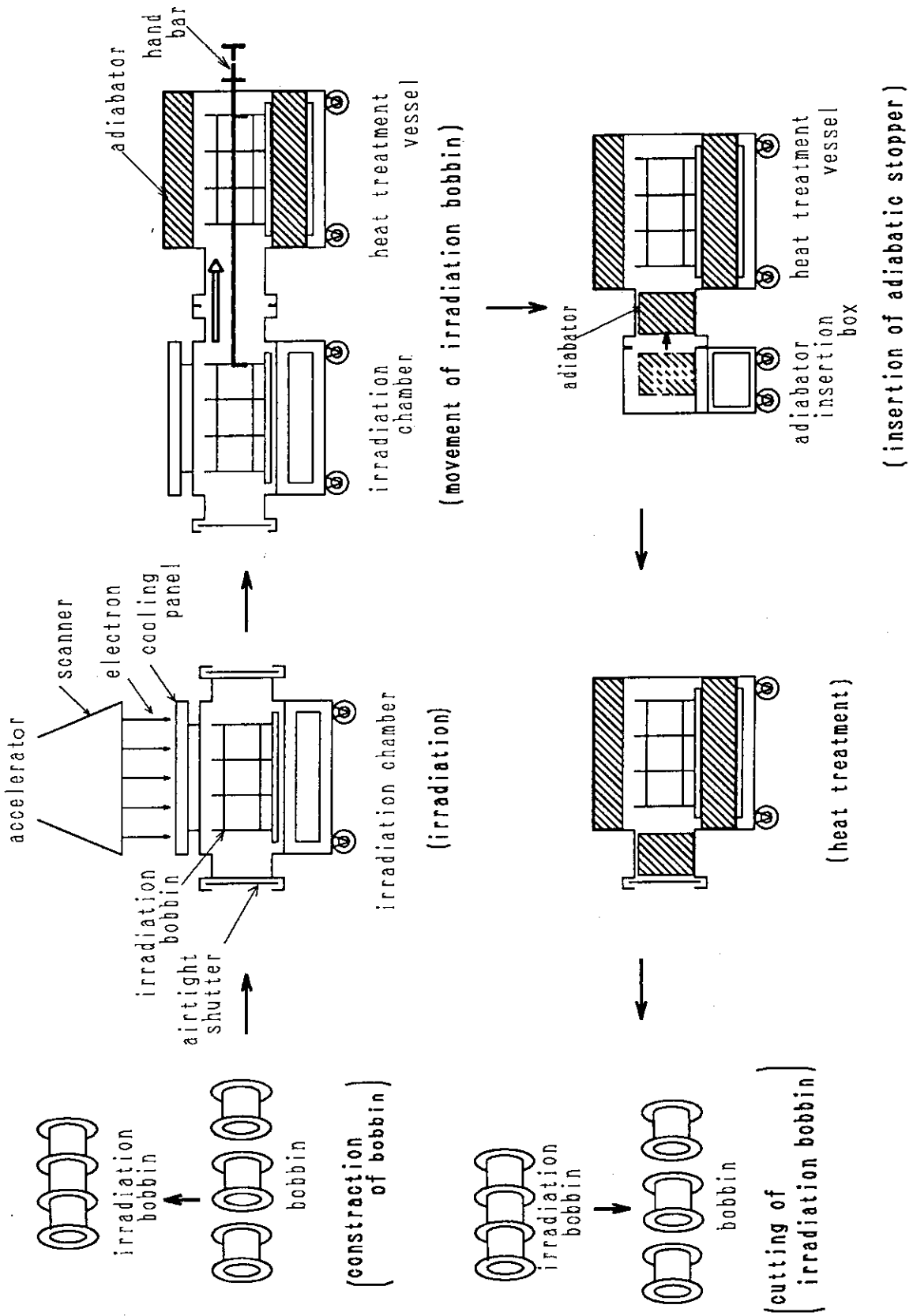


Fig. 6 Flow sheet of apparatus for rotating irradiation fiber curing.

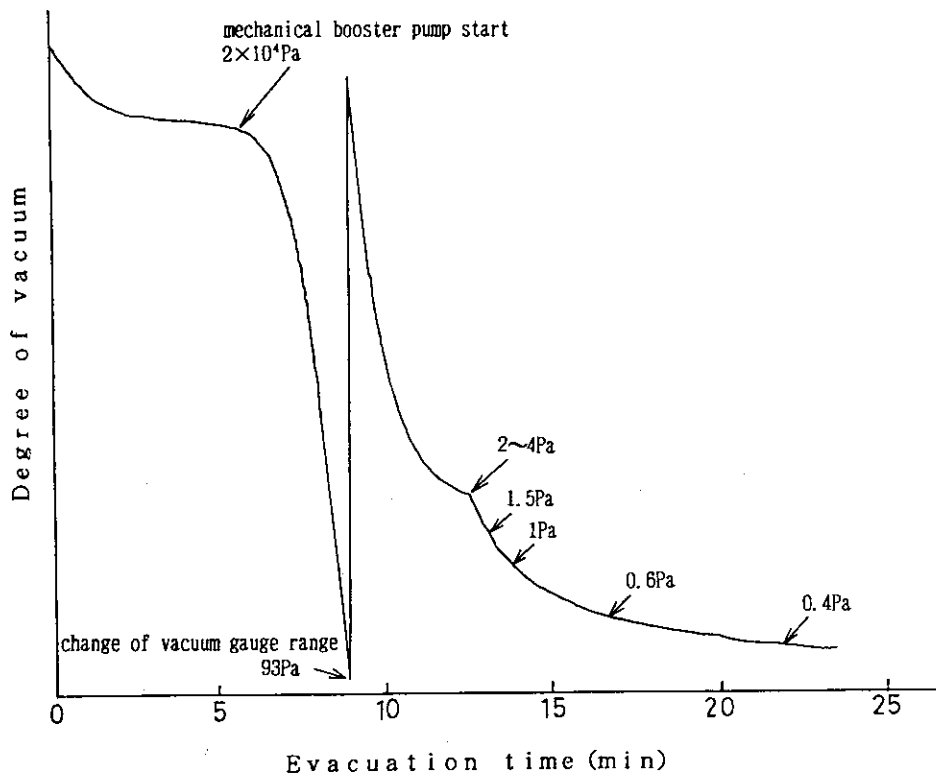


Fig. 7 Vacuum vs. evacuation time in irradiation chamber.

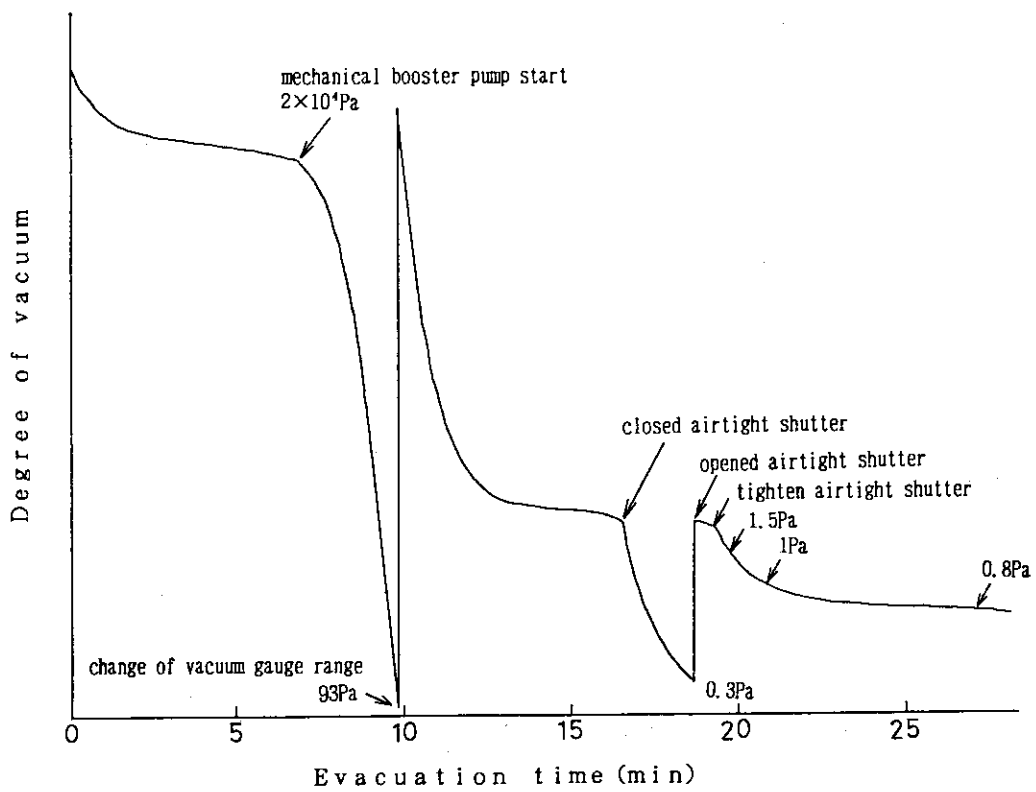


Fig. 8 Vacuum vs. evacuation time in heat treatment vessel.

