

P13-2001-275

С. Н. Гладких*, **В. В. Голиков**, Г. Д. Кекелидзе,
С. В. Мишин, В. Д. Пешехонов

**РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ НЕКОТОРЫХ
ПОЛИМЕРОВ И ЭПОКСИДНЫХ КЛЕЕВ**

Направлено в журнал «Приборы и техника эксперимента»

*ОАО «НПО "Композит"», г. Королев Московской обл.

Введение

Детекторы элементарных частиц для экспериментов на современных ускорителях должны обладать высокой радиационной стойкостью, что накладывает определенные требования к материалам, применяемым при их изготовлении. В связи с необходимостью широкого использования органических материалов, обладающих различными техническими свойствами, нами были исследованы зависимости механических свойств полисульфона^[1] и поликарбоната^[1], а также эпоксидных клеев ЭЛК-5 и ЦМК-5 от поглощенных ими радиационных доз.

1. Условия облучения образцов на реакторах ОИЯИ

Облучение выполнялось на экспериментальных установках импульсных реакторов ОИЯИ ИБР-2^[2] и ИБР-30, обеспечивающих поток быстрых нейтронов до 10^{10} см⁻²с⁻¹ с энергией выше 100 кэВ на площади 20 x 40 см². Кроме нейтронов в пучке присутствовали образованные в результате ядерных реакций гамма-кванты, способные обеспечивать скорость набора радиационной дозы до 10 Гр/с. Соотношение между флюенсом нейтронов и гамма-дозой оптимизировалось выбором пучковых фильтров и поглотителей^[2]. Для представленных измерений использовался поток быстрых нейтронов интенсивностью $1,4 \times 10^{10}$ см⁻²с⁻¹ с энергетическим спектром в диапазоне 0,1 – 20 МэВ и с величиной средней энергии нейтронов около 1 МэВ. Средняя энергия гамма-составляющей пучка соответствовала 1,5 – 2 МэВ при максимальной величине энергетического спектра 9 МэВ. При прохождении свинцового фильтра гамма-доза ослабевала до 4 % от полной дозы радиационного поля и составляла в зоне облучения 350 Гр/ч. Для определения поглощенной дозы, обусловленной γ -составляющей, применялись термомолюминесцентные детекторы TLD-700. Для оценки суммарной поглощенной дозы использовался эквивалент биологической ткани.

2. Радиационная стойкость образцов из полисульфона и поликарбоната

Поликарбонаты – сложные полиэфиры угольной кислоты и диоксисоединений. Общая формула поликарбонатов $[-O-R-CO-O-R-]_n$. В данной работе изучался линейный ароматический поликарбонат, представляющий собой высокоплавкий термопласт белого цвета.

Полисульфоны – полимеры, содержащие в основной цепи SO_2 -группы. Изучаемый в данной работе полисульфон имеет общую химическую формулу $[-ArSO_2Ar'SO_2-]_n$, где Ar и Ar' - ариленовые группы. Он представляет собой твердый термопласт белого цвета.

Эти материалы могут широко использоваться для изготовления легких и прецизионных внутренних элементов детекторов методом литья под давлением.

Испытания образцов после облучения проводились в НПО "Пластик". Для измерения предельной и предельно допустимой величин прогиба образцов в зависимости от поглощенной дозы и твердости по Бринеллю из вышеуказанных полимеров было приготовлено 7 групп образцов (плюс одна контрольная) в виде наборов пластинок размером 118 x 10 мм и толщиной 4 мм. Контрольная группа служила для исследования необлученных образцов, образцы остальных групп подвергались облучению на реакторе. Полное время облучения составляло примерно 300 ч и содержало 7 циклов. После каждого цикла образцы соответствующей группы вынимались из активной зоны и поступали для исследования их механических свойств. Поглощенная за все время облучения γ -доза составила 536 кГр, а сопутствующая ей доза, обусловленная быстрыми нейтронами, составила 474 кГр.

Измерения величины прогиба образцов от приложенной силы производились следующим способом: образец устанавливался на две расположенные по его краям цилиндрические опоры на расстоянии 67 мм друг от друга. После чего в центр образца прикладывалась распределенная по ширине перпендикулярная нагрузка F и измерялась величина прогиба δ . По максимальной величине δ определялась предельная нагрузка F_{\max} и предельно допустимая нагрузка F , равная $0,6 F_{\max}$ (рис. 1). Зависимости твердости образцов по Бринеллю от поглощенной дозы представлены на рис. 2.

