



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ  
(национальный исследовательский университет)»

---

На правах рукописи

**ВИЛКОВ ФЕДОР ЕВГЕНЬЕВИЧ**  
**РАЗРАБОТКА КОМПОЗИТНОГО**  
**РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ ДЛЯ РАДИОЭЛЕКТРОННОЙ**  
**АППАРАТУРЫ КОСМИЧЕСКИХ АППАРАТОВ**

Специальность 05.16.06 «Порошковая металлургия и  
композиционные материалы»

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор  
Лозован Александр Александрович

Москва – 2018

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ПЕРЕЧЕНЬ ОСНОВНЫХ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ</b> .....	4
Введение.....	6
<b>Глава 1. АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ ВОПРОСА И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ</b> .....	12
1.1. Радиационные условия на орбитах космических аппаратов.....	12
1.2. Основные процессы взаимодействия ионизирующих излучений космического пространства с конструкционными материалами КА .....	15
1.2.1. Рассеяние рентгеновского излучения ультрадисперсными средами	17
1.3. Анализ использования радиационной защиты элементов и приборов БА.....	20
1.4. Многослойные структуры для защиты от ионизирующих излучений	24
1.5 Дисперсно-наполненные радиационно-защитные материалы.....	29
1.6. Воздействие дестабилизирующих факторов космического пространства на материалы .....	36
1.7. Выводы по главе 1. Постановка цели и задач исследований .....	41
<b>Глава 2. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ И ВЫБОР МАТЕРИАЛОВ</b> ..	43
2.1 Обоснование и выбор компонентного состава радиационно-защитного композитного покрытия .....	43
2.1.1 Выбор типа связующей матрицы для радиационно-защитного материала .....	43
2.1.2 Выбор модификатора.....	45
2.1.3 Выбор вида наполнителей для радиационно-защитного покрытия .	46
2.2. Методика изготовления образцов с исследуемым покрытием .....	52
2.3. Методы и оборудование для исследований и испытаний образцов...	53
2.4. Выводы по главе 2 .....	55
<b>Глава 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОПТИМАЛЬНОГО СОСТАВА РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ</b> .....	56
3.1. Расчет объемной степени наполнения композита .....	56

3.2. Исследование краевого угла смачивания $\theta$ и адгезионной прочности композитов.....	63
3.3. Исследование водостойкости образцов композита.....	69
3.4. Исследование микроструктуры композитов.....	71
3.5. Рентгеноструктурный анализ образцов композита.....	79
3.6. Исследование влияния рентгеновского излучения на микротвердость и микроструктуру покрытий.....	81
3.7. Измерение электрофизических параметров композита при апробации его в составе ЭРИ.....	87
3.8. Выводы по 3 главе.....	90
<b>Глава 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАЩИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗРАБАТЫВАЕМОГО ПОКРЫТИЯ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ НА РАДИОИЗОТОПНЫХ И РЕНТГЕНОВСКИХ АППАРАТАХ.....</b>	<b>92</b>
4.1 Характеристика исследования.....	92
4.2 Исследование кратностей ослабления.....	93
4.3 Измерения опытных образцов на гамма-спектрометре.....	98
4.4 Исследование образцов со свинцом.....	99
4.5 Влияние геометрии облучения на кратность ослабления.....	101
4.6 Выводы по главе 4.....	106
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>107</b>
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....</b>	<b>109</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЯ.....</b>	<b>120</b>

## ПЕРЕЧЕНЬ ОСНОВНЫХ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

ИИКП	Ионизирующие излучения космического пространства
РЭА	Радиоэлектронная аппаратура
САС	Срок активного существования
ИС	Интегральная схема
ТИ	Тормозное излучение
ЕРПЗ	Естественные радиационные пояса Земли
СКЛ	Солнечные космические лучи
ГКЛ	Галактические космические лучи
Z	Атомный номер элемента
A	Атомный вес элемента
НО	Низкая околоземная орбита
ГСО	Геостационарная орбита
ЭРИ	Электрорадиоизделия
$I_0$	Интенсивность падающего излучения на экран
I	Интенсивность излучения, прошедшего через экран
D	Поглощенная доза
d	Толщина экрана
$\mu$	Коэффициент фотопоглощения
$\rho$	Плотность вещества
$r_0$	Классический радиус электрона
$\alpha$	Постоянная
$S_{уд}$	Площадь удельной поверхности наполнителя
$d_p$	Размер частиц наполнителя
$a_m$	Емкость монослоя
$\omega$	Средняя площадь, занимаемая молекулой адсорбата в заполненном монослое (площадь молекулы азота $\omega = 0,162$ нм)

$N_A$	Число Авогадро ( $6,022140857(74) \times 10^{23}$ моль <sup>-1</sup> )
$\varphi_m$	Объемная доля наполнителя
$N_u$	Число мест контакта для частиц наполнителя
$d_w$	Размерность блуждания во фрактале
$d_n$	Фрактальная размерность
$r$	Радиус частицы наполнителя
$\theta$	Краевой угол смачиваемости
$d$	Толщина экрана
$\mu$	Коэффициент фотопоглощения

## **Введение**

Среди дестабилизирующих факторов, влияющих на функционирование радиоэлектронной аппаратуры (РЭА) при ее эксплуатации в космическом пространстве, особое значение имеет воздействие полей ионизирующего излучения космического пространства (ИИКП). Поэтому, в настоящее время одной из наиболее актуальных проблем является необходимость защиты элементной базы от данного воздействия. Эффективная защита позволяет рассчитывать на увеличение функциональных возможностей аппаратуры, повышение ее надежности и срок активного существования (САС) до 15 лет.

Введение эффективной защиты позволяет значительно увеличить стойкость «критичных» компонентов к воздействию ИИКП в части дозовых эффектов и, следовательно, повысить САС бортовой аппаратуры. Для создания конструктивных элементов, позволяющих обеспечить эффективное экранирование, необходимо использовать материалы, существенно ослабляющие уровень излучения по сравнению с традиционно используемым алюминием.

Широкое использование в радиоэлектронной аппаратуре (РЭА) КА полупроводниковых приборов и интегральных схем (ИС), чувствительных к действию ионизирующих излучений космического пространства (КП), а также увеличение срока активного существования космических объектов до 15 лет требует обеспечения радиационной стойкости элементов микроэлектроники для заданной радиационной обстановки КП. В связи с жесткими требованиями, предъявляемыми к массогабаритным характеристикам КА, одним из путей решения указанной задачи является применение локальной радиационной защиты для критических элементов в составе РЭА. Как показывает анализ опубликованных источников, исследования в данном направлении активно проводятся как за рубежом, так в последнее время и в нашей стране.

Один из эффективных методов локальной радиационной защиты состоит в использовании специальных компаундов, наносимых непосредственно на защищаемые поверхности, предназначенных только для этого изделия.

Технология локальной радиационной защиты, использующая специальные компаунды имеет следующие преимущества:

- позволяет использовать электронные компоненты коммерческого и индустриального классов для космических проектов с одновременным расширением номенклатуры потенциально применимых электронных компонентов и снижением затрат на комплектацию КА;
- обеспечивает резкое снижение темпа прироста дозовых нагрузок по сравнению со стандартными материалами (алюминиевые сплавы);
- обеспечивает многократное снижение веса относительно компонент со стандартной радиационной защитой за счет корпуса прибора;
- позволяет получить оптимальное соотношение характеристика/цена;

Основные разработки в данной области ведутся в основном в исследовании новых сплавов, легированных элементами с высоким атомным номером, а также в исследовании композиций, в составе которых используются органические соединения. И те и другие способы имеют достаточно много преимуществ в сравнении с традиционно используемыми алюминиевыми сплавами, но при этом не лишены и недостатков, например легирование алюминиевых сплавов элементами с высоким  $Z$ , не решает проблемы ослабления тормозного излучения, а при некоторых случаях усугубляет. Применение в качестве связующих высокомолекулярных соединений на низких околоземных орбитах неоправданно, ввиду высокой эрозии данных соединений при воздействии атомарного кислорода.

В результате поиска новых материалов в области радиационной защиты, экспериментальным путем, было установлено два взаимоисключающих эффекта взаимодействия ионизирующего излучения с дисперсными средами: с одной стороны, возможно аномальное пропускание квантов ИИ сквозь ультрадисперсные среды, с другой стороны, их аномальное поглощение.

С точки зрения радиационной защиты интерес представляет прежде всего эффект аномального ослабления ИИ ультрадисперсными средами. Для обеспечения максимального увеличения защитных свойств композиционных материалов (КМ) на основе полидисперсных порошков с ультрадисперсной фракцией необходимо обеспечить как гранулометрический состав наполнителя, так и его характерную структуру, исключая возникновение неоднородностей в результате коагуляции частиц и их скоплений.

Исходя из вышеперечисленного, поиск и разработка получения оптимального состава и структуры композиционного радиационно-защитного покрытия для космического применения является *актуальной*.

#### **Цель работы:**

Разработать композитное радиационно-защитное покрытие, обладающее совокупностью эксплуатационных требований, предъявляемых к материалам ракетно-космической техники.

#### **Научная новизна:**

1. Исследовано влияние объемной степени наполнения  $\varphi$  порошками вольфрама W и гексагонального нитрида бора hBN композитного покрытия на его механические свойства. На основе фрактального анализа и механических испытаний композита показано, что наибольшие значения прочности композита достигаются при значениях  $\varphi$ , меньших максимально возможных для каждого вида используемых наполнителей.

2. Исследовано влияние модификации неорганической матрицы на водостойкость композитного покрытия. Установлено, что наиболее водостойкие соединения образуются при введении 10-15 %  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в вещество матрицы в присутствии: 2,5-2,7 масс порошка вольфрама от массы жидкого стекла и 0,8-1,0 масс нитрида бора от массы жидкого стекла.

3. Исследовано влияние рентгеновского излучения на микроструктуру и микротвердость покрытия до поглощенной дозы 3 МГр. Установлено повышение микротвердости одновременно с повышением поглощенной дозы вследствие приповерхностного радиационного упрочнения.



4. Экспериментально подтвержден эффект получения композитных систем с высокими эксплуатационными характеристиками из модифицированного силиката натрия с наполнителями из порошков вольфрама W и гексагонального нитрида бора hBN.

#### **Практическая ценность**

1. На основе исследования влияния состава на функциональные свойства покрытий разработан состав нового композитного радиационно-защитного покрытия.

2. В результате проведения технологической отработки процесса получения композитного радиационно-защитного покрытия установлены оптимальные параметры технологического процесса синтеза композита, включающие высокую степень наполнения, максимальную прочность, а также водостойкость.

3. В едином комплексе исследованы и определены физико-химические и структурно-механические свойства радиационно-защитного композита на основе натриевого жидкого стекла, модифицированного кремнефтористым натрием, и добавками-наполнителями ультрадисперсным порошком вольфрама и гексагональным нитридом бора, регламентирующие диапазон практического применения композита.

4. По результатам диссертационного исследования была изготовлена опытная партия радиационно-защитного композита для комплекта приборов модуля НЭМ Международной космической станции (заказчик ЗАО «Орбита») и успешно прошла эксплуатационные испытания.

#### **Положения, выносимые на защиту**

- элементный состав радиационно-защитного покрытия;
- технология синтеза радиационно-защитного покрытия;
- результаты исследований физико-химических характеристик, а так же микроструктуры разрабатываемого покрытия, в зависимости от объемной степени наполнения и природы наполнителя;
- результаты исследования радиационно-защитных свойств покрытия.

**Достоверность и обоснованность** обеспечивается необходимым объемом экспериментальных исследований с применением современных методов анализа и испытаний материалов, опытным внедрением в производство, а также публикациями в рецензируемых журналах.

### **Личный вклад автора**

На основе анализа условий эксплуатации покрытий автором лично установлены требования к радиационно-защитным и прочностным свойствам покрытия, определен элементный состав и разработаны методы синтеза и испытаний покрытий. Автор разработал методику модификации жидкостекольной матрицы покрытия. Радиационные испытания проводились автором в соавторстве.

### **Апробация работы**

Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 5-ти научных конференциях: Всероссийской научно-технической конференции «Актуальные проблемы ракетно-космического приборостроения и информационных технологий», Москва, 2015 г.г.; 12-й Всероссийской с международным участием и 13-й международной научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия», Москва, 2013, 2014 г.г.; 13-ой Международной научно-практической конференции «Управление качеством», Москва, 2014 г.г; 12-й Международной конференции «Пленки и покрытия-2015», Санкт-Петербург, 2015 г.

Получен патент РФ, работа награждена золотой медалью XX Московского международного Салона изобретений и инновационных технологий «Архимед-2017», выставлялась на экспозиции международного аэрокосмического салона «МАКС-2017», выставлялась на экспозиции салона «Армия России», про разработанное радиационно-защитное покрытие снят документальный фильм «Горизонты атома. Защита для элемента» телекомпанией «Россия 24».

**Публикации.** Основное содержание диссертации отражено в 10 публикациях, в том числе 3 статьи из списка ВАК, 1 патент.

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка цитируемой литературы из 103 наименований и приложений. Работа изложена на 119 страницах, содержит 46 рисунков, 32 таблицы.

## **Глава 1. АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ ВОПРОСА И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ**

В первой главе представлен обзор литературных источников, посвященных радиационной обстановке в околоземном космическом пространстве, показано взаимодействие ионизирующих излучений с конструкциями космических аппаратов, а также воздействие атомарного кислорода на материалы. Проанализирована эффективность использования дисперсно-наполненных композитов в качестве радиационно-защитных материалов. Проведен анализ многослойной структуры с точки зрения перспективности применения в качестве радиационной защиты. Проведен анализ современных радиационно-защитных материалов. Определена цель и задачи исследования.

### **1.1. Радиационные условия на орбитах космических аппаратов**

В космическом пространстве, КА испытывают сильнейшее радиационное воздействие [1-3]. В околоземном пространстве основными источниками радиационного воздействия являются:

- Галактические космические лучи (ГКЛ);
- Солнечное излучение;
- Радиационные пояса Земли (РПЗ)

#### *Галактическое излучение*

ГКЛ – это излучение, равномерно заполняющее всю Галактику, состоящее в основном из тяжелозаряженных частиц, с энергетическим спектром простирающимся от десятков ГэВ на нуклон до  $10^{20}$  Эв на нуклон (максимальная зарегистрированная энергия частиц ГКЛ). В качестве сравнения, можно привести пример: максимальная энергия частиц, достигнутая в Большом адронном коллайдере равна  $7 \times 10^{12}$  эВ. Источниками ГКЛ, наиболее вероятно, являются вспышки сверхновых звезд и пульсары. Электромагнитные поля, которыми обладают пульсары, могут ускорять

излучение до высоких энергий, а затем рассеивать их на межзвездных магнитных полях [4]. Также возможно, что частицы имеющие энергию до 100 МэВ на нуклон получают вследствие ускорения в межпланетном пространстве солнечного ветра или межзвездного газа. Плотность потока ГКЛ вблизи Земли равна 1 частица/см<sup>2</sup>×с. Угловое распределение изотропное.

Для ГКЛ установили примерный состав: 92% - протоны; 6% -  $\alpha$ -частицы; 1% - ядра тяжелых элементов; 1% - электроны и позитроны.

#### *Солнечное излучение*

От Солнца в окружающий космос непрерывно идет поток плазмы – солнечный ветер, состоящий, по большей части из протонов, электронов и некоторого количества тяжелозаряженных частиц (ТЗЧ) [5, 6]. Солнечный ветер постоянно пополняет РПЗ. Около Земли скорость частиц солнечного излучения составляет от 300–750 км/с, а концентрация – десятки частиц на 1 см<sup>3</sup>.