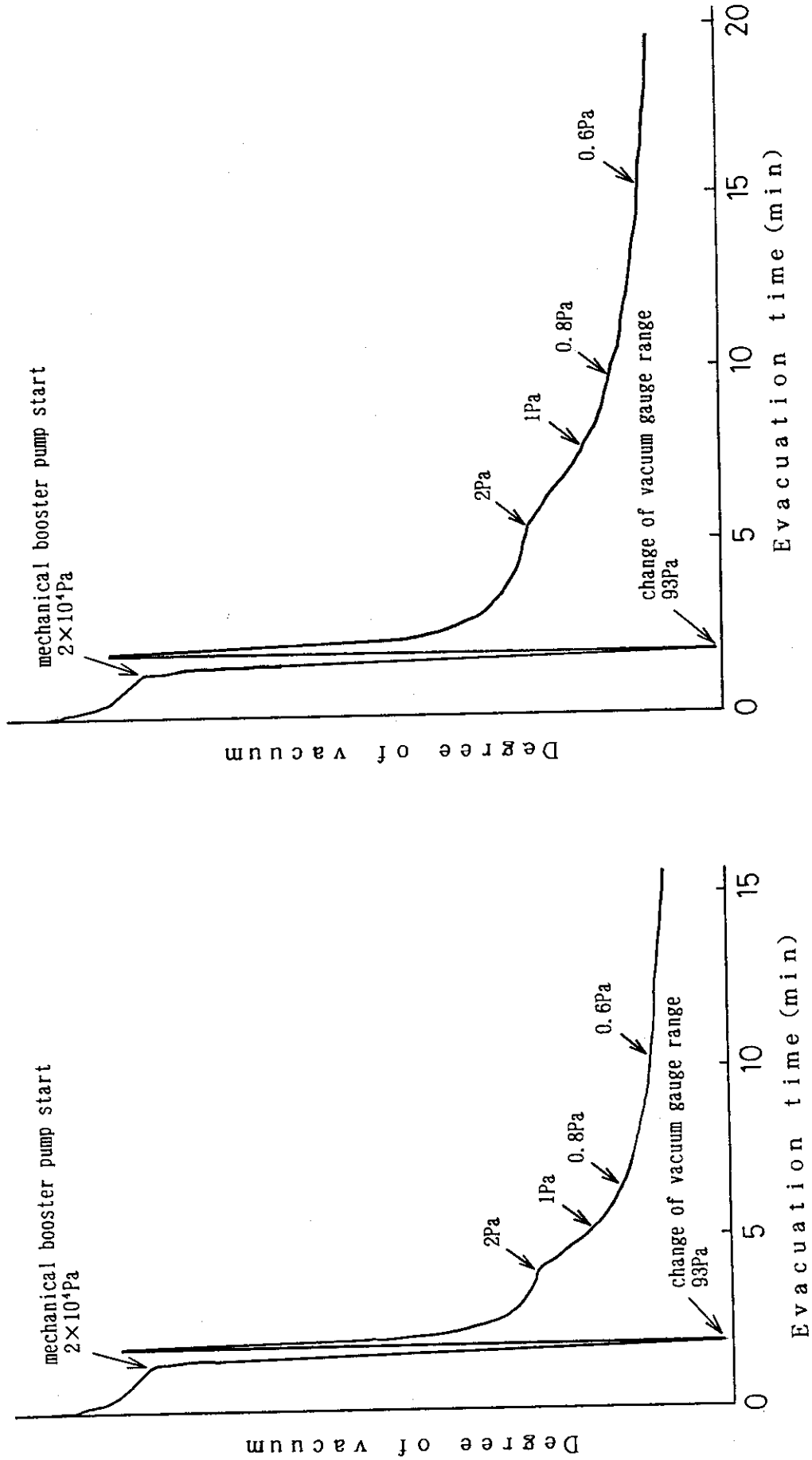


Fig. 9 Vacuum vs. evacuation time in adiabator insertion box.

(a) without adiabator

(b) with adiabator

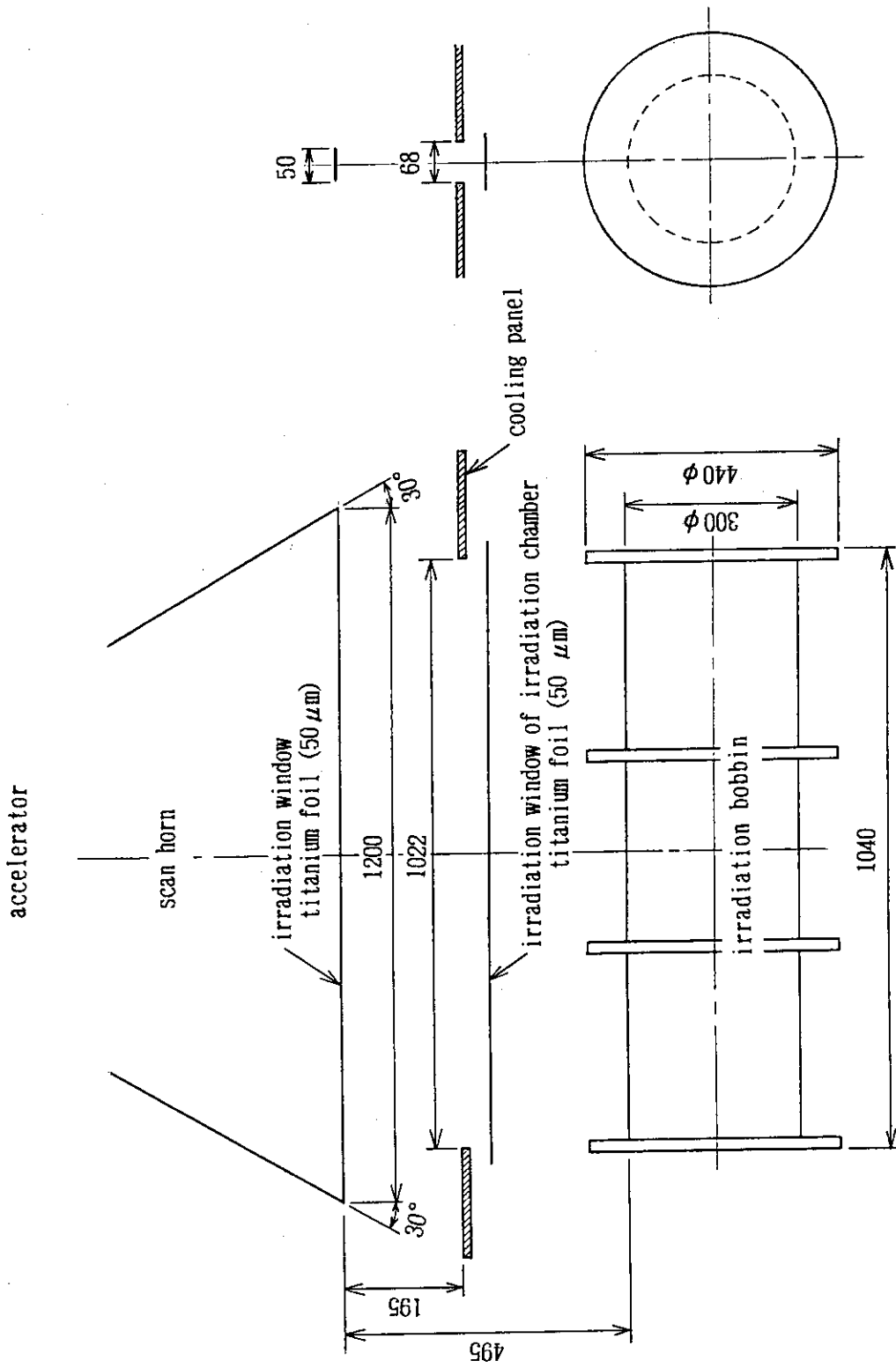


Fig. 10 Relationship between irradiation window of accelerator and irradiation bobbin.