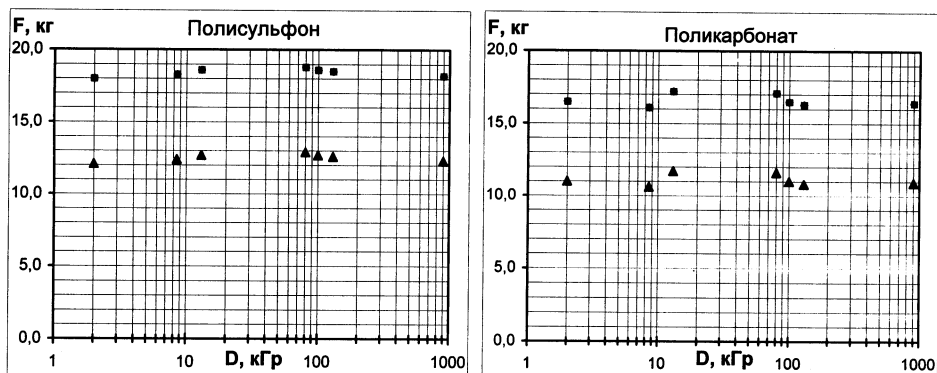


Рис 1. Зависимость предельной (■) и предельно допустимой (▲) нагрузок от величины поглощенной дозы

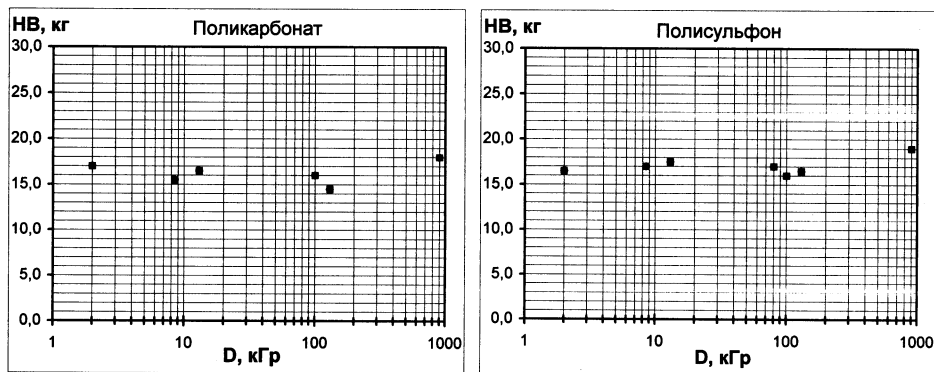


Рис. 2. Зависимость твердости по Бринеллю от величины поглощенной дозы

Как видно из полученных зависимостей, полисульфон и поликарбонат практически сохраняют механические свойства после облучения: наблюдается небольшое увеличение предельных и предельно допустимых нагрузок при средних дозах и увеличение на 15 % твердости по Бринеллю при больших дозах. Контроль плотности образцов показал незначительное её увеличение (~ 0,25 %) при больших поглощенных дозах.

3. Радиационная стойкость клеев ЭЛК-5 и ЦМК-5

При создании детекторов широко используются различного типа эпоксидные клеи, в том числе Araldite Standard, Araldite 201, Araldite 1033 и др., радиационная стойкость которых известна^[3]. Разработанные в Институте неметаллов ОАО “НПО Композит” двухкомпонентные клеи типа ЭЛК-5 и ЦМК-5 обладают высокой текучестью и хорошей адгезией с майларовыми и особенно полиимидными пленками, что представляет в ряде случаев большой интерес. С целью устранения образования пузырьков воздуха при подготовке клеев к работе в их состав введена дезаэрирующая добавка. Элементный состав данных клеев представлен в таблице.