#### *Радиационные пояса Земли*

Частицы заполняют область магнитосферы с замкнутыми линиями магнитного поля Земли. Внутри магнитосферы, как и в любом дипольном поле, есть области, недоступные для частиц с кинетической энергией  $E$ , меньше критической  $E_{кр}$ . Однако, если частицы с энергией  $E < E_{кр}$ , которые все-таки уже там находятся, не могут эти области покинуть. Эти запрещенные области магнитосферы называются зонами захвата [7-11]. Данный пространственный интервал простирается от нескольких сот километров, до нескольких тысяч над поверхностью Земли, траектории электронных орбит до нескольких десятков тысяч км. Часто данные пояса разделяют и говорят о внешнем и внутреннем радиационном поясе Земли. Примерная граница внутреннего пояса около 4000 км, граница внешнего примерно 21000 км, говорить о точной границе не имеет смысла, потому что линии магнитного поля Земли «уходят» в бесконечность. Энергии частиц,

заполняющих внутренний пояс с большей напряженностью геомагнитного поля, выше, чем во внешнем РПЗ. Например, энергии протонов во внутреннем РПЗ – десятки-сотни МэВ, электронов до 10 МэВ. Энергии электронов во внешнем – десятки кэВ. Нижняя граница поясов определяется долготой местности. Так над Атлантикой стремительное возрастание плотности частиц начинается с 500 км, над Индонезией около 1300 км. Между радиационными поясами существует граница, размером порядка 2–3 радиусов Земли. Поток частиц во внешнем РПЗ больше, нежели во внутреннем. В свою очередь, внутренний пояс достаточно стабилен, в то время как внешний испытывает очень резкие колебания плотности частиц.

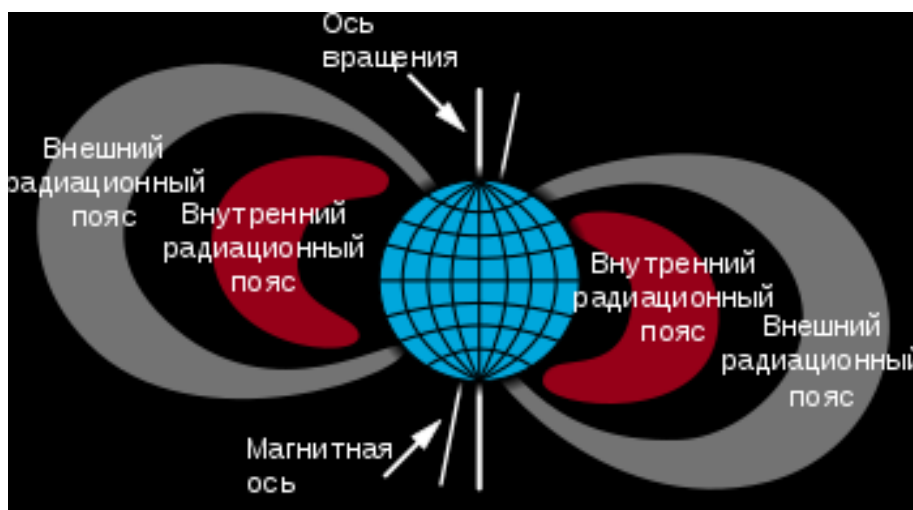


Рисунок 1. Магнитосфера Земли

Внутренний РПЗ, состоящий из протонов со спектром 20-800 МэВ и электронов с энергиями от 20 кэВ до 5–7 МэВ. Радиационная обстановка здесь, в основном, определяется протонами. Этот пояс простирается на расстояние до 4000–5000 км от поверхности Земли. Внутренний РПЗ обладает пространственной и временной стабильностью. Плотность протонов в среднем равна  $10^4$  протон/см<sup>2</sup>×с×стерадиан.

Внешний РПЗ – пояс по большей части состоящий из электронов, с энергетическим спектром от десятков до сотен кэВ, с плотностью потока  $10^6$ - $10^7$  электрон/см<sup>2</sup>×с×стерадиан. В периоды солнечной активности фиксируются электроны с энергиями более 1 МэВ. На расстоянии 20000 км

от Земли плотность электронов максимальна. Несмотря на наличие других частиц, радиационную обстановку здесь формируют электроны.

Также, заметно различие в структуре радиационных поясов, относительно положения Земли. На солнечной стороне граница магнитосферы находится на расстоянии 10–12 радиусов Земли, в обратную сторону на расстояние около 60 радиусов. Потоки первичных электронов и протонов является основным фактором, создающим радиационную опасность на геостационарной орбите. Пространственное распределение описывается достаточно сложно, но общей закономерностью является то, что большинство частиц являются низкоэнергетическими и с увеличением энергии число частиц резко падает.

## **1.2. Основные процессы взаимодействия ионизирующих излучений космического пространства с конструкционными материалами КА**

Электроны и протоны КП при прохождении через конструкционные материалы КА испытывают как упругие, так и неупругие взаимодействия с атомами среды, что приводит к потерям энергии, рассеянию и генерации вторичных частиц. Рассмотрим последовательно особенности переноса электронного и протонного излучения КП [12, 13].

Прохождение электронов через вещество характеризуется тремя основными физическими процессами, определяющими его защитные свойства: неупругим рассеянием на атомных электронах, упругим рассеянием на ядрах атомов и генерацией тормозного излучения [14].

Неупругое рассеяние приводит к потерям энергии электронов без заметного изменения направления их движения; потери энергии выражаются в единицах МэВ/см (линейные потери) либо в МэВ/г/см<sup>2</sup> (массовые потери). Массовые потери энергии пропорциональны отношению  $Z/A$ , где  $Z$  - атомный номер,  $A$  - атомный вес материала. Отношение  $Z/A$

меняется от 0,4 для тантала до 1,0 для водорода. Таким образом, с уменьшением  $Z$  массовая тормозная способность вещества возрастает.

Упругое рассеяние электронов на ядрах атомов приводит к изменению направления движения без заметных потерь энергии. Поскольку сечение упругого рассеяния пропорционально отношению  $Z^2/A$ , то материалы с более высоким  $Z$  («тяжелые») эффективнее с точки зрения рассеяния электронов и уменьшения глубины их проникновения в защиту. Поэтому, комбинация материалов с высоким и низким  $Z$  позволяет максимально использовать эффекты упругого и неупругого рассеяния и обеспечить наиболее эффективную защиту от электронов.

Третьим эффектом, определяющим защитные свойства материалов, является генерация фотонов тормозного излучения (ТИ). Поскольку фотоны ТИ обладают более высокой проникающей способностью, чем первичные электроны, то генерация ТИ может значительно снижать эффективность защитных свойств материалов. Сечение генерации ТИ также пропорционально отношению  $Z^2/A$ , так что выход ТИ выше в материалах с высоким  $Z$ . С другой стороны, материалы с высоким  $Z$  более эффективно поглощают фотонное излучение, что отчасти компенсирует повышенный выход ТИ для указанных материалов.

Из-за сложных процессов взаимодействия электронов с различными материалами не всегда очевиден выбор оптимальной конструкции и материального состава радиационной защиты.

В отличие от электронов, при рассмотрении переноса протонов КП через защиту обычно пренебрегают вкладом в дозовые нагрузки от вторичных частиц, образующихся в результате взаимодействия протонов с ядрами атомов. Замедление протонов в веществе определяется, в первую очередь, неупругим рассеянием на атомных электронах; при этом массовая тормозная способность вещества пропорциональна отношению  $Z/A$ , т.е. более эффективными защитными свойствами обладают легкие материалы.



Таким образом, материалы с высоким  $Z$  более эффективно ослабляют дозовые характеристики электронов КП по сравнению с материалами с низким  $Z$ , несмотря на то, что в тяжелых материалах выход ТИ выше. Однако тяжелые материалы менее эффективно ослабляют протоны КП. Поэтому при разработке локальной радиационной защиты элементов и приборов в составе РЭА КА целесообразно использовать многослойные комбинации легких и тяжелых материалов [13, 14].

### 1.2.1. Рассеяние рентгеновского излучения ультрадисперсными средами

Рассеяние рентгеновского излучения при малых углах для поликристаллических и дисперсных материалов зависит от формы и размеров слагающих их частиц [15].

Общепринятая формула для оценки радиационно-защитных свойств различных защитных экранов представляет собой:

$$I = I_0 \exp(-\mu \times d), \quad (1)$$

где  $I_0$  – интенсивность падающего излучения на экран;  $I$  – интенсивность излучения, прошедшего через экран;  $d$  – толщина экрана;  $\mu$  – коэффициент фотопоглощения.

Когда частота падающего излучения не совпадает ни с одной из собственных частот среды экрана (атомов вещества экрана), то этот коэффициент определяется формулой (2):

$$\mu = \rho \times Z \left( \alpha Z^3 \lambda^3 + \frac{8\pi r}{3} \right), \quad (2)$$

где  $Z$  – атомный номер,  $\rho$  – плотность вещества,  $r_0$  – классический радиус электрона,  $\alpha$  – постоянная.

Из этого соотношения видно, что для фиксируемой величины  $\lambda$ , коэффициент ослабления рентгеновского излучения, падающего по нормали к поверхности вещества, определяется только величинами  $Z$  и  $\rho$ . Отношение  $\mu/\rho$  должно быть постоянной величиной, независящей от структуры

вещества, т.е. формулы (1) и (2) определяют степень ослабления потока излучения, которая обусловлена только поглощением излучения материалом экрана. Однако хорошо известно, что значительное ослабление потока излучения может быть обусловлено не только поглощением излучения, но также его рассеянием. В этом случае рассеяние не только отводит часть излучения из общего потока, расширяя этот поток, но и приводит к росту эффективного пути, который проходят кванты излучения в среде. Увеличение пути автоматически ведет за собой увеличение степени поглощения. Такая особенность рассеяния хорошо изучена в оптическом диапазоне. На первый взгляд, кажется, что рассеяние жесткого излучения будет столь незначительным, что им можно пренебречь. Однако в последнее время появились работы [16], в которых приведены результаты как теоретических, так и экспериментальных исследований, показывающих существенную роль процесса рассеяния рентгеновского излучения дисперсно-наполненными средами. В этих исследованиях рассеяние рассматривалось на наноструктурных материалах. Эти материалы содержат дисперсные фазы, размер частиц которых не превышает 0,1 мкм. Такие композиционные материалы, как оказалось, обладают рядом уникальных физико-химических свойств. В эмпирических исследованиях, представленных в работе [17], где в качестве связующего использовалась  $H_2O$ , частицы мелкодисперсного наполнителя в результате коагуляции образовывали характерные скопления, что свойственно им в результате взаимодействия сил взаимного заряжения между отдельными частицами. Это приводило к возникновению скачкообразного ослабления излучения в зависимости от объемного содержания дисперсного наполнителя в матрице (рис.2).

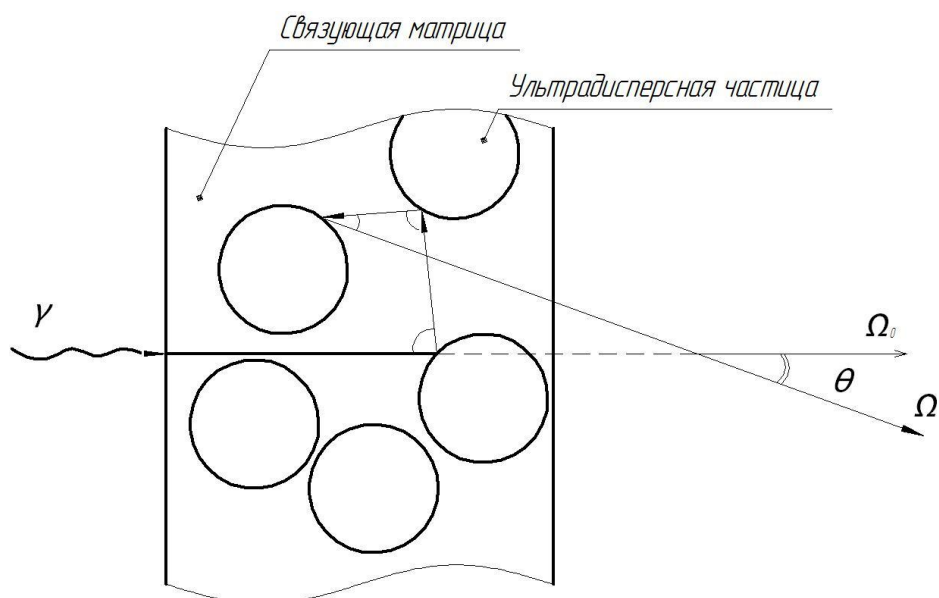


Рисунок 2. Принцип рассеяния рентгеновского излучения ультрадисперсными средами

В представленных исследованиях, композит изготавливался так, чтобы распределение наполнителя в матрице было равномерным. Частицы наполнителя в данных структурах изолированы друг от друга веществом матрицы, и, следовательно, на величину прироста защитных свойств композита влияет характерное взаимодействие квантов излучения с отдельными частицами наполнителя. Учитывая малый размер некоторых частиц, происходит интенсивное рассеяние квантов излучения на их поверхностных атомах, что приводит к увеличению оптической длины пробега кванта и, соответственно, вероятности возникновения дополнительных актов фотоэлектрического поглощения, что является, в свою очередь, причиной относительного увеличения величины ослабления ЭИИ.

Формирование в растворе кластеров – мелких кристаллов, создает условия для резонансного когерентного рассеяния на них определенной области длин волн из спектра тормозного излучения. Наблюдаемые закономерности фиксировались в растворе для излучения, формируемого торможением электронов с энергией до 200 кэВ. Это обусловлено, по всей

вероятности, размером локальных неоднородностей, которые удается сформировать в данном случае.

Таким образом, проанализировав ослабление рентгеновского излучения ультрадисперсными средами, установлена эффективность применения таких сред для защиты от ионизирующих излучений. При этом следует подчеркнуть, что во всех случаях использования дисперсных систем при формировании композиционных материалов ослабление излучений напрямую зависит от размеров дисперсных частиц и удельной поверхности дисперсной системы.

### **1.3. Анализ использования радиационной защиты элементов и приборов БА**

Радиационная обстановка на борту КА, в основном, определяется следующими источниками ИИ: электроны и протоны ЕРПЗ, протоны СКЛ. Протоны и тяжелые заряженные частицы ГКЛ представляют опасность, как правило, с точки зрения генерации эффектов одиночных событий в ИС высокой степени интеграции и их вклад в интегральные дозовые эффекты в дальнейшем не учитывается [1, 18-23].

Очевидно, что для обоснования и оценки эффективности радиационной защиты отдельных элементов и приборов в составе БА в первую очередь необходимо провести анализ спектрально-энергетических характеристик, а также ослабление дозовых характеристик электронного и протонного излучения КП в стандартной геометрии (детектор в центре сферы из алюминия) на типовых орбитах КА.

Околоземное КП с точки зрения формирования радиационной обстановки в объеме КА можно условно разделить на две основные зоны. Внешняя зона состоит из захваченных электронов с максимальной энергией  $\approx 7$  МэВ; внутренняя зона содержит захваченные электроны и протоны с энергиями до 400 МэВ. В табл. 1-3 представлены

энергетические спектры протонов и электронов КП для двух типовых орбит: низкой околоземной (НО) и геостационарной (ГСО). Интенсивность и энергетический спектр электронного и протонного излучений КП сильно зависят от высоты орбиты и, в меньшей степени, от угла наклона.

Для предварительной оценки локальных дозовых нагрузок в элементах КА и защитных свойств конструкционных материалов полезно рассмотреть изменение дозы ИИ КП от толщины защиты в стандартной геометрии. Связанность дозы электронного излучения от толщины барьера из алюминия имеет характерную двугорбую зависимость с максимумами вблизи 4000 км и 20000 км. Максимальная доза протонного излучения достигается на высоте примерно 3000 км.