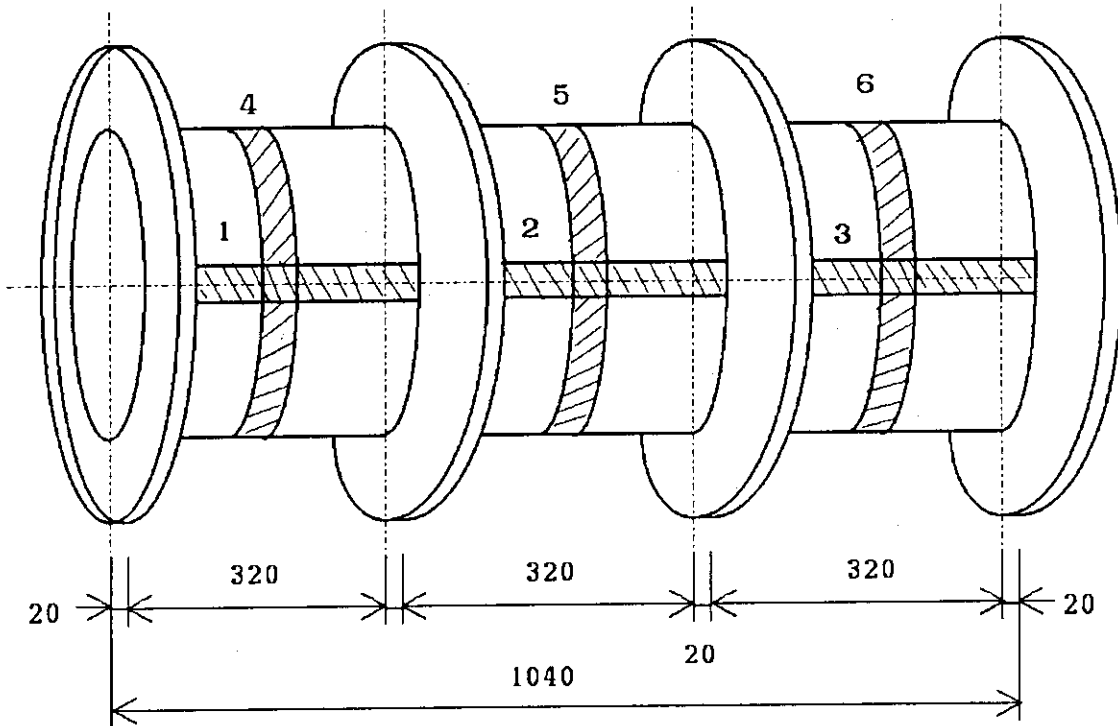
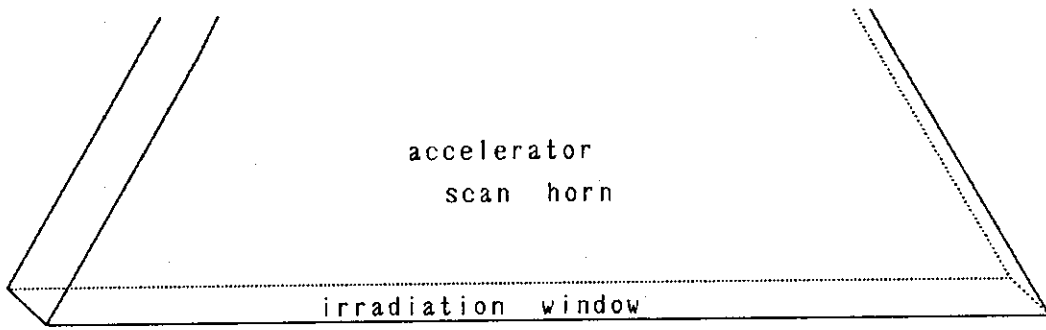


Fig. 11 Position of CTA film on irradiation bobbin for dose determination.

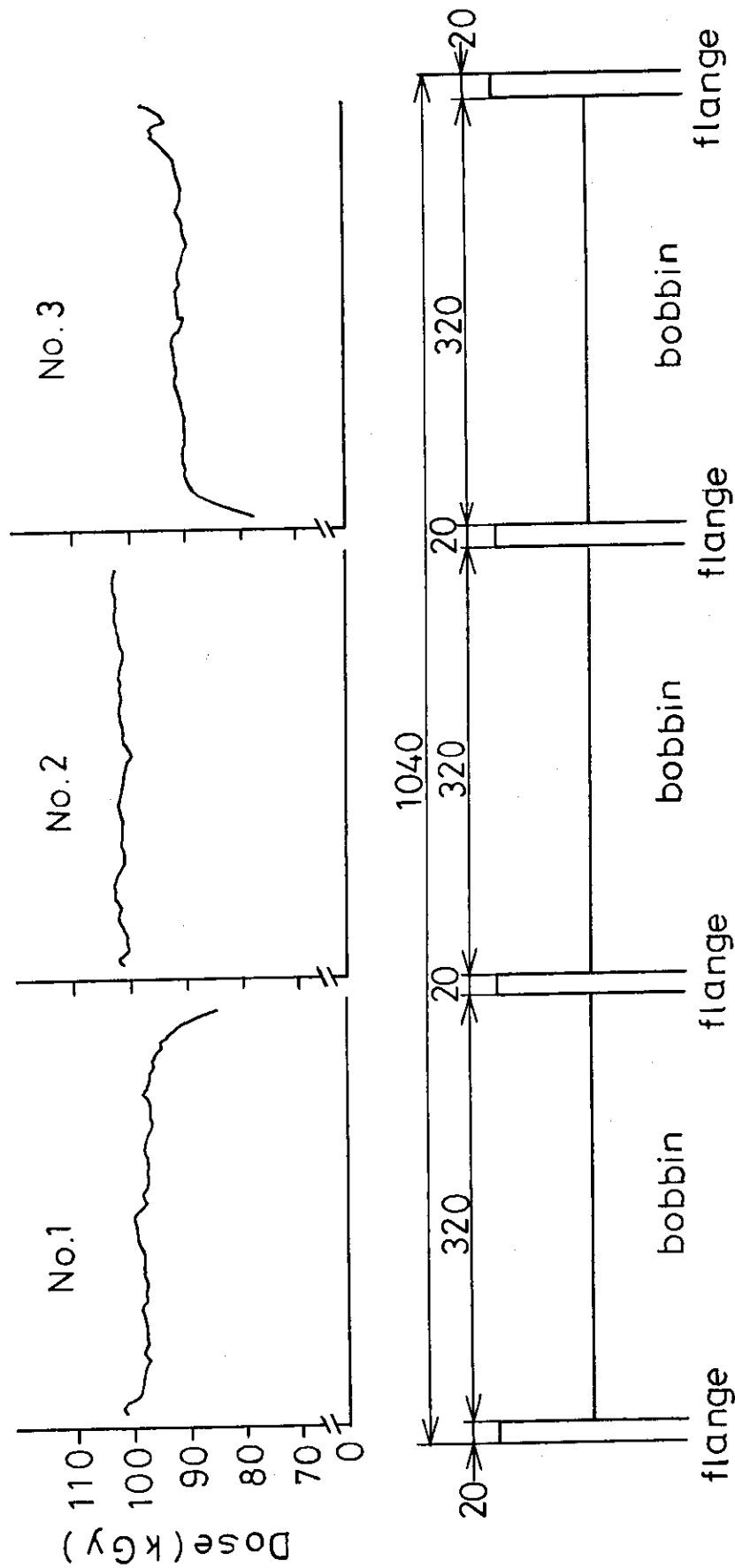


Fig. 12 Distribution of dose in irradiated CTA film dosimeter.
(axis line)