Элемент	ЭЛК-5	ЦМК-5
C ₂	71,6 %	70,6 %
H ₂	8,3 %	8,3 %
O ₂	17,3 %	18,3 %
N ₂	2,8 %	2,8 %

Ниже приводятся технологические и эксплуатационные параметры клея ЭЛК-5:

- диапазон рабочих температур – от -196 до +200 °С;
- относительное удлинение при растяжении - ~ 3 %;

- газовыделение при вакуумно-тепловом воздействии – по ГОСТ Р 50109;
- потеря массы – не более 1,0 %;
- содержание легкоконденсирующихся веществ – не более 0,1 %;
- жизнеспособность – не менее 2 ч;
- время отверждения при температуре 20 °С – 3 суток;
- время отверждения при температуре 80 °С – от 5 до 6 ч.

Для клея ЦМК-5 аналогичные параметры практически такие же, а основное отличие заключается в пониженной вязкости.

Для определения относительного удлинения и предела прочности при растяжении из вышеперечисленных клеев были приготовлены образцы (по 5 шт. для каждого цикла облучения и соответствующего типа клея) в виде пленок толщиной 0,2 – 0,3 мм методом полива на фторопластовой подложке.

Испытания контрольной группы и образцов после облучения проводились в Институте неметаллов ОАО “НПО Композит“ по ГОСТ 14236-81 при температуре 20 °С. Результаты определения предела прочности и относительного удлинения для исследованных клеев приведены на рис. 3 и 4 соответственно.

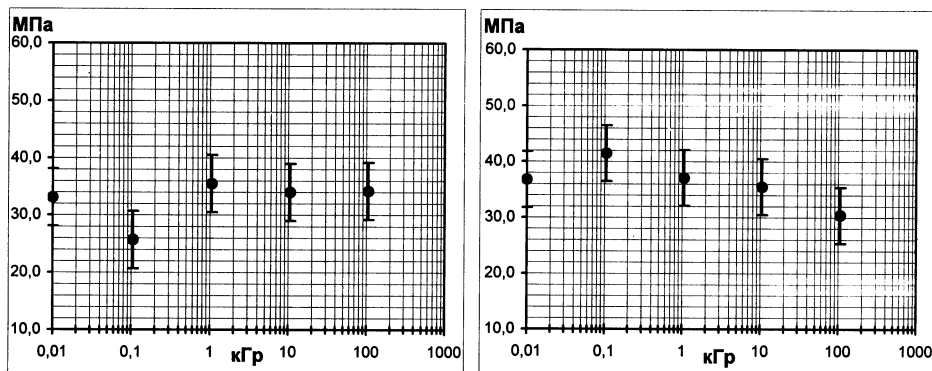


Рис. 3. Зависимость предела прочности при растяжении для образцов клеев ЦМК-5 (слева) и ЭЛК-5 (справа) от величины поглощенной дозы

Полученные результаты показывают, что образцы клея ЦМК-5 практически сохраняют значения пределов прочности и эластичность при растяжении до максимальной поглощенной дозы в пределах погрешностей. Для клея ЭЛК-5 при максимальной дозе наблюдается 15 % уменьшение величины предела прочности при растяжении при сохранении величины относительного удлинения.

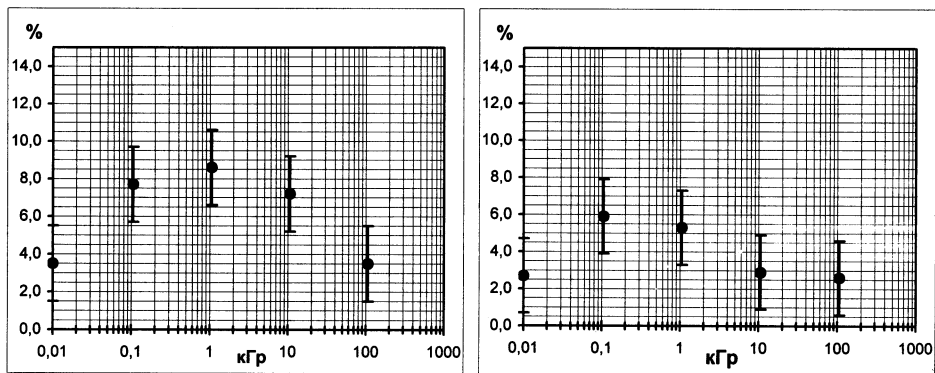


Рис. 4. Зависимость относительного удлинения при растяжении для образцов клеев ЦМК-5 (слева) и ЭЛК-5 (справа) от величины поглощенной дозы

Следует отметить, что нейтронно-активационный анализ показал незначительное наличие в образцах после облучения примесей Вг и Na, а также следы Zn, Co, Au, Cr, As. При этом в образцах с клеем ЭЛК-5 обнаружено:

- Вг примерно в 30 раз больше, чем в образцах с клеем ЦМК-5,
- Na примерно в 2 раза больше, чем в образцах с клеем ЦМК-5.