Таблица 1. Интегральные спектры электронов ЕРПЗ, электрон/см<sup>2</sup>/сутки для различных орбит, используемые для расчёта дозовых эффектов в ИЭТ, максимум СА

Е <sub>с</sub> , МэВ	НО (2000 км, i=60°)	ГСО
0,04	$0,21 \cdot 10^{13}$	$0,155 \cdot 10^{13}$
0,1	$0,15 \cdot 10^{13}$	$0,962 \cdot 10^{12}$
0,25	$0,45 \cdot 10^{12}$	$0,329 \cdot 10^{12}$
0,5	$0,46 \cdot 10^{11}$	$0,864 \cdot 10^{11}$
0,75	$0,17 \cdot 10^{11}$	$0,329 \cdot 10^{11}$
1,0	$0,8 \cdot 10^{10}$	$0,123 \cdot 10^{11}$
2,0	$0,14 \cdot 10^{10}$	$0,641 \cdot 10^9$
3,0	$0,15 \cdot 10^9$	$0,224 \cdot 10^8$
4,0	$0,10 \cdot 10^8$	$0,715 \cdot 10^7$
5,0	$0,76 \cdot 10^6$	$0,407 \cdot 10^5$
6,0	$0,46 \cdot 10^5$	$0,678 \cdot 10^4$
7,0	$0,82 \cdot 10^4$	$0,678 \cdot 10^4$

Таблица 2. Интегральные спектры протонов ЕРПЗ, протон см<sup>2</sup>/сутки, для различных орбит, используемые для расчёта дозовых эффектов, минимум СА

Е <sub>p</sub> , МэВ	НО (2000 км, i =60°)	ГСО
0,1	$0,39 \cdot 10^{11}$	$0,128 \cdot 10^{12}$
0,4	$0,87 \cdot 10^{10}$	$0,396 \cdot 10^{10}$
1,0	$0,3 \cdot 10^{10}$	$0,273 \cdot 10^7$
4,0	$0,12 \cdot 10^{10}$	$0,678 \cdot 10^4$
10	$0,77 \cdot 10^9$	-
30	$0,36 \cdot 10^9$	-
50	$0,27 \cdot 10^9$	-
100	$0,15 \cdot 10^9$	-
200	$0,51 \cdot 10^8$	-
400	$0,73 \cdot 10^7$	-

Таблица 3. Дифференциальные спектры протонов СКЛ, протон/см<sup>2</sup>/МэВ, за 11-летний цикл для различных орбит, используемые для расчёта дозовых эффектов в ИЭТ

Е, МэВ	НО, 1700 км	ГСО
1,0	$1,24 \cdot 10^{11}$	$1,08 \cdot 10^{12}$
2,0	$3,18 \cdot 10^{10}$	$3,76 \cdot 10^{11}$
5,0	$4,87 \cdot 10^9$	$6,14 \cdot 10^{10}$
10,0	$1,14 \cdot 10^9$	$1,36 \cdot 10^{10}$
20,0	$2,56 \cdot 10^8$	$2,84 \cdot 10^9$
31,6	$9,29 \cdot 10^7$	$9,7 \cdot 10^8$
50,1	$3,37 \cdot 10^7$	$3,27 \cdot 10^8$
79,4	$1,23 \cdot 10^7$	$1,1 \cdot 10^8$
100,0	$7,49 \cdot 10^6$	$6,37 \cdot 10^7$
126,0	$4,56 \cdot 10^6$	$3,68 \cdot 10^7$
158,0	$2,78 \cdot 10^6$	$2,12 \cdot 10^7$
200,0	$1,7 \cdot 10^6$	$1,22 \cdot 10^7$
251,0	$1,04 \cdot 10^6$	$7,02 \cdot 10^6$
316,0	$6,39 \cdot 10^5$	$4,01 \cdot 10^6$
398,0	$3,91 \cdot 10^5$	$2,28 \cdot 10^6$
501,0	$2,39 \cdot 10^5$	$1,29 \cdot 10^6$
631,0	$1,46 \cdot 10^5$	$7,2 \cdot 10^5$
794,0	$8,86 \cdot 10^4$	$3,99 \cdot 10^5$
1000,0	$5,34 \cdot 10^4$	$2,18 \cdot 10^5$

Характерные зависимости дозы, создаваемой ИИ КП за алюминиевым барьером, от толщины защиты, рассчитанные для НО и ГСО, представлены в табл. 4, 5.

Таблица 4. Доза, создаваемая электронами и протонами КП за алюминиевой пластиной, для НО

Толщина защиты, г/см <sup>2</sup>	Электроны ЕРПЗ, рад(Si)/сутки	Тормозное излучение, рад(Si)/сутки	Протоны ЕРПЗ, рад(Si)/сутки	Полная доза, рад(Si)/сутки
0,01	$8,9 \cdot 10^3$	$2,7 \cdot 10^1$	$7,5 \cdot 10^2$	$9,6 \cdot 10^3$
0,1	$3,5 \cdot 10^2$	$2,3 \cdot 10^0$	$9,7 \cdot 10^1$	$4,5 \cdot 10^2$
0,2	$9,1 \cdot 10^1$	$9,8 \cdot 10^{-1}$	$6,1 \cdot 10^1$	$15 \cdot 10^2$
0,3	$4,4 \cdot 10^1$	$6,3 \cdot 10^{-1}$	$4,8 \cdot 10^1$	$9,2 \cdot 10^1$
0,5	$1,5 \cdot 10^1$	$3,7 \cdot 10^{-1}$	$3,6 \cdot 10^1$	$5,2 \cdot 10^1$
1,0	$1,4 \cdot 10^1$	$1,9 \cdot 10^{-1}$	$2,5 \cdot 10^1$	$2,6 \cdot 10^1$
1,5	$1,2 \cdot 10^{-1}$	$1,3 \cdot 10^{-1}$	$1,9 \cdot 10^1$	$2,0 \cdot 10^1$
2,0	$9,6 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-1}$	$1,6 \cdot 10^1$	$1,6 \cdot 10^1$
2,5	$8,2 \cdot 10^{-4}$	$8,5 \cdot 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^1$	$1,4 \cdot 10^1$
3,0	$7,8 \cdot 10^{-5}$	$7,3 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^1$	$1,2 \cdot 10^1$

Таблица 5. Доза, создаваемая электронами и протонами КП за алюминиевой пластиной, для ГСО

Толщина защиты, г/см <sup>2</sup>	Электроны ЕРПЗ, рад(Si)/сутки	Тормозное излучение, рад(Si)/сутки	Протоны СКЛ, рад(Si)/сутки	Полная доза, рад(Si)/сутки
0,01	$1,4 \cdot 10^4$	$4,2 \cdot 10^1$	$6,1 \cdot 10^2$	$1,4 \cdot 10^4$
0,1	$8,9 \cdot 10^2$	$5,0 \cdot 10$	$8,6 \cdot 10^1$	$9,8 \cdot 10^2$
0,2	$2,4 \cdot 10^2$	$2,1 \cdot 10$	$1,4 \cdot 10^1$	$2,5 \cdot 10^2$
0,3	$9,0 \cdot 10^1$	$1,2 \cdot 10$	$9,7 \cdot 10$	$1,0 \cdot 10^2$
0,5	$1,7 \cdot 10^1$	$6,5 \cdot 10^{-1}$	$4,0 \cdot 10$	$2,1 \cdot 10^1$
1,0	$5,1 \cdot 10^{-1}$	$3,3 \cdot 10^{-1}$	$1,7 \cdot 10$	$2,5 \cdot 10$
1,5	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$2,4 \cdot 10^{-1}$	$1,1 \cdot 10$	$1,3 \cdot 10$
2,0	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$1,9 \cdot 10^{-1}$	$8,4 \cdot 10^{-1}$	$1,0 \cdot 10$
2,5	$6,8 \cdot 10^{-5}$	$1,6 \cdot 10^{-1}$	$5,3 \cdot 10^{-1}$	$6,9 \cdot 10^{-1}$
3,0	$2,8 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-1}$	$4,4 \cdot 10^{-1}$	$5,8 \cdot 10^{-1}$

Из представленных в табл. 4, 5 результатов видно, что начиная с толщин  $\approx 1,5...2,0$  г/см<sup>2</sup> для электронов доза меняется относительно слабо, поскольку определяется вторичным тормозным излучением. Для протонов, начиная с толщин  $\approx 1,0...1,5$  г/см<sup>2</sup>, спад дозы также замедляется, поскольку в спектре протонов после отсечки низкоэнергетической части остаются высокоэнергетические протоны с большой проникающей способностью. Отсюда следует, что массовые толщины защитных экранов (включая толщину корпуса изделия), лежат в диапазоне до  $\approx 2,0$  г/см<sup>2</sup>. Поэтому применение дополнительных защитных экранов при суммарной толщине конструкционных материалов КА (включая толщины корпусов приборов и отдельных ИС) более указанной величины не приводит к заметному снижению локальных дозовых нагрузок в объеме КА.

#### **1.4. Многослойные структуры для защиты от ионизирующих излучений**

Рассмотрение основных результатов расчетных исследований по оптимизации состава и структуры защитных экранов для элементов микроэлектроники КА следует начать с анализа эффективности ослабления дозовых характеристик ИИКП однородными барьерами из материалов с различным атомным номером  $Z$ . В работе [24] были рассчитаны дозы электронов и протонов КП барьерами из алюминия и вольфрама на ГСО (рис. 3-5).



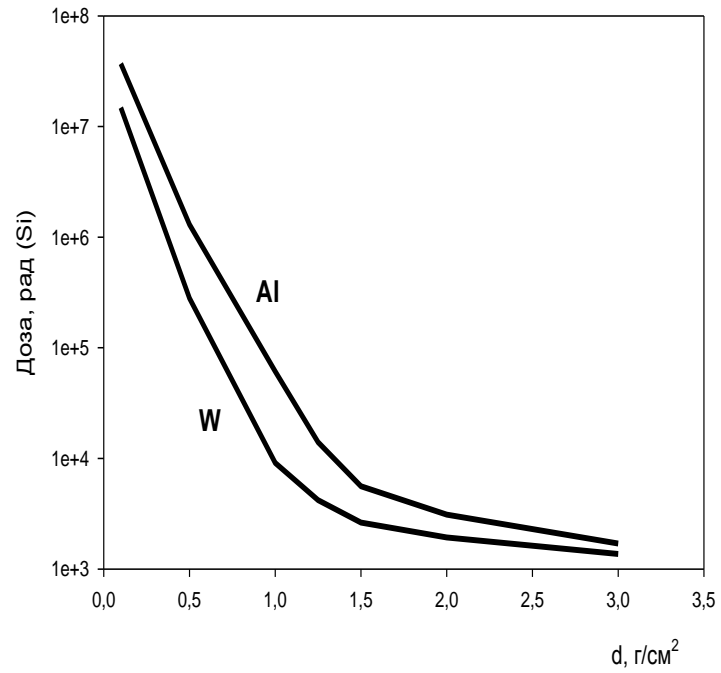


Рисунок 3. Зависимость дозы электронного излучения в центре твердой сферы от толщины защиты; ГСО, САС 11 лет

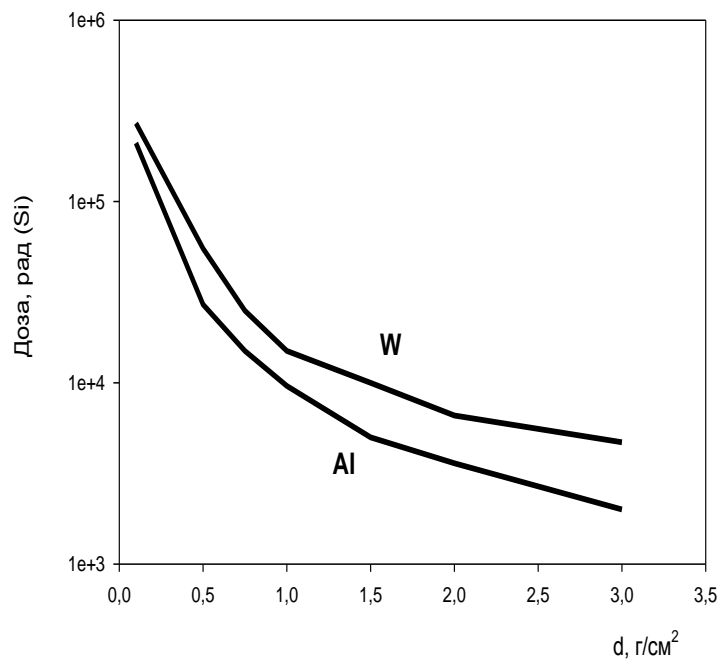


Рисунок 4. Зависимость дозы протонов СКЛ в центре твердой сферы от толщины защиты; ГСО, САС 11 лет

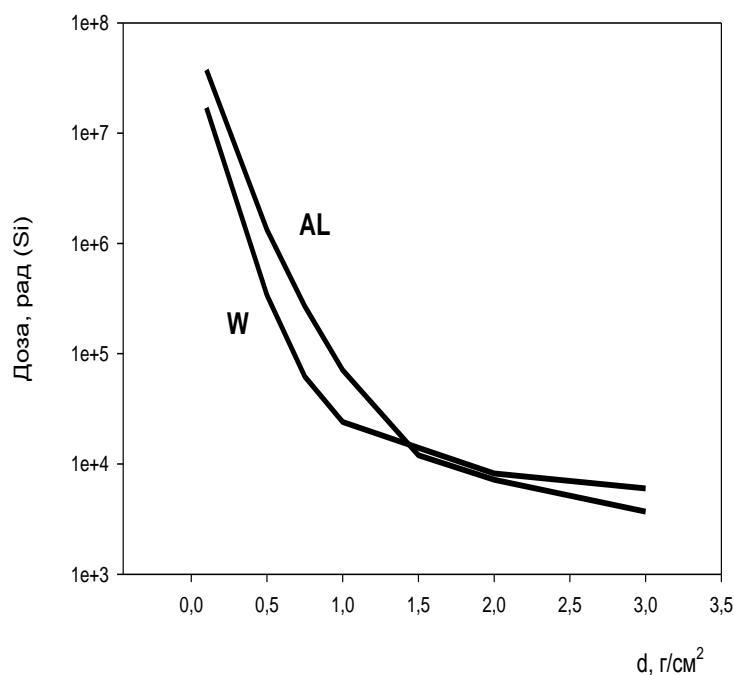


Рисунок 5. Зависимость полной дозы ИИ КП в центре твердой сферы от толщины защиты; ГСО, САС 11 лет

Результаты, представленные рис. 3-5, подтверждают основные физические закономерности ослабления электронного и протонного излучения «легкими» и «тяжелыми» материалами, изложенными выше. Вольфрам обладает лучшими защитными свойствами для электронов КП, алюминий - для протонов. Полная доза электронов и протонов КП в диапазоне толщин до  $\approx 2,0$  г/см<sup>2</sup> эффективнее ослабляется защитным барьером из вольфрама. Следует отметить, что результаты расчетов, проведенных [25] по программам *ELECTRON-MK* и *PROTON-MK*, хорошо согласуются с аналогичными результатами, полученными с помощью программы *NOVICE*, используемой в США для исследования эффективности защиты КА.

**Дальнейшая оптимизация локальной радиационной защиты заключается в том, чтобы при заданной массовой толщине защитного экрана подобрать комбинацию однородных слоев из доступных компонентов, обеспечивающую максимальное ослабление дозовых**

**характеристик ИИ КП для заданных спектрально – энергетических характеристик и флюенсов электронов и протонов КП.**

В многочисленных исследованиях [26-32] показано, что радиационная защита наиболее эффективна тогда, когда материал с высоким атомным номером  $Z$  располагается между слоями материала с низким атомным номером. При фиксированной массовой толщине защитного экрана в диапазоне от 0,5 до 1,5 г/см<sup>2</sup> такая композиция позволяет снизить полную дозу электронов и протонов КП от трех до пяти раз по сравнению с однородной защитой, например, из алюминия (табл.6).

Таблица 6. Ослабление дозы ИИКП комбинированной трехслойной защитой (Al – W – Al) для ГСО, САС 11 лет

d, г/ см <sup>2</sup>	Электроны ЕРПЗ, рад (Si)	Протоны СКЛ, рад (Si)	Полная доза, рад (Si)	Трехслойная структура/ барьер алюминий **
0,54 * (0,08; 0,38; 0,08)	$2,4 \cdot 10^5$	$4,7 \cdot 10^4$	$2,9 \cdot 10^5$	0,22
1,08 (0,12; 0,84; 0,12)	$6,18 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^4$	$1,9 \cdot 10^4$	0,36

\*) указана суммарная толщина защиты, в скобках – толщины отдельных защитных слоев (алюминий, вольфрам, алюминий)

\*\*\*) отношение полной дозы за трехслойной структурой к полной дозе за алюминиевым защитным экраном с той же массовой толщиной.