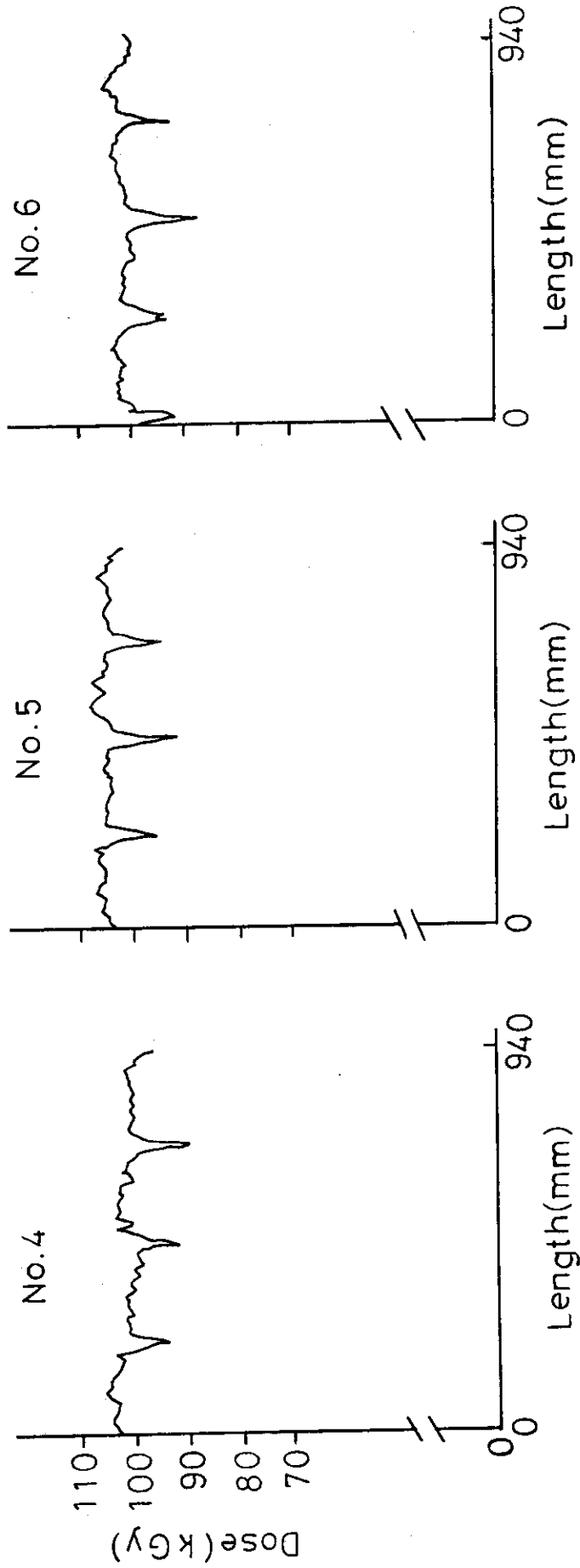


Fig. 13 Distribution of dose in irradiated CTA film dosimeter.
(circumference line)

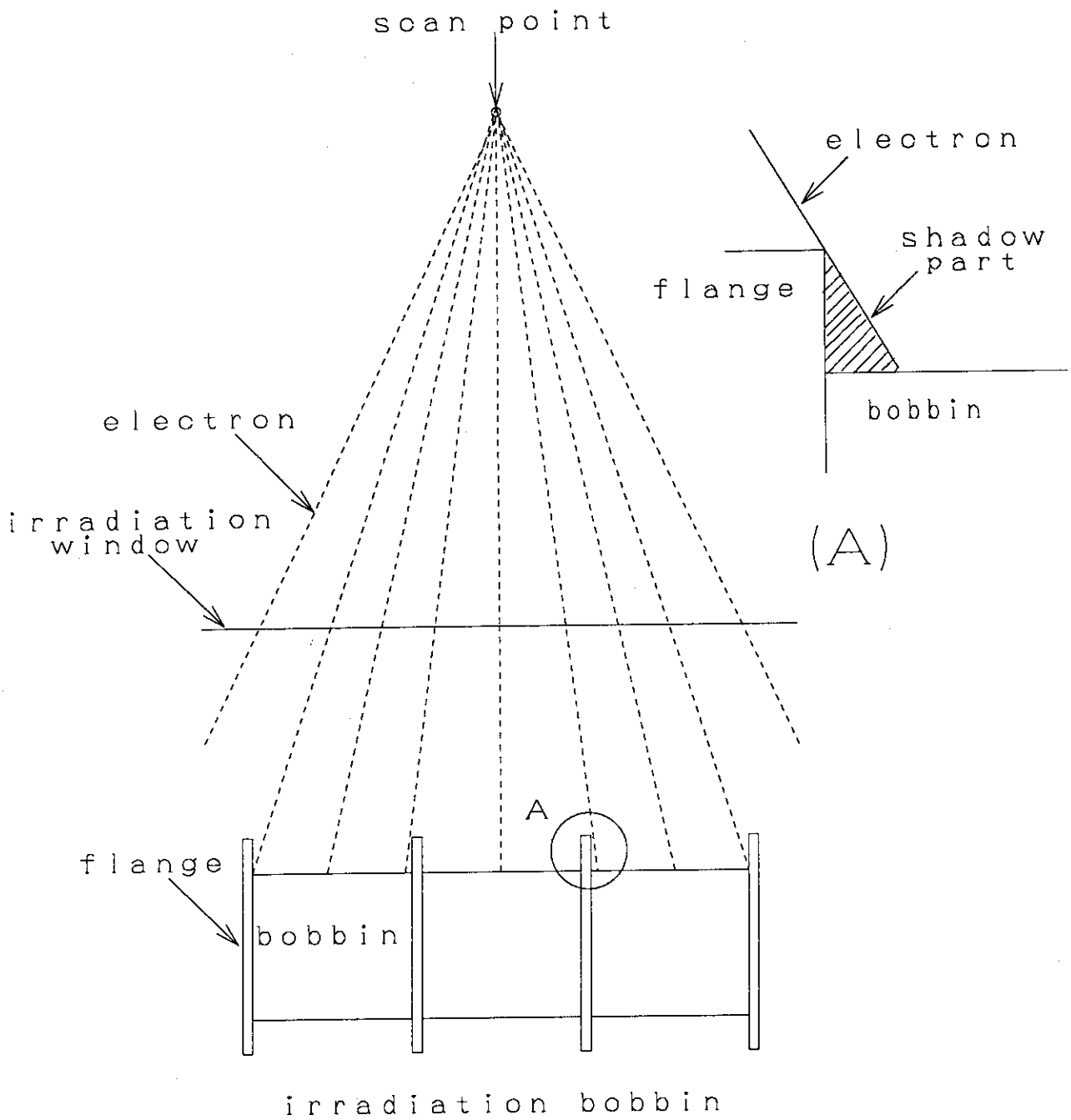


Fig. 14 Relationship between electron beam of accelerator and irradiation bobbin in irradiation chamber.