Вследствие наличия вышеперечисленных примесей после облучения у образцов наблюдалась небольшая наведенная активность.

Выводы

Результаты измерений показали слабую зависимость механических свойств исследованных полимеров от поглощенной дозы до величины ~ 1000 кГр, а эпоксидных клеев - до величины ~ 100 кГр. Следовательно, эти материалы могут использоваться при изготовлении детекторов для экспериментов на современных ускорителях. Изделия из полисульфона и поликарбоната уже используются нами в TRT-детекторах в рамках проекта ЛНС. Клеи ЭЛК-5 и ЦМК-5 применяются при изготовлении straw-трекеров для проекта COMPASS.

Литература.

1. C.Hauviller, L.S.Almaeva, V.N.Bytchkov et al., JINR Communication E14-98-245, Dubna, 1998.
2. A.Cheplakov, V.Golikov, S.Golubyh et al., JINR Preprint E13-96-358, Dubna, 1996.
3. H.Sconbacher, B.Szeless, M.Tavlet, CERN 96-05, Geneva, 1996.

Рукопись поступила в издательский отдел
21 декабря 2001 года.

Редактор А. Н. Шабашова. Макет Н. А. Киселевой

Подписано в печать 12.02.2002

Формат 60 × 90/16. Офсетная печать. Уч.-изд. л. 0,45

Тираж 315. Заказ 53114. Цена 45 к.

**Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований
Дубна Московской области**

Гладких С. Н. и др.
Радиационная стойкость некоторых полимеров
и эпоксидных клеев

P13-2001-275

Изучалась радиационная стойкость некоторых используемых при создании координатных детекторов органических материалов, в частности полисульфона и поликарбоната, а также эпоксидных клеев-компаундов ЭЛК-5 и ЦМК-5. С этой целью для полимеров исследовались зависимости предельной и предельно допустимой нагрузок и твердости по Бринеллю от величины поглощенной дозы. Для клеев изучались зависимости предела прочности и относительного удлинения при растяжении. Облучение выполнялось на экспериментальных установках реакторов, обеспечивающих поток быстрых нейтронов с энергетическим спектром в диапазоне 0,1–20 МэВ. Средняя энергия гамма-составляющей пучка соответствовала 1,5–2 МэВ при максимальной величине энергетического спектра 9 МэВ. Максимальная поглощенная доза составляла для клеев ~ 100 кГр, для полимеров ~ 1000 кГр. Результаты измерений показали слабую зависимость механических свойств исследованных полимеров и клеев от поглощенной дозы, что позволяет использовать их при изготовлении детекторов в рамках проекта LHC.

Работа выполнена в Лаборатории физики частиц ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2001

Перевод авторов

Gladkikh S. N. et al.
Radiation Hardness of Some Polymers and Epoxy Glues

P13-2001-275

The radiation hardness of polysulphone and polycarbonate and also epoxy glues ELK-5 and CMK-5 was studied. This organic materials are being used for production of coordinate detectors. With that end in view dependences of maximum and maximum permissible loads and Brinell hardness on the absorbed doze for polymers were studied. For glues dependences of breaking point and relative lengthening on the stretching were studied. Irradiations were carried out on the experimental reactors providing a stream of fast neutrons with an energy spectrum in a range 0.1–20 MeV. Average energy of a γ -component of a beam was 1.5–2 MeV and maximal one was up to 9 MeV. The maximal absorbed doze for glues was ~ 100 kGy and for polymers was ~ 1000 kGy. Results of measurements have shown weak dependence of mechanical properties of the investigated polymers and glues on the absorbed doze that allows to use them for detectors production within the framework of LHC project.

The investigation has been performed at the Laboratory of Particle Physics, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2001