Оптимальные защитные свойства представленной выше трехслойной структуры определяются рассмотренными выше зависимостями тормозных способностей материалов от их атомного номера  $Z$ . Внешний слой алюминия ослабляет высокоэнергетические электроны, но в то же время является источником тормозного излучения. Средний слой из тяжелого материала (вольфрам) эффективно ослабляет тормозное излучение (ТИ) благодаря высокому сечению фотоэффекта, однако генерирует фотокомптоновские электроны. Генерация ТИ в среднем слое незначительна. Кроме того, вольфрам эффективно замедляет выходящие из

первого слоя первичные электроны. Наконец, третий слой (алюминий) полностью отсекает вторичные фотокомптоновские электроны, а также ослабляет ТИ, выходящее из первого слоя.

Как показывает рассмотрение различных технологий изготовления локальных защитных экранов, с практической точки зрения во многих случаях более эффективными являются композиционные экраны из смеси различных материалов, взятых в определенной весовой пропорции. Обычный состав указанных композиций: **материал с высоким Z, материал с низким Z и связующий материал**. В таблице 7 для примера представлены результаты расчета ослабления дозы ИИКП с помощью одной из подобных композиций.

Таблица 7. Ослабление дозы ИИ КП защитным экраном, состоящим из смеси 70 % вольфрама, 15 % меди и 15 % весовых долей связующей смолы; ГСО, САС 11 лет.

d, г/ см <sup>2</sup>	Электроны ЕРПЗ, рад (Si)	Протоны СКЛ, рад (Si)	Полная доза, рад (Si)	Композиция/ барьер из алюминия *
0,54	$3,3 \cdot 10^5$	$0,48 \cdot 10^5$	$3,8 \cdot 10^5$	0,29
1,08	$9,9 \cdot 10^3$	$1,45 \cdot 10^4$	$2,4 \cdot 10^4$	0,45

\*) отношение полной дозы за композиционным материалом к полной дозе за алюминиевым защитным экраном с той же массовой толщиной

Таким образом, результаты проведенного анализа и расчетных исследований защитных свойств простых материалов и их композиций показывают, что применение многослойных структур позволяет снизить дозовые нагрузки на элементы аппаратуры КА в несколько раз при сохранении ее массогабаритных характеристик. Конкретные рекомендации по использованию локальных защитных экранов, определяются тем, на каком этапе применяются средства индивидуальной защиты ЭРИ: проектирования и производства ЭРИ, компоновки приборов и устройств аппаратуры КА,

либо необходимости экстренного усиления защиты конкретных ЭРИ после проведения радиационных испытаний [33].

### 1.5 Дисперсно-наполненные радиационно-защитные материалы

К наиболее эффективным защитным материалам, используемым в настоящее время, относится керамика *Walopack* [34]. Покрытие корпусов РЭА *Walopack*, представляет собой структуру с чередующимися слоями, с преимущественным содержанием  $Al_2O_3$  и порошкообразного вольфрама ( $W$ ). Эффективность данного материала по защите от электронного излучения зависит от угла падения пучка. Исследован фрагмент защитного покрытия толщиной 2 мм. Средняя плотность материала составила  $4,42 \pm 0,03$  г/см<sup>3</sup>. Исследования коэффициента ослабления электронного излучения проводились на ускорителе при энергии электронов  $2,1 \pm 0,1$  МэВ. На рис. 6 показаны значения коэффициента ослабления электронного излучения (по поглощенной дозе) при различных углах падения пучка [35]. Расчет проводился с помощью пакета *GEANT* в рамках системы моделей *PENELOPE*. Данный материал эффективно защищает от электронной радиации, не вызывая слишком высокого тормозного излучения, но по своим защитным свойствам от протонного излучения схож с алюминиевыми сплавами. Кроме того, *Walopack* обладает более высоким (по сравнению с алюминиевыми сплавами) удельным весом –  $4,5$  г/см<sup>2</sup>. Изделия из данного материала поставляются только для конкретных типов компонентов.

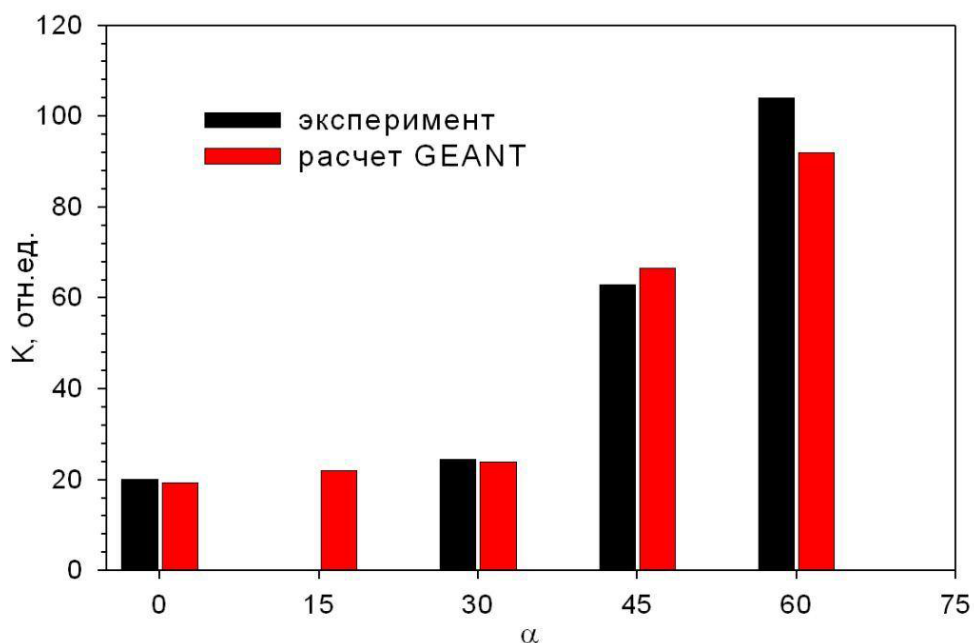


Рисунок 6. Значения коэффициента ослабления электронного излучения (по поглощенной дозе) при различных углах падения пучка материалом *Walopack*

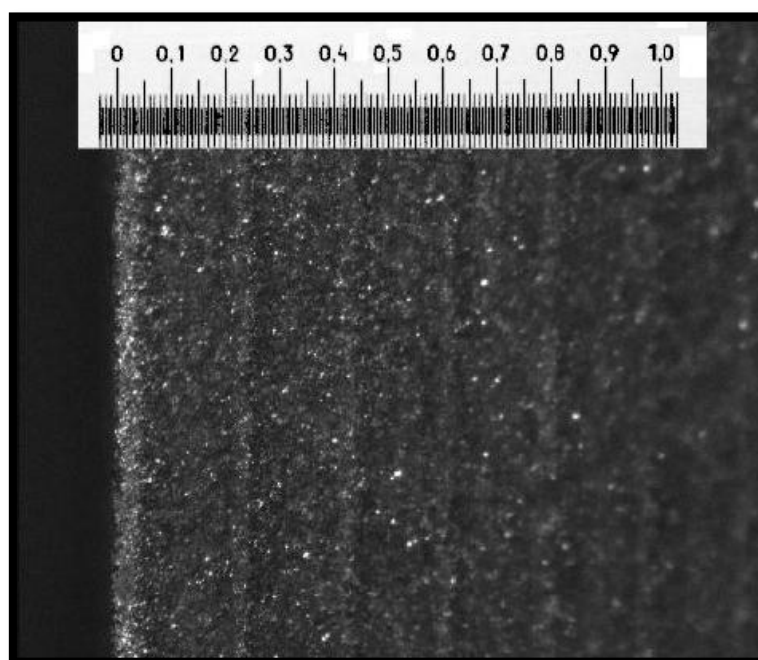


Рисунок 7. Поперечный срез материала *Walopack*: толщина слоя с  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $d_{\text{Al}_2\text{O}_3} \sim 185$  мкм; толщина слоя с вольфрамом (W),  $d_{\text{W}} \sim 25$  мкм.

В работах [36-38] представлены исследования радиационно-защитных алюминий-матричных композитов (рис. 8), где в качестве исходных материалов использовали (рис. 9):

- а) матричные материалы - сплавы АМг6 и В95;
- б) для ослабления гамма и рентгеновского излучений – порошок вольфрама;
- в) для поглощения нейтронного излучения порошки карбида бора  $B_4C$  или нитрида бора BN.

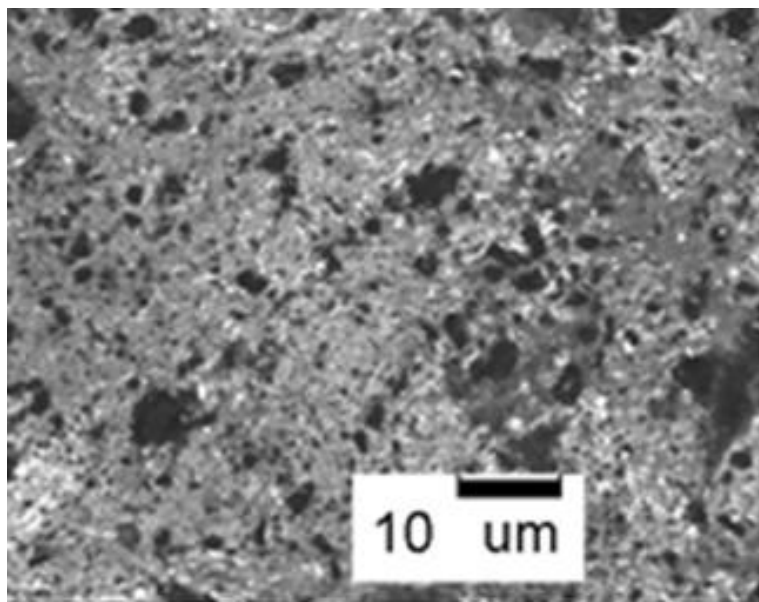


Рисунок 8. *SEM*-изображение структуры нанокompозита  $B95+B_4C_{n+m}+W$  ( $\times 1000$ )

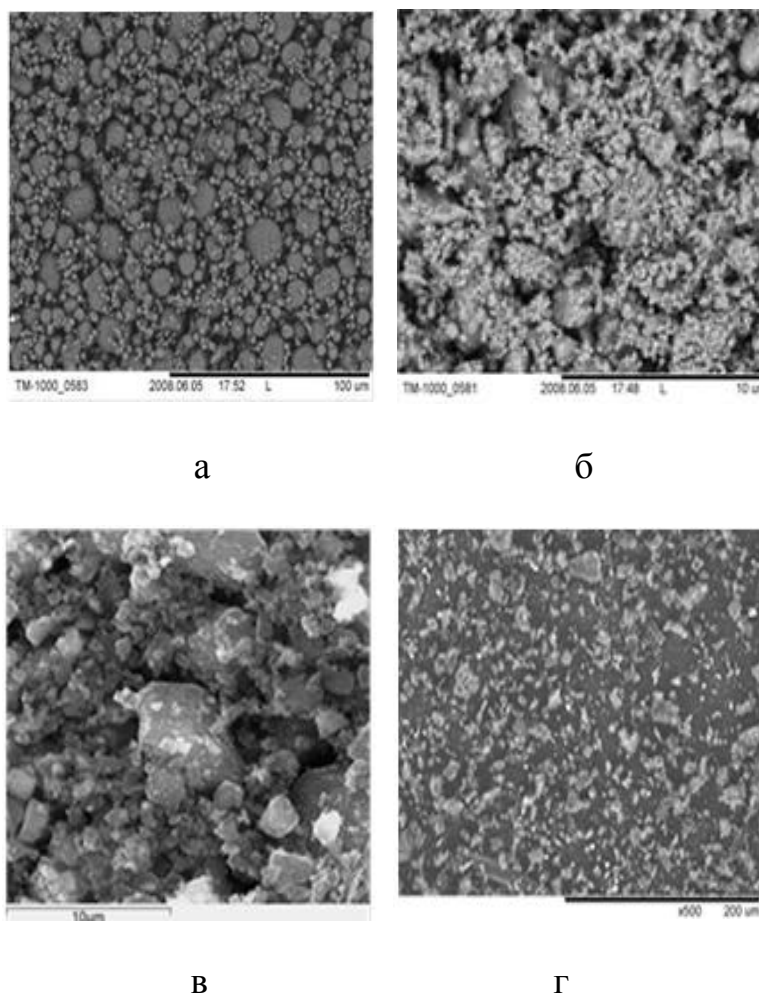


Рисунок 9. *SEM*-фотография исходных порошков: а) АМг6 ( $\times 2000$ ), б) нановольфрама W ( $\times 10000$ ), в) карбида бора  $B_4C$  ( $\times 1200$ ), г) турбостратного нитрида бора BN ( $\times 1200$ )

В таблице 8 приведены физико-механические свойства порошка вольфрама.

Таблица 8. Основные физико-механические свойства порошка вольфрама

Наименование материала	Удельный вес, г/см <sup>3</sup>	$T_{пл.}$ , °C	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	Модуль упругости, ГПа	$\sigma_B$ , МПа	Размер частиц, нм
Нановольфрам W	19.3	3400	3.6, 12.6	35-38	>100	25,86

По результатам радиационных испытаний авторы установили, что с введением борсодержащих материалов ( $B_4C$  или BN) в алюминиевую



матрицу в исследованных алюминий-матричных композитов (АМК) происходит увеличение коэффициента поглощения смешанного нейтронного излучения в 2÷3 раза до 2,15÷3,0 (при  $J_{\text{нейтр.}}=3,1\div4,0\times 10^{12}$  1/стер•к), а с введением нановольфрама выявлено увеличение коэффициента ослабления гамма излучения на 20÷30 % до 1,40 (при  $E_{\gamma}=1,33$  мэВ).

Измерения коэффициента пропускания нейтронных излучений показали, что при использовании наноразмерного В<sub>4</sub>С в концентрации 25 % масс. в АМК происходит практически полное поглощение тепловых нейтронов и около половины медленных нейтронов.

Таблица 9. Радиационно-защитные свойства и механические характеристики АМК

Состав нанокомпозита	$\sigma_s$ , МПа	$\delta$ , %	$T_{пл}$ , °С	$K_n$	$K_{\gamma}$
АМГ6+BN <sub>n+m</sub> +W	380-400	6-8	650	2,15	1,15
В95+ BN <sub>n+m</sub> +W	620-650	10-12	650	2.8	1.20
АМГ6+В <sub>4</sub> С <sub>n+m</sub> +W	430-470	8-10	650	2.5	1.35
В95+В <sub>4</sub> С <sub>n+m</sub> +W	650-670	8-10	650	3.0	1.40

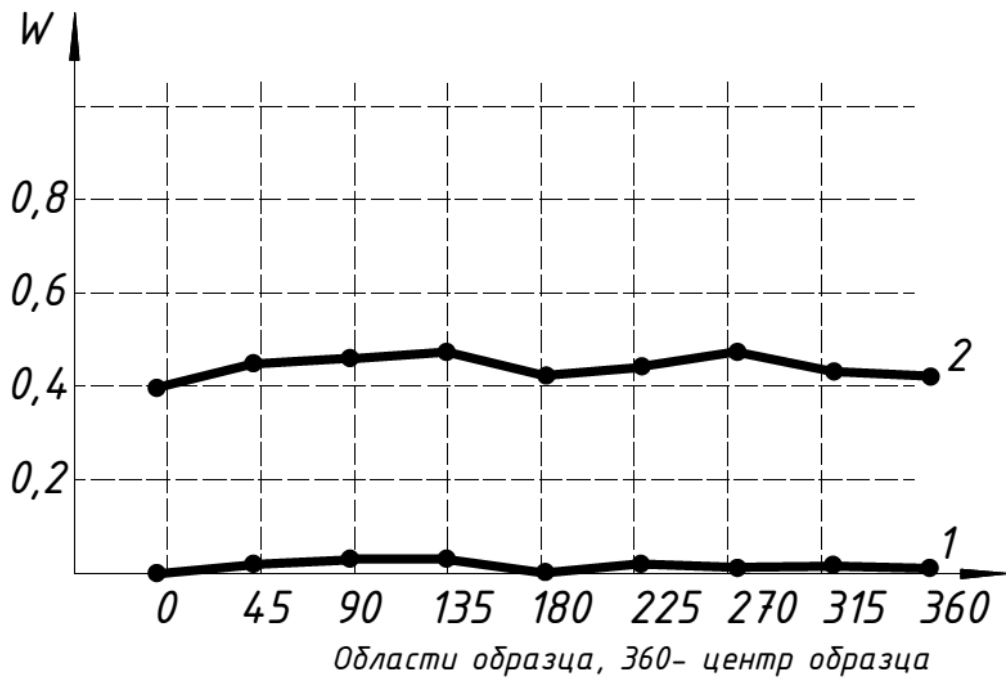


Рисунок 10. Изменение коэффициента пропускания нейтронов в зависимости от расположения облучаемых областей на испытуемом образце: кривая 1 – тепловые нейтроны ( $V= 2,2$  км/с), кривая 2–медленные нейтроны ( $V= 4,36$  км/с)

В работе [39], представлено исследование сокращения процессов рождения вторичных частиц в экранах, где в структуре материала радиационной защиты использовались элементы с низким атомным номером  $Z$ :  $H$ ,  $BN$  [40, 41]. Показано, что путем варьирования размера и объемной доли наполнителя, можно направленно изменять радиационно-защитные свойства такого композита. На рис. 11 показаны коэффициенты ослабления потока протонов с энергетическим спектром, имитирующего спектр солнечного космического излучения, а также нейтронов, генерируемых одним протоном в материале экрана, в зависимости от толщины защитных экранов из  $Al$  и композиционного материала с наполнителем из микросфер, заполненных водородом. Как видно, рассматриваемый материал в обоих случаях обладает более высокими защитными свойствами.