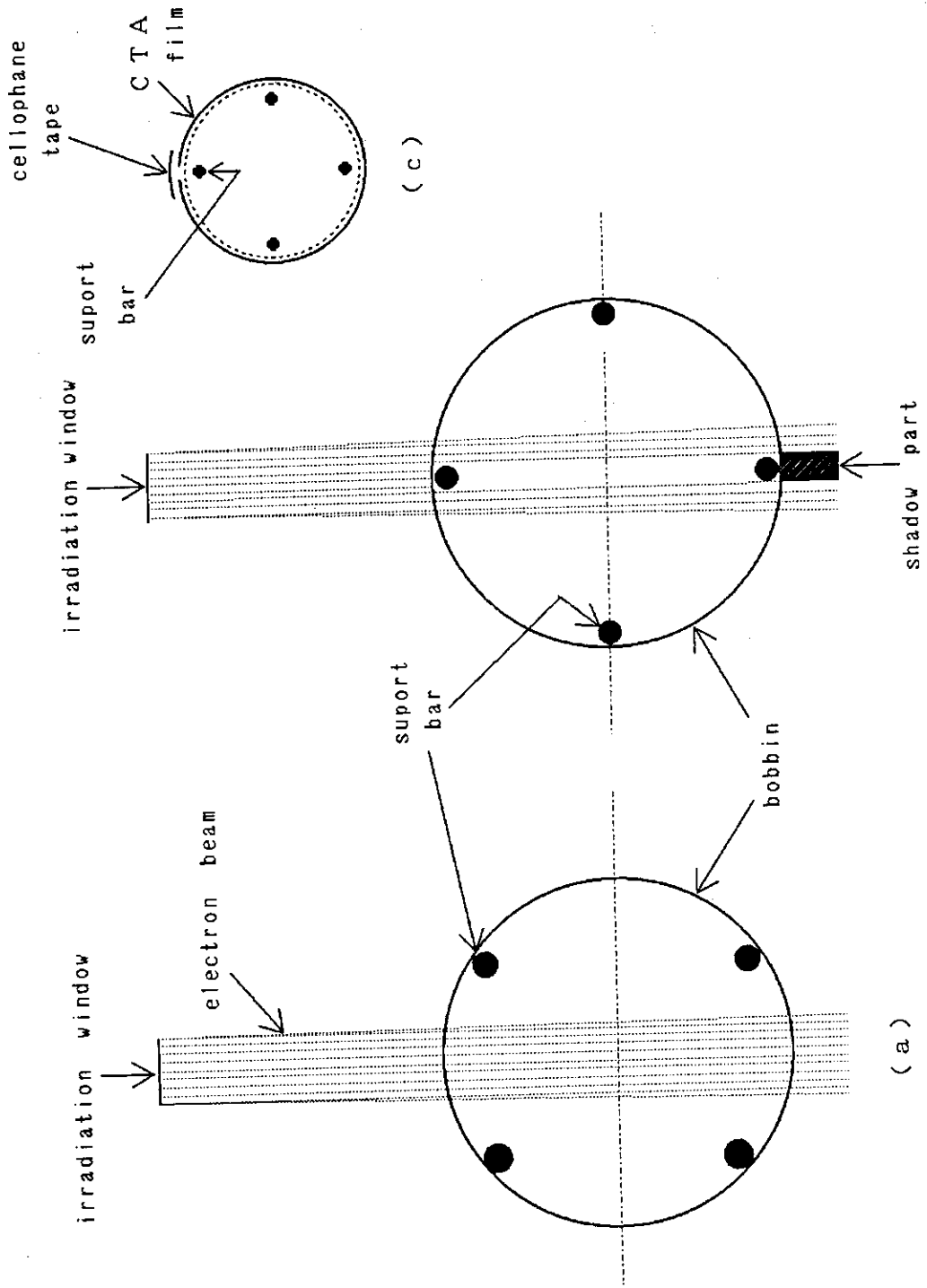


Fig. 15 Relationship between electron beam and bobbin.

- (a) without support bar
- (b) with support bar
- (c) fixed position of CTA film on bobbin.

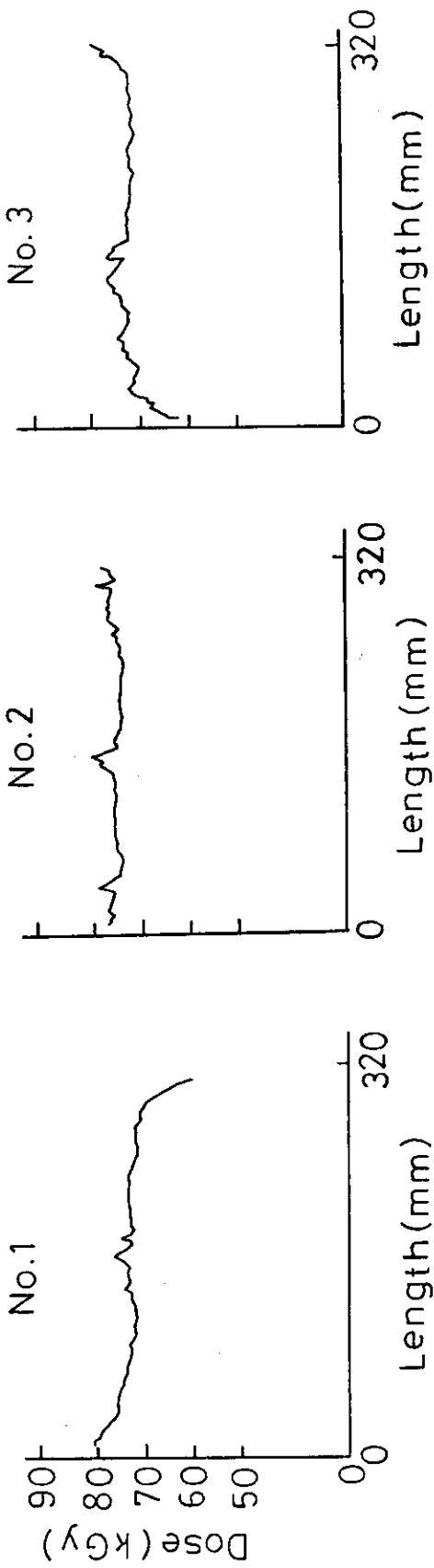


Fig. 16 Distribution of dose in irradiated CTA film dosimeter.
(axis line)

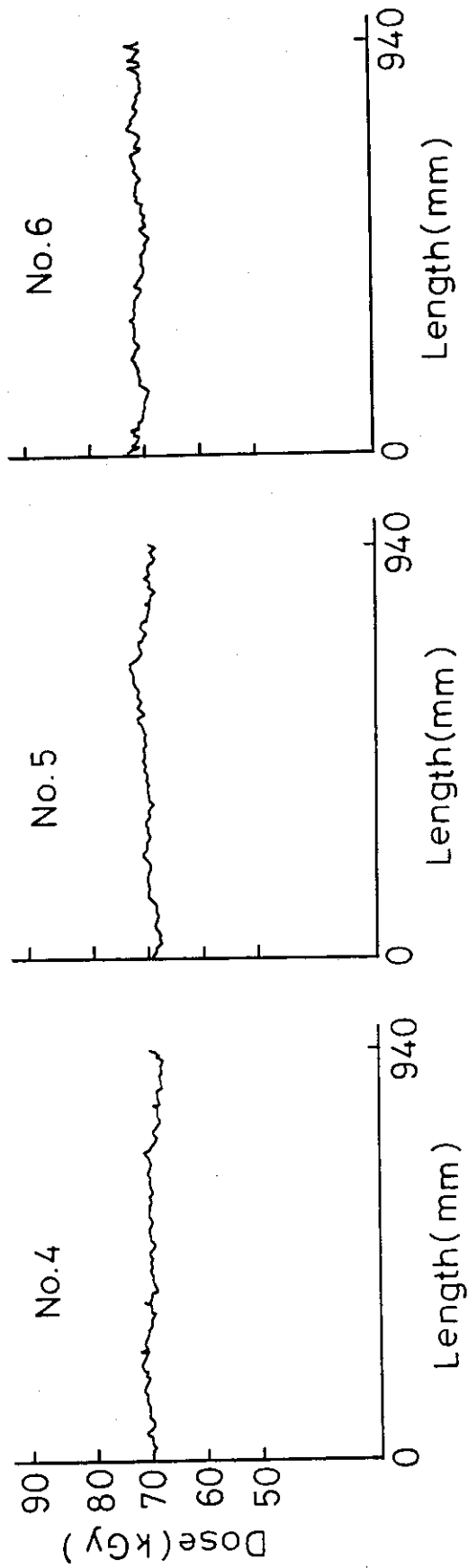


Fig. 17 Distribution of dose in irradiated CTA film dosimeter.
(circumference line)

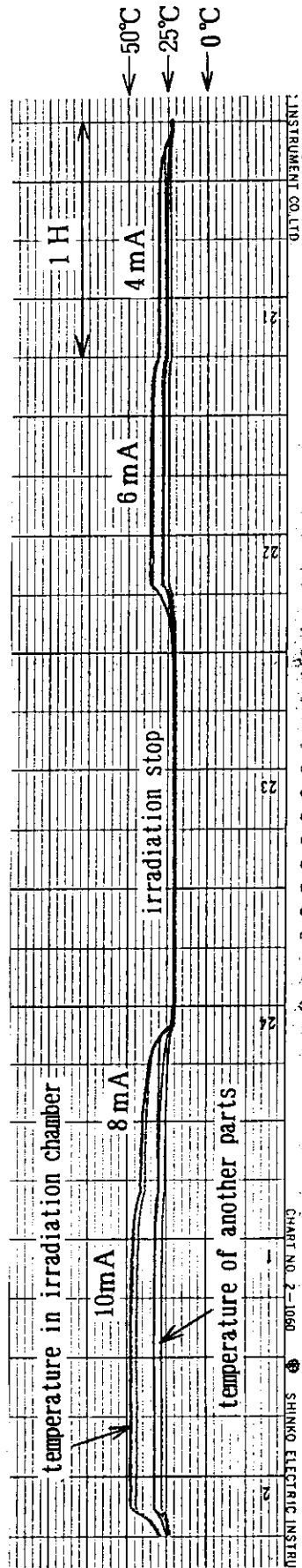
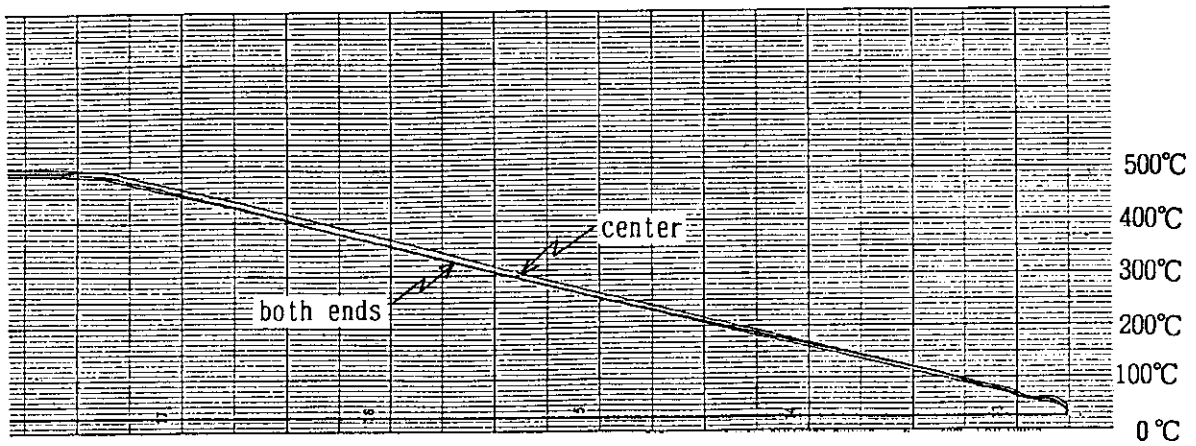
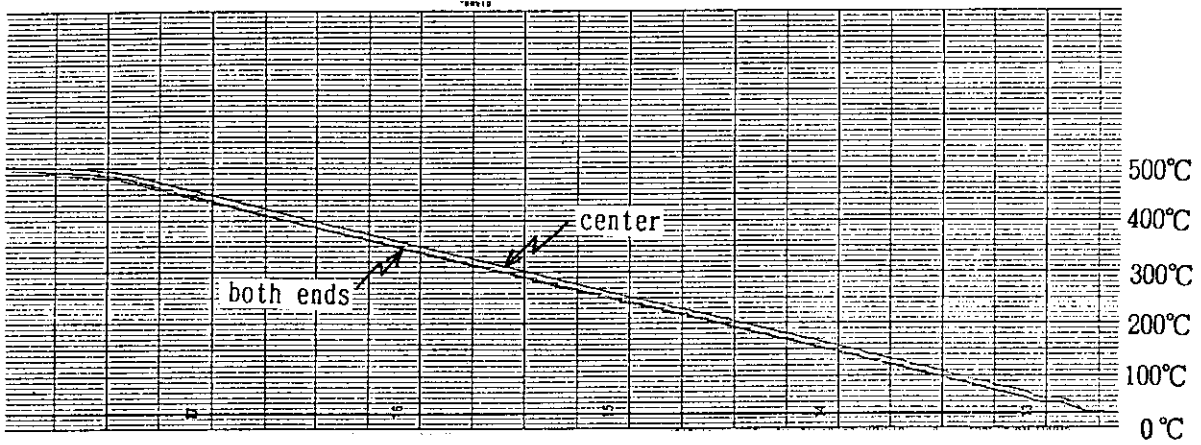


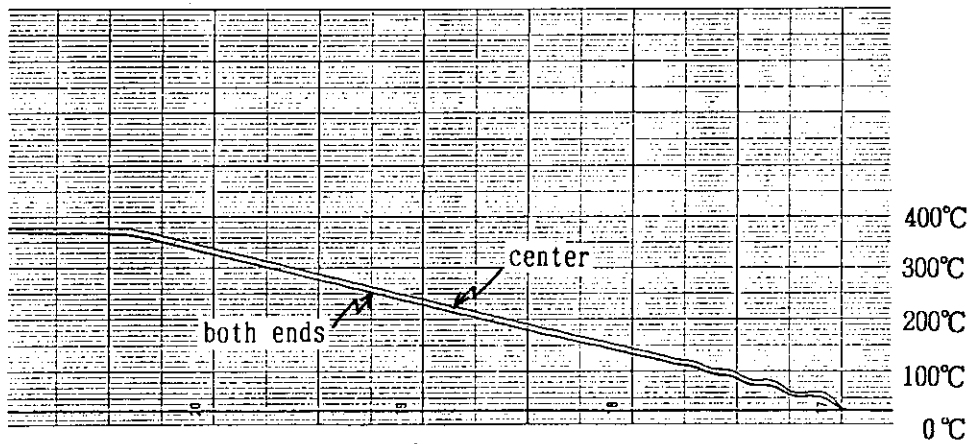
Fig. 18 Temperature in irradiation chamber during electron irradiation by stepwise increase of beam current.



(a)



(b)



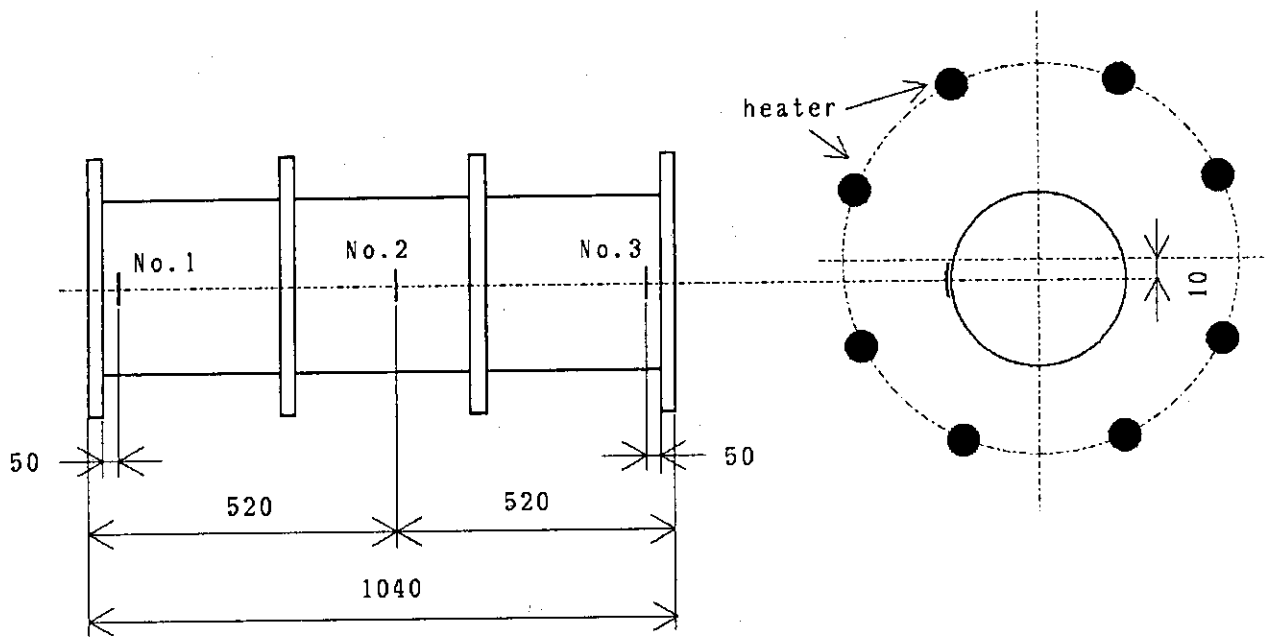
(c)

Fig. 19 Distribution of temperature in heat treatment vessel.