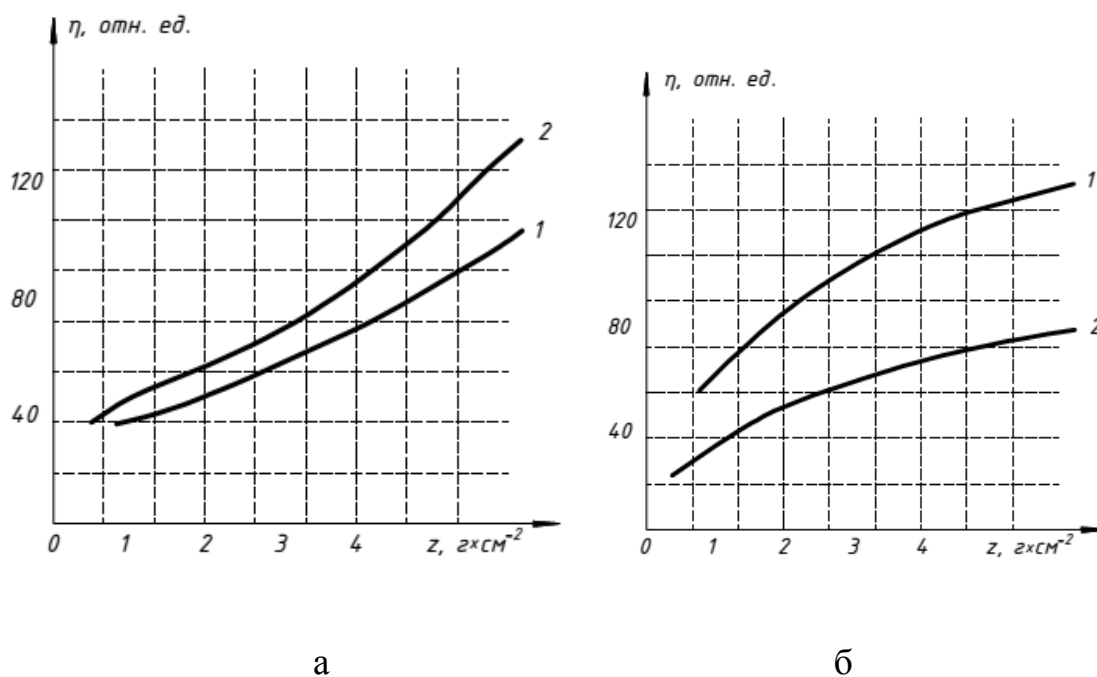


Рисунок 11. Зависимость коэффициента ослабления потока протонов  $\eta$  (а) и числа генерируемых нейтронов  $n$  (б) от толщины экрана: 1 — Al; 2 — полимерный материал

В НИИЯФ МГУ с использованием программы *GEANT*, было построено моделирование ослабления потоков заряженных частиц различными композитами в условиях облучения нормально падающим пучком протонов с энергией  $E=50$  МэВ. В качестве материала полимерной матрицы был выбран полиэтилен, в качестве наполнителей — водород и нитрид бора. Как видно (рис. 12) по сравнению с алюминием, водородосодержащие композитные материалы обеспечивают требуемый уровень защиты при меньшей массе экранов. Увеличение содержания легких элементов, таких как водород, приводит к улучшению радиационно-защитных свойств материала.

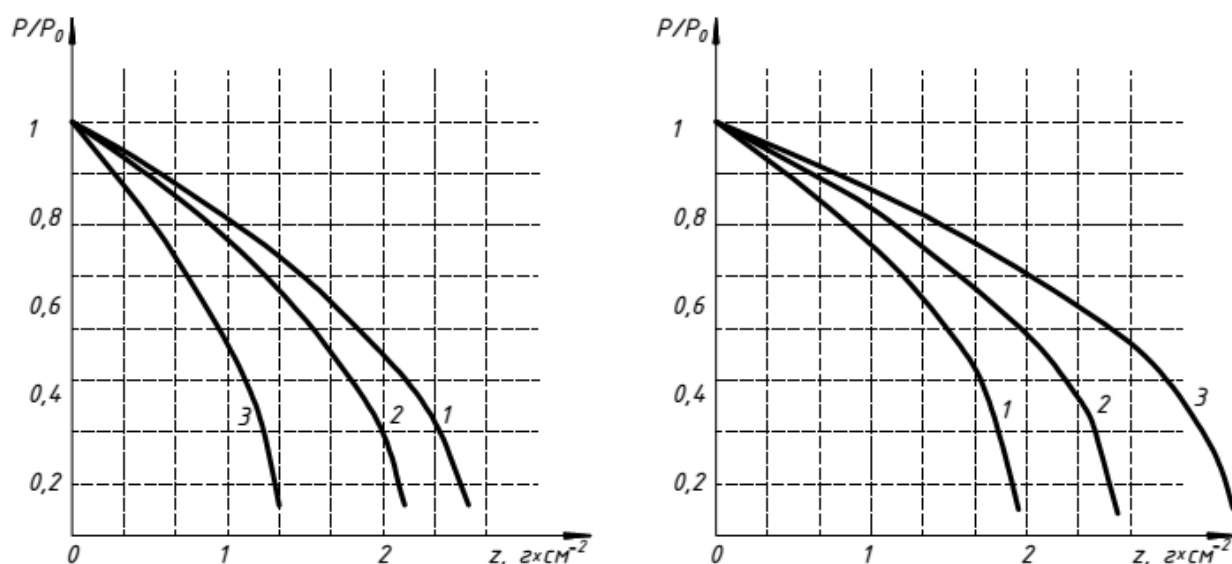


Рисунок 12. Эффективность защиты в зависимости от массовой (а) и линейной (б) толщины экрана для различных материалов: 1 — полиэтилен с добавлением водорода; 2 — полиэтилен с добавлением нитрида бора; 3 — Al

**Таким образом,** проведя анализ существующих радиационно-защитных материалов установили, что для поглощения нейтронного излучения, возникающего как вторичное при проходе первичных протонов через вещество, при этом эффективнее (в сравнении с Al) защищающих от протонов, следует использовать борсодержащие соединения. Для ослабления тормозного рентгеновского излучения следует использовать вольфрам, обладающий высоким атомным номером, при этом не таким токсичным как соединения свинца.

### 1.6. Воздействие дестабилизирующих факторов космического пространства на материалы

В настоящее время значительное распространение в качестве функциональных материалов космической техники получили полимерные материалы (ПМ) [42].

Однако, ПМ присущи некоторые недостатки, накладывающие определенные ограничения на их применение в составе изделий космической

техники. Одним из основных недостатков является высокая чувствительность к воздействию ИИ, или по другому низкая радиационная стойкость. Изменения структурного состояния при облучении полимеров, приводят к изменению всего комплекса механических характеристик. Наибольшим изменениям подвержены: прочность, удлинение при разрыве, ползучесть, а так же модуль упругости и др [43-49].

Механические свойства ПМ имеют прямую зависимость от структурных параметров (кристалличности, молекулярного веса, спектра молекулярной релаксации и др.), которые претерпевают наибольшие изменения при радиационном облучении [50-54]. Чаще всего изменения механических характеристик ПМ до 30 % и выше наблюдаются при  $D \approx 10^7$ - $10^8$  рад, тогда как изменения свойств в неорганических материалах, происходят при  $D$  на порядки превышающие указанные выше. Указанный интервал поглощенных доз приблизительно соответствует средней  $D$ , поглощаемой материалом на ГСО в течение около 10 лет.

Принципиальными особенностями эксплуатации ПМ в околоземном космическом пространстве являются:

- наличие ИИКП;
- значительное распределение энергетического спектра ИИКП;
- комплексное воздействие ИИ;
- температурное воздействие на ПМ.

Широкое распределение энергетического спектра ИИКП приводит к неоднородному распределению  $D$  в ПМ относительно нормали ниспадающего потока. Ниже (рис. 13) представлено распределение мощности поглощенной энергии, возникающей в приповерхностных обростях ПМ при воздействии трех видов ИИКП: мягкого рентгеновского излучения, спектра заряженных частиц на ГСО и вакуумного ультрафиолетового излучения (ВУФ) Солнца [30]. Оценки показывают, что суммарная поверхностная  $D$  ПМ на ГСО существенно

превысит  $10^7$  Гр·год<sup>-1</sup>. Такой уровень  $D$  является чрезвычайно высоким, способным привести к полной деградации полимера и его уносу. Однако, усредненная по глубине материала  $D$  оказывается существенно ниже, поскольку значительную долю в общем спектре излучений составляет низкоэнергетическая часть ИИ (рентгеновское и ВУФ-излучения, электроны и протоны с энергиями менее 0,050 и 1 МэВ соответственно). На глубине 10 мкм величина  $D$  снижается приблизительно на порядок [55].

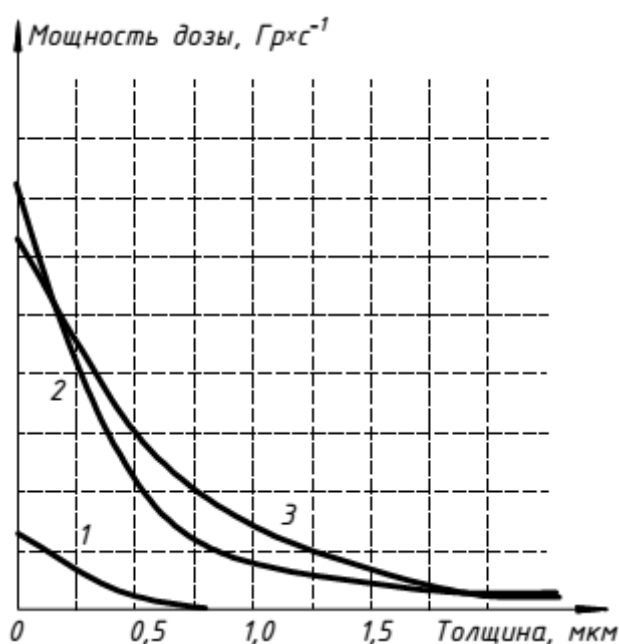


Рисунок 13. Распределение мощности  $D$  по толщине пленки сополимера тетрафторэтилена с гексафторпропиленом (Ф-4МБ): 1 - мягкое рентгеновское излучение, 2 - заряженные частицы на ГСО, 3 - вакуумный ультрафиолет

Также, наибольшую опасность для ПМ оказывает набегающий поток атомарного кислорода (АК), являющийся основным компонентом атмосферы Земли на высотах 200-700 км [1], который вызывает повреждение внешней поверхности конструкций низкоорбитальных КА. АК обладает высокой химической активностью, которая усилена кинетической энергией сталкивающихся с поверхностью атомов ( $\sim 5$  эВ), которая в свою очередь

обусловлена орбитальной скоростью КА. Под действием потока АК происходит потеря массы (распыление) материалов, а так же значительно изменяются механические, и электрофизические свойства материалов.

При воздействии АК на поверхности полимера происходит:

- часть атомов АК вступает в химическое взаимодействие с материалом;
- часть образует молекулы АК покидающие поверхность;
- часть претерпевает неупругое рассеяние. [55]

Для защиты полимерных материалов, на их поверхности наносят защитные покрытия, с толщинами около 1мкм, содержащие в своей структуре SiO, являющимся по своей природе нелетучим оксидом. При взаимодействии АК с SiO образуется пленка, препятствующая дальнейшему проникновению АК внутрь материала.

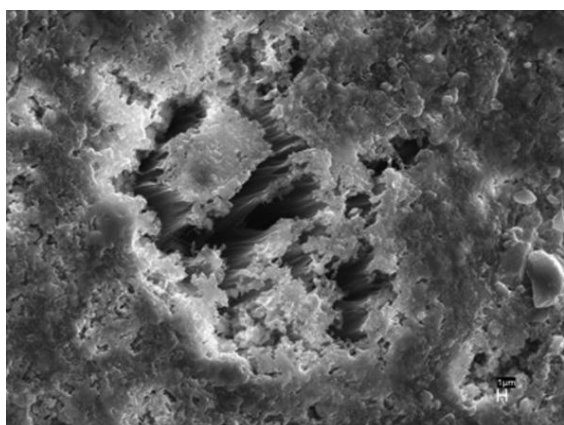
В работе [56] описывается синтез ПМ на основе полистирольной матрицы и ортокремниевой кислоты. Выбор наполнителя – ортокремниевой кислоты был обусловлен тем, что в его структуре содержатся атомы кремния, которые при взаимодействии с АК образуют соединение оксида кремния (IV). Содержание наполнителя варьировалось от 30 до 80 % по массе. Далее синтезированные композиты подвергались 3-х часовому облучению потоком кислородной плазмы.

Основным параметром, определяющим воздействие атомарного кислорода на материал, является удельная потеря массы ( $\Delta m/S$ ) после воздействия АК и коэффициент эрозии ( $Rm$ ). В таблице 10 представлены значения данных параметров для различного содержания наполнителя. Анализ исследования показывает, что при увеличении содержания ортокремниевой кислоты в композите значительно уменьшается  $\Delta m/S$  и  $Rm$ , что несомненно является положительным моментом.  $\Delta m/S$  чистого полистирола после

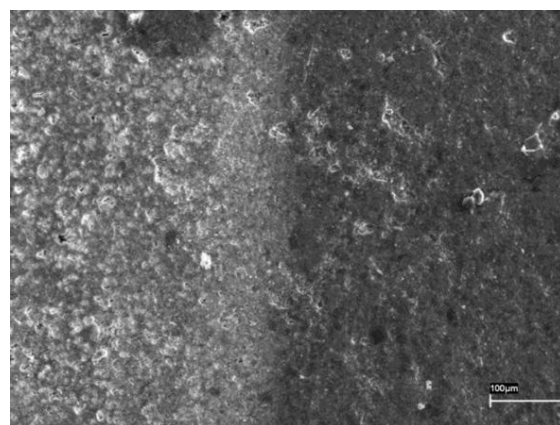
обработки АК снижается в 3,6 раза по сравнению с 80 %-ным содержанием исследуемого наполнителя.