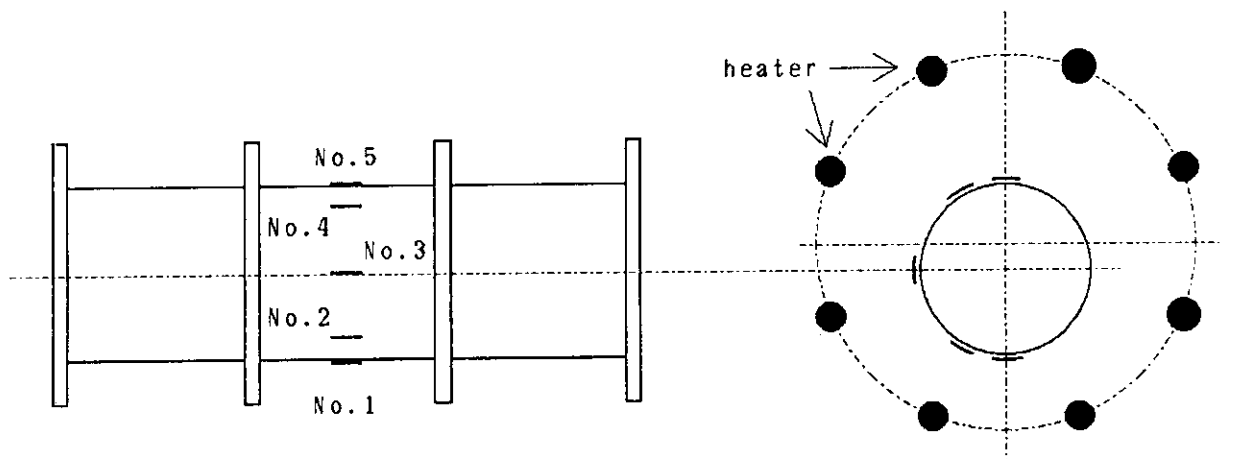
(a) without rotation of bobbin

(b) with rotation of bobbin (1rpm)

(c) with rotation of bobbin (0.5rpm)



(a)



(b)

Fig. 20 Position of thermo label.
 (a) for axisline
 (b) for circumference

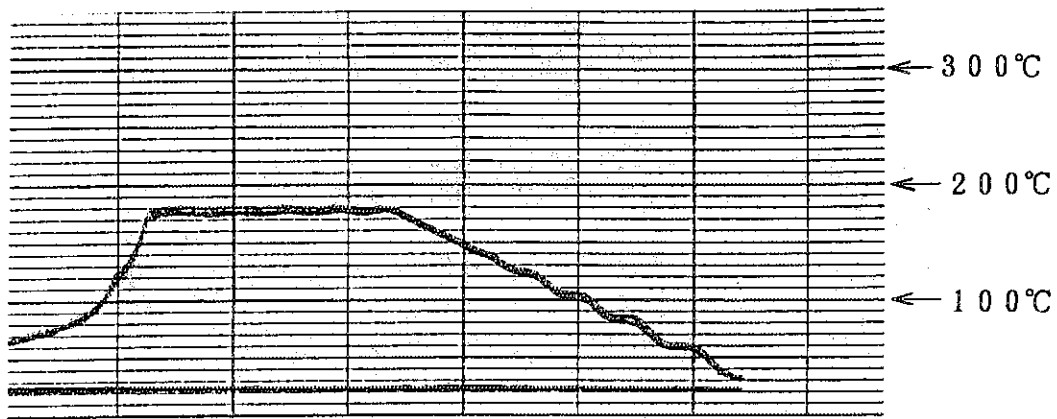


Fig. 21 Temperature of heat treatment vessel.

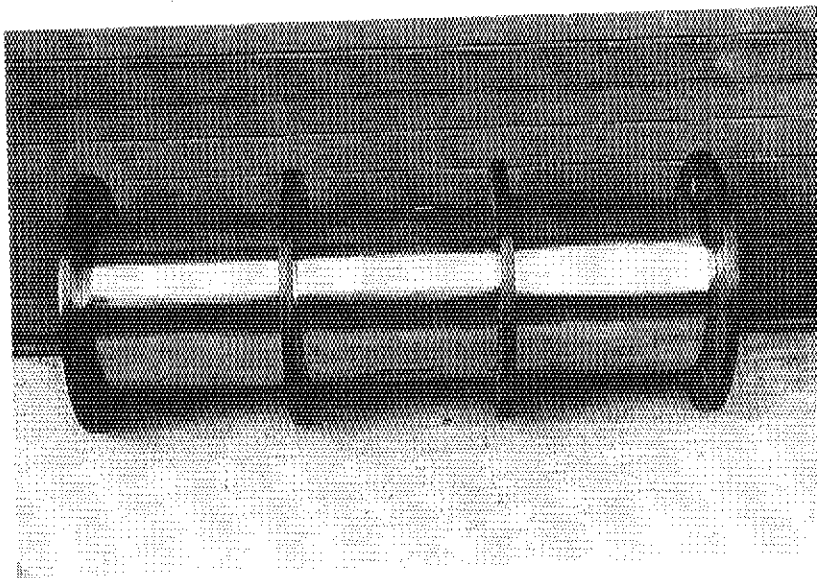


Photo 1 Picture of irradiation bobbin.

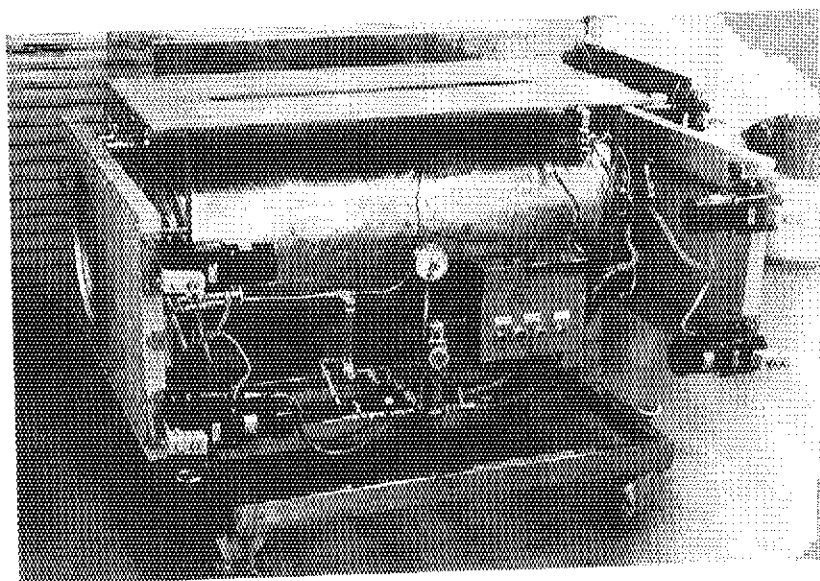


Photo 2 Picture of irradiation chamber.

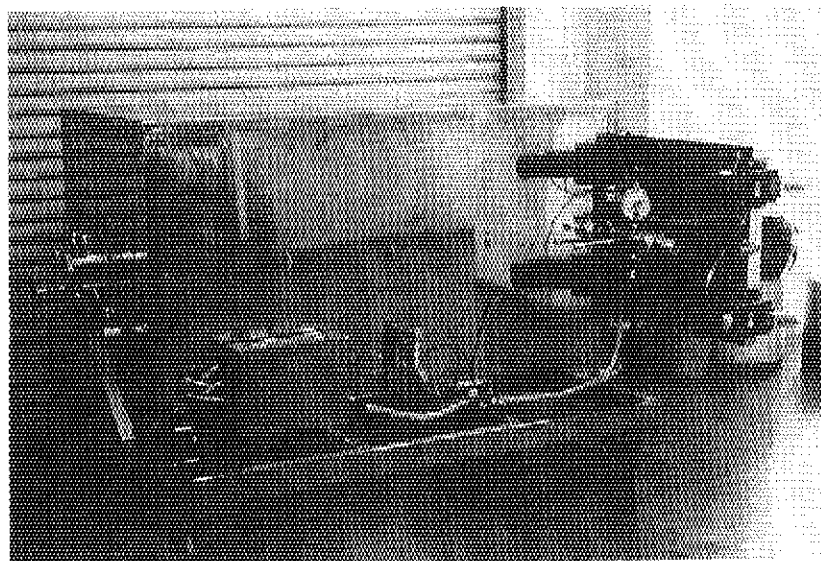


Photo 3 Picture of heat treatment vessel.