Таблица 10. Значения параметров  $\Delta m/S$  и  $Rm$

	Содержание ортокремниевой кислоты, масс %						
	0	30	40	50	60	70	80
$\Delta m/S$ , $10^{-3} \text{ г/см}^2$	7,75	5,45	4,13	3,86	3,52	3,01	2,12
$Rm$ , $10^{-24}$ г/атом кислорода	1,15	1,02	0,86	0,36	0,24	0,18	0,12



а



б

Рисунок 14. Морфология поверхности чистого полистирола (а) и полимерного композита с 80% содержанием ортокремниевой кислоты (б) после облучения потоком кислородной плазмы

При анализе поверхностной морфологии исследователи установили, что без кремнийсодержащего наполнителя происходит ярко выраженная деградация поверхности (рис. 14), а при введении наполнителя с SiO отсутствуют значительные изменения на поверхности.

**Таким образом,** рассмотрев дестабилизирующее воздействие космического пространства на материалы КА, целесообразно использовать в



структуре радиационно-защитного материала неорганические соединения, содержащие SiO.

### **1.7. Выводы по главе 1. Постановка цели и задач исследований**

В обзоре представлено современное состояние исследований и разработок в области защиты элементов КА от ионизирующих излучений. В целом по главе можно сделать следующие выводы:

1. Установлены основные факторы, отрицательно влияющие на аппаратуру и конструкции космических аппаратов.

2. Проведен обзор существующих методов защиты от ионизирующих излучений и наиболее известных радиационно-защитных материалов.

3. Произведен предварительный подбор элементного состава радиационно-защитного покрытия.

4. В целом проведенный анализ литературных данных приводит к выводу о необходимости разработки в качестве материала радиационной защиты многослойного композиционного материала, обладающего по сравнению с используемыми материалами более высокими эксплуатационными характеристиками.

5. С целью стойкости к воздействию атомарного кислорода следует применять в составе композита соединения, содержащие SiO.

6. Учитывая сложность выявления зависимостей ослабления ионизирующего излучения от размеров ультрадисперсных частиц, а также равномерности распределения их в связующей матрице, в данной работе следует рассматривать указанные зависимости как дополняющие характеристики к общепринятым параметрам, влияющим на ослабление излучений (плотность, высокий  $Z$ ).

На основании вышесказанного сформулирована цель работы:  
***Разработать и исследовать слоистое нанокompозитное радиационно-защитное покрытие, обладающее совокупностью эксплуатационных требований, применяемых для материалов ракетно-космической техники.***

Для достижения поставленной цели в работе необходимо решить следующие основные задачи:

1. Разработать оптимальный состав радиационно-защитного покрытия.
2. Изучить физико-химические процессы, протекающие при синтезе и твердении радиационно-защитного композита.
3. Исследовать физико-химические характеристики радиационно-защитного композита.
4. Исследовать структуру и фазовый состав разрабатываемого композита.
5. Исследовать влияние ионизирующего излучения на структуру и механические свойства композита при высоких значениях поглощенной дозы.
6. Провести испытания радиационно-защитных свойств композита.

## ГЛАВА 2. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ И ВЫБОР МАТЕРИАЛОВ

Во 2 главе представлены методики исследования. Определены основные факторы, влияющие на эксплуатационные характеристики материала. Проведен подбор компонентов для радиационно-защитного материала и установление его оптимальных составов и параметров синтеза композита на основе выбранных связующего, модификатора и порошков. Критерием оптимальности составов и параметров синтеза дисперсно-наполненного композита приняты наибольшие значения прочности и водостойкости.

### 2.1 Обоснование и выбор компонентного состава радиационно-защитного композитного покрытия

#### 2.1.1 Выбор типа связующей матрицы для радиационно-защитного материала

Как указывалось выше, применение в КП неорганических материалов, содержащих SiO более перспективно в сравнении с органическими материалами. На соответствие уровню вышеуказанных критериев применимости, в качестве связующей матрицы, следует рассмотреть водные растворы силикатов щелочных металлов – жидкие стекла (ЖС). Данные соединения достаточно распространены и экономически доступны, жидкое стекло является крупнотоннажным продуктом неорганического синтеза и производится во всех промышленно развитых странах мира [57].

ЖС представляют собой вещества в аморфном стеклообразном состоянии, характеризующиеся определенным содержанием оксидов —  $M_2O$  и  $SiO_2$ , где  $M$  — это катион Na или K. Мольное соотношение  $SiO_2/M_2O$  называют силикатным модулем жидкого стекла  $n$ . Мольное соотношение  $SiO_2/M_2O$  составляет  $2,6 \div 3,5$  при содержании  $SiO_2$   $69 \div 76$  масс. % для натриевого стекла и  $65 \div 69$  масс. % — для калиевого. Модуль ЖС является

Второстепенными особенностями ЖС является содержание в них примесных компонентов  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $SO_4^{2-}$  и др., а так же их плотность. Химический состав ЖС характеризуется по содержанию кремнезема и других оксидов, независимо от конкретной формы их существования в растворе.

ЖС, в которых  $M$  – катион  $Na^+$ , обычно выпускают в пределах значений силикатного модуля от 2,0 до 3,5 при плотности растворов от 1,3 до 1,6 г/см<sup>3</sup>. ЖС с катионом  $K^+$ , выпускаются со значениями силикатного модуля 2,8—4,0 при плотности 1,25—1,40 г/см<sup>3</sup> [58-63].

Когда ЖС играет роль связующего между частицами того или иного наполнителя, прочность структуры, образовавшейся после высыхания при обычной температуре, зависит от многих факторов. По характеру разлома затвердевшего камня можно определить наиболее слабое место образовавшегося материала. Разрушение может носить адгезионный характер (по местам стыка связующего и наполнителя) или когезионный (преимущественно по связке или по наполняющему материалу). Жидкое стекло обладает хорошей адгезией к большинству материалов, что легко определяется по углу смачивания. Силикатные растворы с модулями ниже 3,5—3,7 дают хороший контакт с железом, алюминием, цинком, свинцом и другими металлическими поверхностями. Время смачивания при этом может быть разным и в сильной степени зависит от вязкости жидкого стекла [64-71].

Хорошее смачивание материалом металлов обуславливает их хорошую адгезию в затвердевшем состоянии. Поэтому большинство затвердевших композиций на ЖС разрушаются когезионно или по смешанному механизму. Если от затвердевшей системы требуется высокая прочность, то при этом, естественно, используются прочные, значительно превышающие по физико-механическим характеристикам затвердевшее ЖС. Казалось бы, в этом случае прочность композиции должна была бы определяться физико-механическими свойствами ЖС. Однако даже в простейшем случае склеивания поверхностей

различных материалов ЖС обнаруживается разнообразие прочностных характеристик.

При связывании неорганических материалов - окислов, карбонатов, кварца, силикатов, алюмосиликатов – наблюдается разнообразие физико-механических характеристик композитов, что свидетельствует о не совсем инертном характере связываемого материала. Слой связующего из-за участия в нем атомов или сцепленных агрегатов наполнителя сплошь и рядом оказывается неоднородным по толщине. Время твердения, т. е. время значительной потери подвижности отдельных элементов взаимодействующей системы, часто слишком мало по сравнению с временем протекания межфазной реакции между связующим и наполнителем. Поэтому, толстый слой связки менее прочен, чем тонкий.

При этом зачастую, композиты, в которых связующим выступают ЖС, могут хрупкими, отслаиваться от подложек из различных материалов, низкой стойкостью к факторам космического пространства, низкой водостойкостью, и недолговечностью. Для расширения области применения покрытий на основе жидкого стекла и получения на их основе покрытий с улучшенными эксплуатационными характеристиками *следует модифицировать их состав различными добавками.*

### 2.1.2 Выбор модификатора

Наиболее широко применяемыми модификаторами являются фторсиликаты натрия или калия. Их преимущество состоит в том, что помимо связывания щелочи, при разложении они выделяют кремнекислоту, которая заметно уплотняет твердеющую систему [72]. Реакция между фторсиликатными и гидроксильными ионами протекает согласно уравнению:



В диссертационной работе в качестве модификатора выбрали  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ . Следует учесть, что ведение порошка  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в ЖС, как и в случае с другими кислыми отвердителями, приводит к мгновенной коагуляции жидкого стекла вокруг зерен модификатора. В связи с этим, кремнефтористый натрий перед введением в ЖС обычно предварительно смешивают с добавкой-наполнителем, роль которой в данной работе, помимо радиационно-защитных функций, выполняют ультрадисперсные порошки.

Модифицирование кремнефтористым натрием, вызывает увеличение вязкости с последующим достаточно быстрым твердением ЖС. Следует также отметить достаточно низкую растворимость кремнефтористого натрия как в воде, так и в жидком стекле. В результате имеет место равномерное распределение частиц  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в массиве ЖС.

Для оценки способности жидкого стекла к отверждению применяют понятие «порог коагуляции», который соответствует массовой доле  $\text{Na}_2\text{O}$ , нейтрализация которого вызывает коагуляцию жидкого стекла. С увеличением концентрации силикатов в жидком стекле и с уменьшением его модуля порог коагуляции увеличивается.

При использовании большинства кислых модификаторов кислотно-основная реакция нейтрализации анионов, присутствующих в жидком стекле, протекает в диффузионном режиме, т.е. лимитирующей стадией такого процесса является скорость смешения реагентов. Это приводит к тому, что на границе раздела фаз возникают прослойки скоагулировавшей кремнекислоты, затрудняющие процесс смешения компонентов.

### **2.1.3 Выбор вида наполнителей для радиационно-защитного покрытия**

В многочисленных исследованиях показано [17, 27, 73], что на свойства композиционных материалов значительное влияние оказывает вид,

дисперсность и количество наполнителя. Для разработки радиационно-защитного материала необходимо учитывать не только рецептурные или технологические факторы, но и физические характеристики наполнителя, обеспечивающего эффективное поглощение определенного вида ионизирующего излучения.

Наполнители для радиационно-защитного композита должны отвечать следующим критериям:

- не вступать во взаимодействие со связующей матрицей, либо не образовывать соединения, мало устойчивые к эксплуатационной среде;
- хорошо смачиваться связующим;
- быть экономически доступными;
- обладать высокой радиационной стойкостью.

Кроме того, важным свойством, определяющим эффективность материала, является однородность состава, обеспечиваемая равномерным распределением компонентов в объеме композита. Рациональным способом однородного распределения элементов, является их размещение на высокоразвитой границе раздела фаз, что предполагает целесообразность увеличения дисперсности наполнителей [74, 75].

Выбор материалов для разрабатываемого композитного покрытия необходимо проводить с учетом влияния его характеристик на эксплуатационные свойства покрытия.

Среди характеристик, влияющих на эксплуатационные свойства разрабатываемого слоистого композитного покрытия, необходимо рассмотреть прочность и водостойкость конечного продукта.

### **Прочность**

К прочности разрабатываемого радиационно-защитного композита не предъявляются повышенные требования, так как основная его функция – защита от ионизирующих излучений никак не соотносима с данной

характеристикой. При этом, прочность – величина, интегрально характеризующая качество сформированной структуры и, в общем, следуя формуле П.А. Ребиндера [76], показывает плотность и прочность сформированных связей в композите, то есть его структуру:

$$R = \gamma f_c N^{2/3} = R_0(1 - \Pi)^{2/3} \quad (4)$$

Из формулы (4) следует, что при прочих равных условиях ( $f_c = \text{const}$  и  $\gamma = \text{const}$ ) бездефектный композит обладает максимальной прочностью  $R_0$  только при максимально плотной структуре:

$$R_0 = \gamma f_c N_0 \quad (5)$$

где,  $N_0$  – максимальная плотность связей в материале.

Уменьшение плотности связей приводит к закономерному снижению прочности композита. Повышение плотности структуры путем введения оптимального количества наполнителей, дисперсно-упрочняющих структуру композита, приведет к снижению пористости и формированию композита с повышенной прочностью.

### **Водостойкость**

Водостойкость материалов космического применения на первый взгляд кажется абсурдной, однако, следуя требованиям ГОСТ РВ 20.57.416 [77] для материалов ракетно-космической техники, а так же соображениям по универсальности покрытия, например использования его в составе аппаратуры морского базирования, стойкость к влаге разрабатываемого покрытия является важной характеристикой.

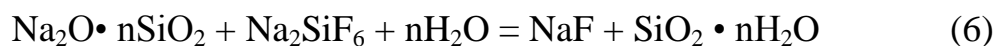
Известно что, водостойкость покрытий на основе силикатов щелочных металлов, как правило, снижается при увеличении содержания жидкого стекла. Это можно объяснить тем, что в процессе взаимодействия щелочи и отвердителя большая часть щелочи остается свободной. В результате неравномерного протекания реакции в отдельных условиях образуются высокопрочные конгломераты, придающие системе в целом высокую



механическую прочность. При увлажнении эти конгломераты разъединяются, и материал оказывается неводостойким. При высокой вязкости жидкого стекла затрудняется диффузия отвердителя в силикатные массы. Таким образом, для обеспечения водостойкости силикатных композиций необходимо присутствие отвердителя и применение жидкого стекла невысокой плотности.

Согласно исследованиям [78, 79], в композитах, где в качестве связующей матрицы используется натриевое ЖС, водостойкость определяется полнотой связывания катиона  $Na^+$  в нерастворимые соединения. Наиболее благоприятные условия для связывания катионов  $Na^+$  в нерастворимые соединения создаются при использовании в качестве отвердителя кремнефтористого натрия.

При взаимодействии жидкого стекла с кремнефтористым натрием реакция происходит по уравнению:



На основании уравнения, в результате взаимодействия кремнефторида натрия и жидкого стекла образуются конечные продукты реакции в виде соединений NaF и  $SiO_2$ .

Таким образом, объединив все рецептурные, технологические и экономические факторы можно предположить, что:

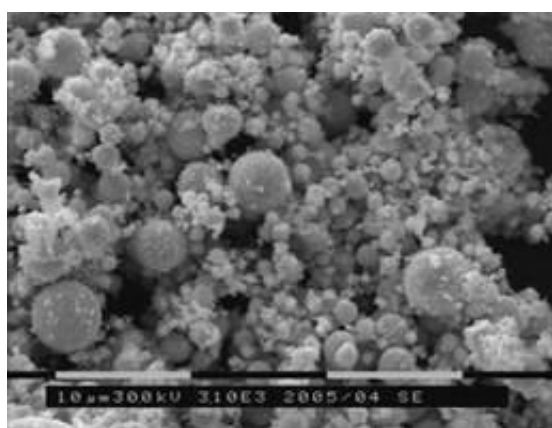
- для рассеяния и отражения первичных потоков ионизирующих излучений целесообразнее использовать доступный порошок нитрида бора, обладающий кроме того, эффективным поглощением медленных и тепловых нейтронов, без образования жестких  $\gamma$ -излучений захвата;
- для поглощения и рассеяния образовавшегося тормозного излучения, целесообразно применять порошок вольфрама.

Исходя из вышеизложенного для синтеза слоистого композитного покрытия следует использовать следующие компоненты:

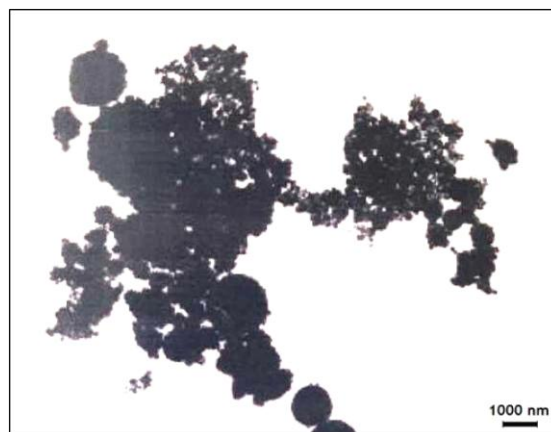
- жидкое стекло (ГОСТ 13078-81) с силикатным модулем 2,85, плотностью 1470 кг/м<sup>3</sup>;

- натрий кремнефтористый химически чистый ( $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ ) ТУ 6-09-1461-85;
- порошок вольфрама (W), соответствующий ТУ 1791-003-36280340-2008, разработанный в ООО «Передовые порошковые технологии».
- порошок нитрида бора гексагонального (hBN) ТУ 2155-313-05808008-00

*Характеристики порошка вольфрама:*



а



б

Рисунок 15. *SEM*-фотография (а) и *TEM*-фотография (б) порошка вольфрама

- Внешний вид и цвет: порошок черного цвета;
- Среднеарифметический размер частиц 200-500 нм. Форма отдельных частиц сферическая. Отдельные частицы образуют агрегаты;
- Насыпная плотность около 15 г/см<sup>3</sup>;
- Точка плавления 3200 °С;
- Площадь удельной поверхности, измеренная методом БЭТ - 1,7 - 2,4 м<sup>2</sup>/г.

Для качественной оценки состава порошка W провели спектральный анализ при помощи лазерного спектрометра «СПЕКС ЛАЕС МАТРИКС».

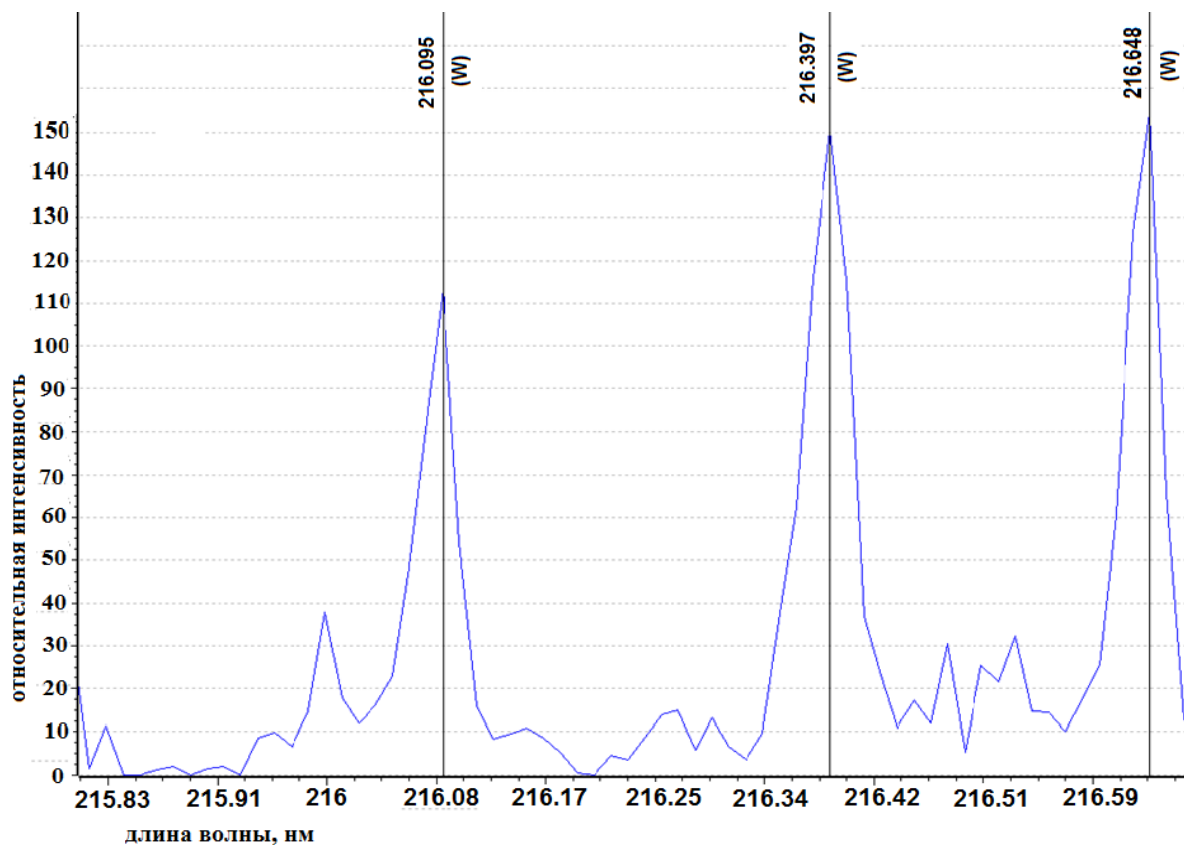


Рисунок 16. Спектрограмма порошка вольфрама

*Характеристики порошка гексагонального нитрида бора:*

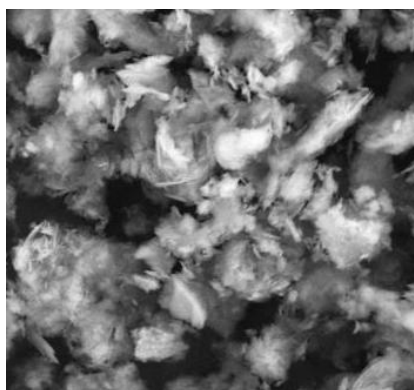


Рисунок 17. Микрофотография порошка гексагонального нитрида бора

Характеристики:

- Массовая доля бора нитрида, %, не менее 98,5;

- Массовая доля бора оксида, %, не более 0,2;
- Насыпная плотность, г/см<sup>3</sup> 0,27 - 0,37;
- Массовая доля зерен бора нитрида, прошедших через сито с сеткой номер 01 по ГОСТ 6613-86, %, не менее 90.

В виду технологических особенностей лазерного спектрометра, а именно отсутствия вакуумной камеры, исследование качественного состава порошка hBN не проводилось, по причине содержания азота в данном соединении.

## **2.2. Методика изготовления образцов с исследуемым покрытием**

В представленной исследовательской работе изготавливали экспериментальные образцы с различным содержанием наполнителей и модификатора. Для синтеза образцов со слоями покрытия использована методика приготовления силикатных терморегулирующих покрытий [80, 81]:

- наполнитель для каждого слоя взвешивали согласно требуемым массовым частям с погрешностью не более 1-2%, кремнефтористый натрий с погрешностью не более 0,1 г;
- тщательно перемешивали отмеренные части наполнителя и отвердителя в фарфоровой емкости, растирая фарфоровым пестиком круговыми движениями;
- мерным стаканом отмеряли жидкое стекло и дистиллированную воду в соотношении 1:1, мл;
- одновременно вводили в емкость с перемешанными наполнителем и отвердителем жидкое стекло и дистиллированную воду;
- в течение 1-2 минут перемешивали образовавшуюся смесь до полного исчезновения комочков и образования однородной массы;

- наносили кистью слой приготовленного состава на подложку, предварительно обработанную шлифовальной бумагой, с нанесенным подслоем грунтовки (ВЛ-02, АК-512);
- сушили слой на воздухе при температуре  $25 \pm 10$  ° в течение 12 часов.

### 2.3. Методы и оборудование для исследований и испытаний образцов

Для исследований и испытаний образцов с покрытиями в работе использовали следующие методы и оборудование:

➤ Определение удельной поверхности порошков

Измерение удельной поверхности образцов проводили по методу Брунауэра-Эммета-Теллера (БЭТ) с помощью газоадсорбционного анализатора *TriStar 3020*. В качестве адсорбируемого агента использовали газообразный азот.

➤ Исследование микротвердости

Микротвердость определяли на микротвердомере *HVS-1000*, при температуре окружающего воздуха 22°C.

➤ Рентгенофазовый анализ

Для исследования образцов методом рентгенофазового анализа использовали дифрактометр ДРОН-3М, оснащенный рентгеновской трубкой типа БСВ-24 с *CuK $\alpha$* -излучением. Условия съемки:  $2\theta = 6-60^\circ$ , чувствительность съемки 1000 и 2000, скорость вращения гониометра 4 °/мин, напряжение 35 кВ, анодный ток 25 мА.

➤ Исследование микроструктуры

Микроструктуру образцов исследовали с помощью растрового электронного микроскопа *JEOL JSM 6000*. С помощью входящей в его комплект приставки рентгенофлуоресцентного анализа *JED 2300* проводили количественный элементный анализ материала образцов.

➤ Измерение адгезионной прочности

Адгезионную прочность измеряли по стандартной методике ГОСТ 14759 [82] на разрывной машине ИР-5047-50-1.

➤ Исследование прочности

Исследование прочности проводили на разрывной машине ИР-5047-50-1 с приспособлением для измерения прочности на сжатие (рис. 18).



Рисунок 18. Общий вид приспособления для исследования прочности на сжатие

➤ Спектральный анализ порошка вольфрама проводили с помощью лазерного спектрометра «СПЕКС ЛАЕС МАТРИКС».

➤ при проведении тестовых радиационных испытаний использовались рентгеновские аппараты УРС-55 и РУП-150;

➤ для регистрации излучения использовался дозиметр ДКС-101 с набором камер различного объёма и исполнения;

➤ для измерения излучения с низкой энергией (ниже 50 кэВ) использовалась бесстеночная воздушная ионизационная камера;

➤ для исследования ослабления фотонного моноэнергетического излучения использовался спектрометрический комплекс с полупроводниковым детектором.

#### **2.4. Выводы по главе 2**

1. Установлены основные факторы, влияющие на эксплуатационные характеристики разрабатываемого материала.
2. Осуществлен подбор связующей матрицы радиационно-защитного покрытия, в качестве которой рекомендовано использовать неорганические силикаты щелочных металлов – жидкие стекла, имеющие высокую стойкость к воздействию атомарного кислорода, являющегося основным дестабилизирующим фактором на низких околоземных орбитах.
3. В качестве наполнителя слоев, эффективно поглощающих тормозное излучение, следует применять ультрадисперсный порошок вольфрама.
4. В качестве наполнителя первого (внешнего) слоя, ослабляющего первичный поток налетающих частиц следует применять порошок гексагонального нитрида бора, обладающего также способностью эффективно поглощать тепловые нейтроны.
6. Предложенные методики подготовки образцов, нанесения покрытий и их испытаний соответствуют современным требованиям.
7. Используемые в диссертации методы исследования микроструктуры, химического и структурно-фазового состава нанесенных покрытий и их испытаний обеспечат достаточный объем информации для адекватной интерпретации экспериментальных результатов.

### ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОПТИМАЛЬНОГО СОСТАВА РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО КОМПОЗИТНОГО ПОКРЫТИЯ

В главе 3 представлены исследования физико-химических характеристик разрабатываемого материала, установлено оптимальное массовое соотношение наполнителей, модификатора и связующей матрицы. Исследована микроструктура, элементный и фазовый состав и микротвердость покрытия.

При рентгеноструктурном анализе установлено отсутствие фазовых превращений между наполнителями, и связующей матрицей. Установлено 10% увеличение микротвердости покрытия при поглощенной дозе равной 3МГр, полученный результат можно объяснить эффектом радиационного упрочнения.

#### 3.1. Расчет объемной степени наполнения композита

Проблема получения плотной структуры радиационно-защитного композита особенно важна, так как помимо высоких механических характеристик, такая структура имеет более высокие показатели радиационной защиты, нежели менее плотные среды. Плотная структура композита напрямую зависит от объемной доли  $\varphi$  наполнителей в материале матрицы, их распределения в структуре, а также доли межфазных областей.

Проще всего величину максимальной объемной доли  $\varphi_m$  наполнителей можно определить по масляному числу. Масляное число – это минимальное количество масла, обычно дибутилфталата, необходимое для полного смачивания 100 граммов наполнителя (измеряется в мл/100 г). Однако, учитывая высокую стоимость порошков наноразмерной дисперсности, следует рассмотреть иные методы определения степени наполнения.

Известно [83], что объемная степень наполнения композита выражается уравнением:



$$\varphi_i = \frac{\rho_k}{\rho_i} \quad (6)$$

где  $\rho_k$  – плотность композита,  $\rho_i$  – насыпная плотность наполнителя.

Величину  $\rho_i$  можно рассчитать согласно уравнению:

$$\rho_i = 0,188D_i^{1/3} \quad (7)$$

где  $D_i$  – диаметр частицы наполнителя.

Величину  $\rho_k$  рассчитываем по формуле:

$$\rho_k = \rho_i \cdot \frac{V_i}{100} + \rho_b \cdot \frac{(100 - V_i)}{100} \quad (8)$$

где  $\rho_{fi}$  – насыпная плотность наполнителя, г/см<sup>3</sup>;  $\rho_b$  – плотность связующей матрицы, г/см<sup>3</sup>;  $V_f$  – содержание наполнителя  $i$ -го образца, %.

Многочисленные исследования [84-89] показывают то, что поверхность дисперсных частиц наполнителей, с которой взаимодействует связующее, является фрактальным объектом. Тогда число мест контакта  $N_u$  зависит от размерности доступной для такого контакта поверхности дисперсной частицы  $d_u$  и определяется следующим образом:

$$N_u \sim r_q^{d_u} \quad (9)$$

где  $r_q$  – радиус частицы наполнителя.

Размерность  $d_u$  тесно связана с фрактальной размерностью поверхности частицы наполнителя  $d_n$  и определяется согласно уравнению:

$$d_u = (d_n - 1) + \frac{d - d_n}{d_w} \quad (10)$$

где  $d$  – размерность, в которой рассматривается фрактал (в нашем случае  $d=3$ ),  $d_w$  – размерность блуждания во фрактале, которую можно определить согласно правилу Аарони-Штауффера:

$$d_w = d_n + 1 \quad (11)$$

Размерность  $d_n$  можно рассчитать при помощи уравнения:

$$S_{y\partial} = 410 \times r^{d_n-d} \quad (12)$$

где  $S_{y\partial}$  – удельная поверхность частиц наполнителя,  $r$  – радиус частиц наполнителя.

В рамках фрактального анализа определить теоретическую величину относительной доли межфазных контактных областей ( $\varphi_{mf}$ ) можно следующим образом:

$$\varphi_{mf} = (d_n - 1) \times \varphi_i \quad (13)$$

где  $d_n$  – фрактальная размерность поверхности частиц наполнителя,  $\varphi_i$  – объемная доля наполнителя. Как известно, фрактальная размерность композиционного материала показывает, как частицы наполнителя заполняют занимаемое им пространство в композите.

Учитывая неясную величину удельной поверхности  $S_{y\partial}$ , указанную в технических условиях на используемые порошки, был произведен БЭТ-анализ при помощи газоадсорбционного анализатора *TriStar 3020*.

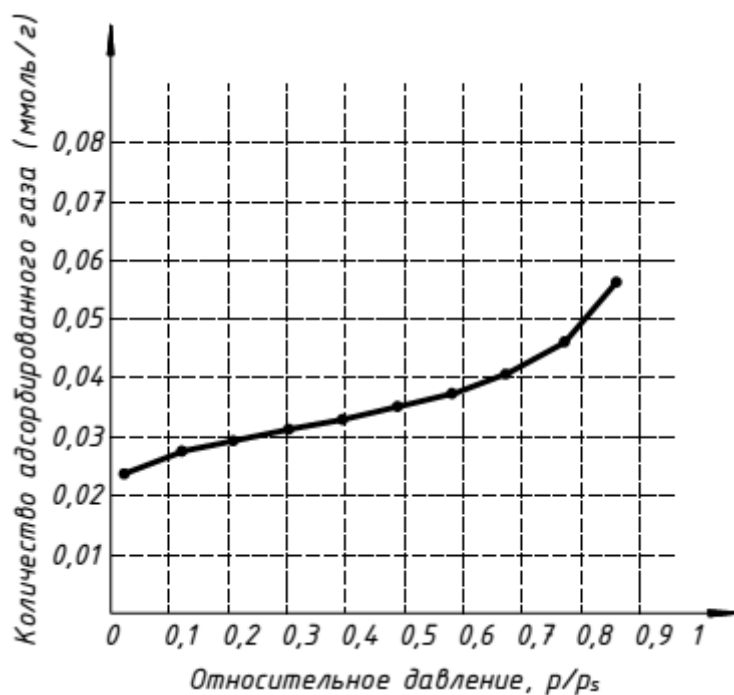
Величина удельной поверхности определялась из сорбционных данных по формуле:

$$S_{y\partial} = a_m \omega N_A \quad (14)$$

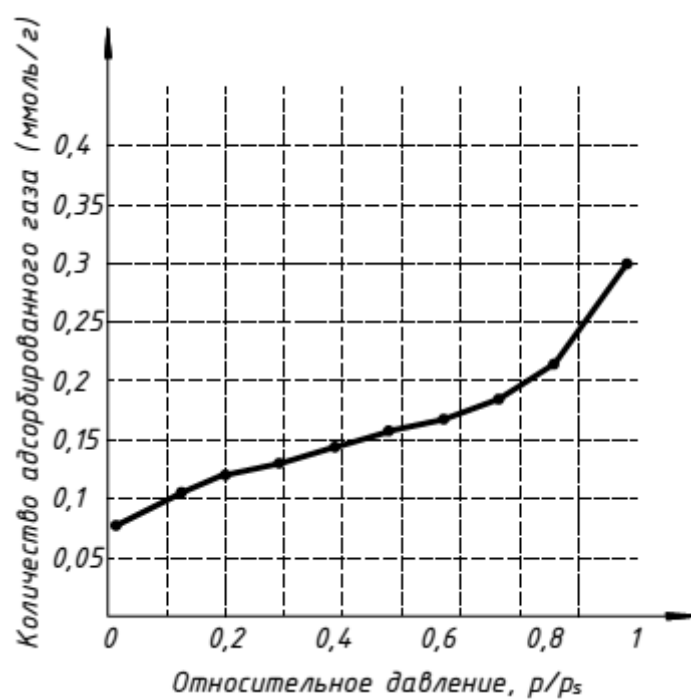
где  $a_m$  – емкость монослоя;

$\omega$  – средняя площадь, занимаемая молекулой адсорбата в заполненном монослое (площадь, занимаемая одной молекулой азота  $\omega = 0,162$  нм);

$N_A$  – число Авогадро ( $6,022140857(74) \times 10^{23}$  моль<sup>-1</sup>).