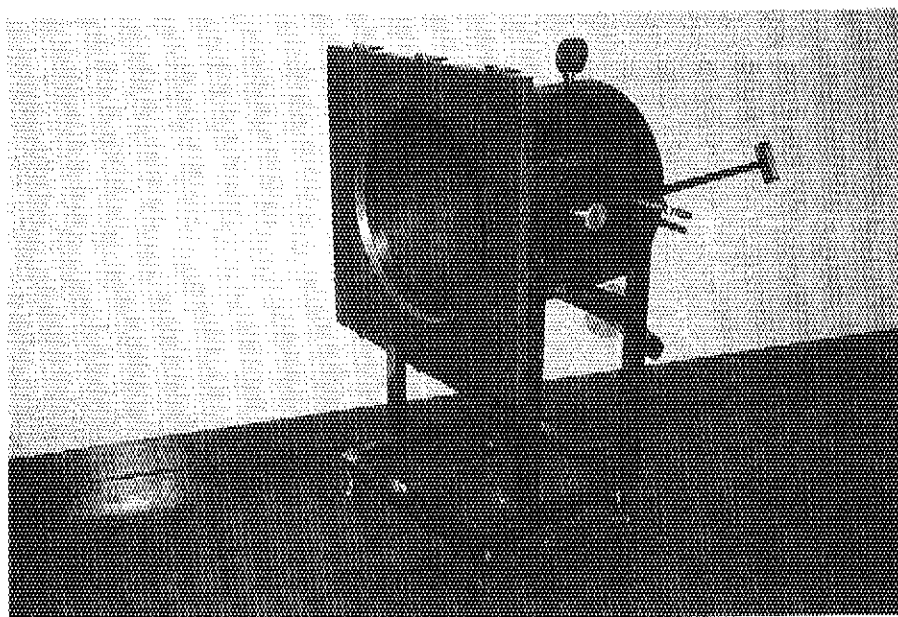


Photo 4 Picture of adiabator insertion box.

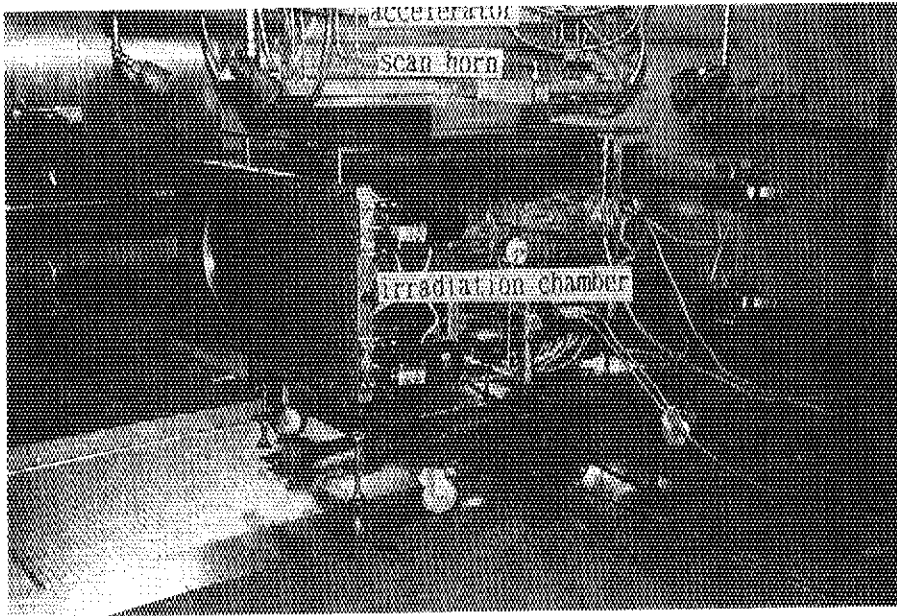


Photo 5 Picture of irradiation scene.

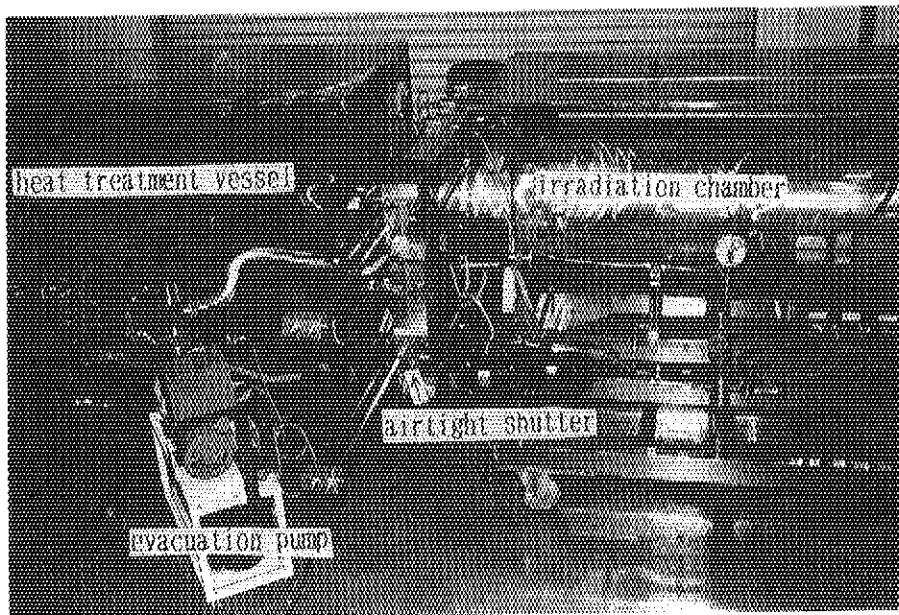


Photo 6 Picture of connection scene of irradiation chamber and heat treatment vessel.

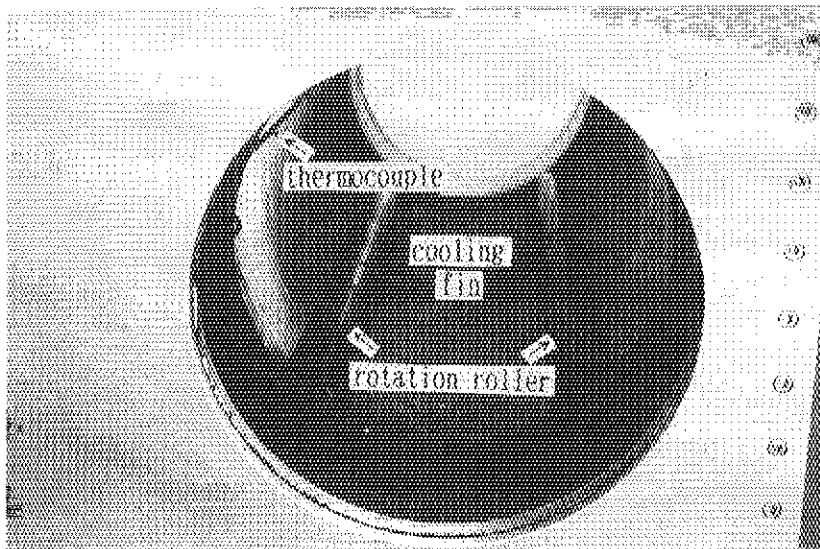


Photo 7 The inside of irradiation chamber.

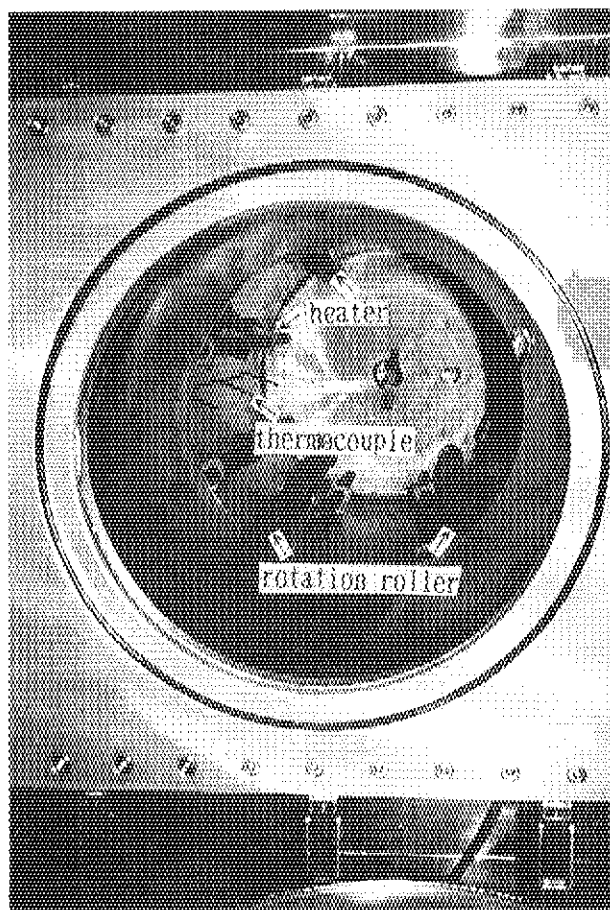


Photo 8 The inside of heat treatment vessel.