а



б

Рисунок 19. Изотермы низкотемпературной сорбции паров азота:

а – на порошке вольфрама; б – на порошке нитриде бора

Как видно из рисунка 19 изотермы адсорбции исследуемых порошков относятся ко II типу изотерм, соответствующему непористым твердым телам или макропористым адсорбентам. Наиболее успешной моделью для описания полислойной адсорбции для материалов с данным видом изотерм считается метод Брунауэра – Эммета – Теллера (БЭТ) [90-92].

Исследовав порошки методом БЭТ получали:

- $S_{уд} = 1,44 \text{ м}^2/\text{г}$  для W;
- $S_{уд} = 6,77 \text{ м}^2/\text{г}$  для hBN.

Далее, подставив полученные величины в (14) получим значения фрактальной размерности:

- для W  $d_n = 2,12$ ;
- для hBN  $d_n = 1,21$ .

Для определения числа мест контакта  $N_u$  подставим в (9):

- $N_u(W) \sim 581,5$ ;
- $N_u(hBN) \sim 106,2$ .

Полученные значения показывают, что для наполнителя нитрида бора количество мест контактирования частиц с веществом матрицы будет существенно меньше, в сравнении с порошком вольфрама, следовательно при синтезе композита, объемная степень hBN должна быть значительно меньше степени наполнения W. Для экспериментального определения степени наполнения можно прибегнуть к исследованию прочности композита, в котором наибольшая прочность характеризуется наиболее эффективной степенью наполнения порошками.

Для определения прочностных характеристик разрабатываемого покрытия были изготовлены образцы размером  $10 \times 10 \times 10$  мм, с составами, представленными в таблице 11. Всего было изготовлено по 5 образцов каждого состава. Для удобства дозировки при синтезе, количество наполнителя бралось

в массовых частях от массы ЖС. Коэффициент пересчета вычислялся из зависимости (6).

Таблица 11. Состав образцов для исследований прочности

№ образца	W, масс.ч.	hBN, масс.ч.	ЖС, масс.ч.
1	50	-	50
2	65	-	35
3	75	-	25
4	85		15
5	-	35	65
6	-	50	50
7	-	65	35
8		80	20

Зависимость показывает (рис. 20), что наибольшие значения прочности лежат в пределах объемной степени наполнения :

- для слоя с вольфрамом:  $0,52 \leq \varphi \leq 0,86$ ;
- для слоя с нитридом бора:  $0,26 \leq \varphi \leq 0,33$ .

Снижение прочности при дальнейшем увеличении количества наполнителя связано с нехваткой связующего, недостаточное количество которого не позволяет связать все частицы наполнителей.

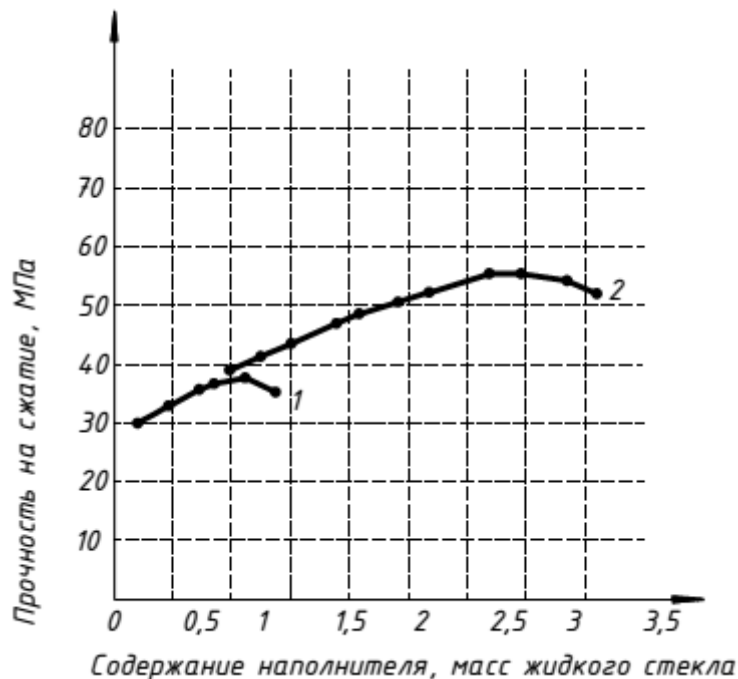


Рисунок 20. Зависимость предела прочности при сжатии образцов из жидкого стекла при различном содержании наполнителей, где 1 – нитрид бора, 2 – порошок вольфрама

Кроме того, более высокая, в сравнении с наполнителем hBN, величина максимальной объемной доли  $\varphi$  наполнителя  $W$ , определяется сферической формой наполняющих его частиц [93]. Любое отклонение формы частиц от сферической должно снижать  $\varphi$ .

Таким образом, принимая во внимание, как высокую прочность, так и высокую степень наполнения материала, что особенно важно с точки зрения радиационной защиты, установили оптимальное наполнение слоев композиционного материала:

- слой с высоким атомным номером – 2,5-2,7 масс порошка вольфрама от массы жидкого стекла;
- слой с низким атомным номером – 0,8-1,0 масс нитрида бора от массы жидкого стекла.

Подставив в уравнение (8) получали плотность:

- слой с нитридом бора  $\rho = 0,8 \text{ г/см}^3$ ;
- слой с вольфрамом  $\rho = 9,525 \text{ г/см}^3$ .

Следует отметить, что получившиеся расчетные величины плотности весьма относительно, так как, учитывая возможное расхождение при экспериментальном измерении плотности, как в зависимости от точности подсчета, так и не всегда точной дозировкой компонентов покрытия.

Для исключения неблагоприятных сценариев ослабления ИИ, при нанесении на защищаемую поверхность, следует дополнительно увеличивать массовую толщину покрытия на 10% в зависимости от требуемой расчетной.

### **3.2. Исследование краевого угла смачивания $\theta$ и адгезионной прочности композитов**

Важным этапом разработки композита является исследование смачивания разрабатываемым покрытием (адгезива), находящегося в жидкой фазе, поверхности подложки (субстрата). Тип смачиваемости в значительной степени характеризует качество границы раздела «адгезив-субстрат». Смачиваемость количественно характеризуется косинусом краевого угла  $\theta$ .

Зависимость Дюпре — Юнга, связывает работу адгезии с краевым углом и позволяет рассчитать работу адгезии, если известны поверхностное натяжение тела, находящегося в жидкой фазе и краевой угол.

$$W_a = \sigma_{2,1}(1 + \cos\theta) \quad (15)$$

Из зависимости (15) четко видно различие между явлениями адгезии и смачивания. Принципиальная разница между этими явлениями состоит в том, что смачивание имеет место при наличии сопряженных трех фаз.

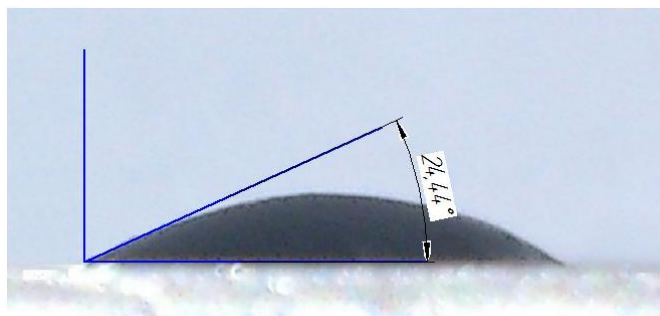
Разделив обе части уравнения на 2, получим:

$$\frac{W_a}{W_k} = \frac{1 + \cos\theta}{2} \quad (16)$$

Так как смачивание количественно характеризуется косинусом краевого угла, то в соответствии с полученным уравнением оно определяется отношением работы адгезии к работе когезии для смачивающей жидкости

Из уравнения следует, что для увеличения смачивания надо увеличить работу адгезии или уменьшить работу когезии  $W_k$  (поверхностное натяжение) жидкости [95].

Для исследования краевого угла смачивания были изготовлены образцы исследуемого покрытия по полученным ранее оптимальным дозировкам наполнителей и связующего. Подложки изготавливались из сплава Д16, на поверхность которых наносилось покрытие. Шероховатость поверхности подложки составляла:  $Rz=1,6$ . Образцы с hBN и W исследовались отдельно.



а



б

Рисунок 21. Угол смачивания  $\theta$  для образцов: а – с вольфрамом; б – с нитридом бора



В целом, образцы с исследуемым покрытием показали удовлетворительную смачиваемость, краевые углы  $\theta$  образцов лежали в пределах 24-28°.

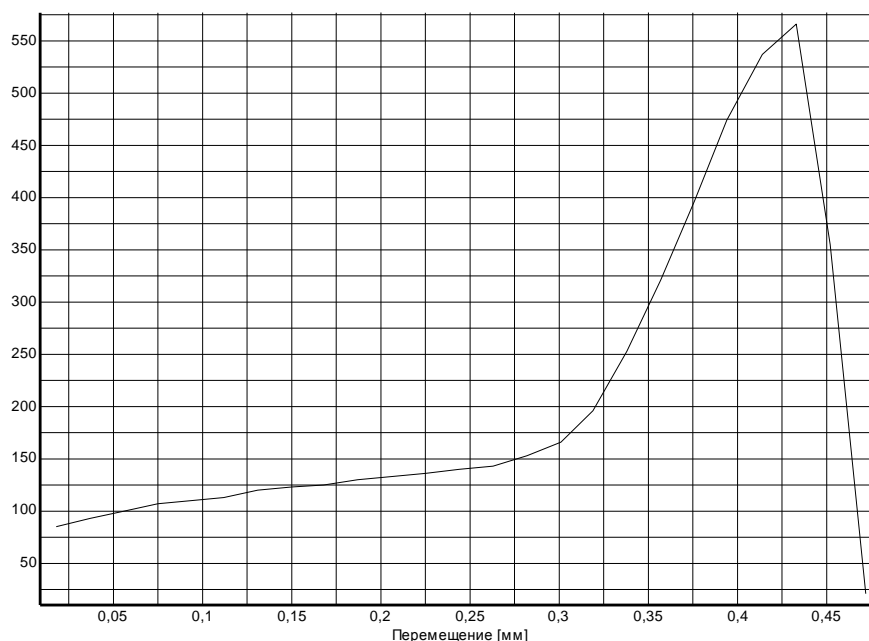
При этом следует отметить то, что особенность процесса образования адгезионного соединения протекает в условиях постоянно нарастающей вязкости, что сказывается на величине поверхностного натяжения и краевого угла смачивания. Это приводит к тому, что использование понятий поверхностного натяжения и краевого угла как равновесных величин становится недостаточно правомочным. Отсюда ясна неправомерность перенесения данных по адгезии исходных жидких смесей на адгезию затвердевших композитов. Значение этих величин определяется не только стремлением системы к равновесию, но и кинетикой процесса. Следовательно, для исследования затвердевшего адгезионного соединения следует воспользоваться иными методиками.

Величиной, описывающей кинетику процесса, является адгезионная прочность  $\tau_0$  – сила, необходимая для разрушения адгезионного соединения, отнесенная к площади адгезионного контакта. Величина  $\tau_0$  также не инвариантна по отношению к методу измерения, поскольку внешнее усилие, вызывающее отделение адгезива от субстрата, тратится не только на преодоление сил адгезии, но и на другие побочные процессы. Наиболее значительные из них – деформация адгезива вследствие неодновременного отрыва от поверхности субстрата, преодоление механического зацепления адгезива и субстрата [96].

В данной работе для исследования адгезионной прочности  $\tau_0$  принималась методика ГОСТ 14759 [82], выбранная из таких соображений, что адгезив и субстрат находятся в твердом состоянии, следовательно,  $\tau_0$  определяется напряжением на сдвиг, необходимым для разрушения адгезионного соединения.

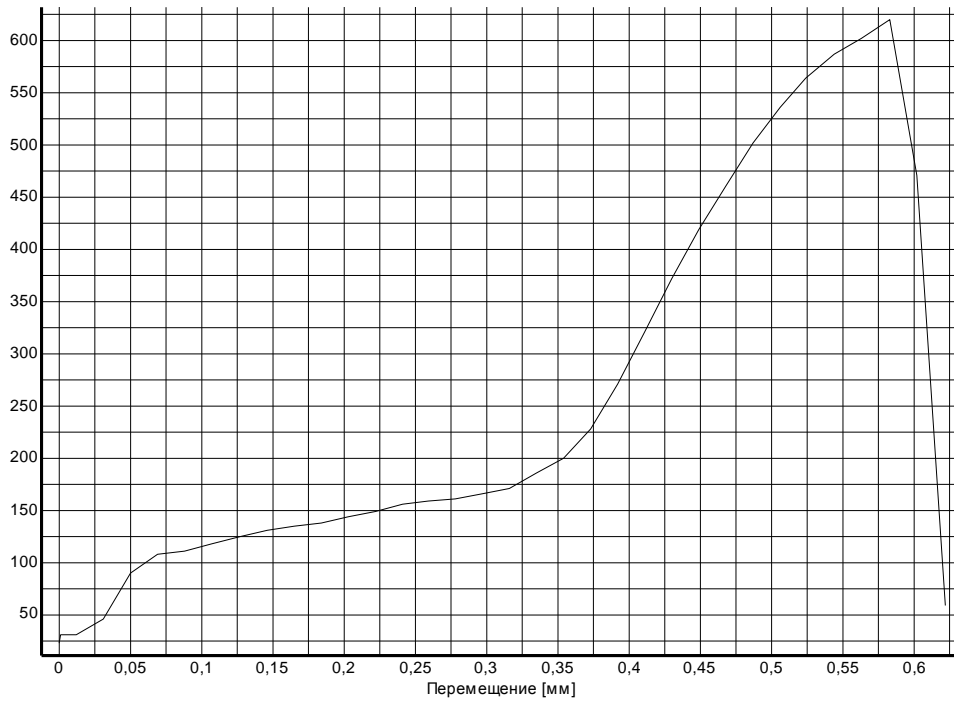
Подложки изготавливались из сплава Д16, на поверхность которых кистью наносилось покрытие по методике [80, 81], при этом образцы со слоями W и hBN испытывались отдельно. Шероховатость поверхности подложки составляла:  $Rz=1,6$ . Всего было изготовлено по 30 штук образцов каждого состава.

В целом, образцы показали убедительную повторяемость результатов: для образцов с W результаты лежат в пределах 3,00-3,90 МПа, а образцы с hBN 1,89-2,00 МПа. Ниже представлены наихудшие и наилучшие показатели для исследуемых образцов (рис. 22-25).



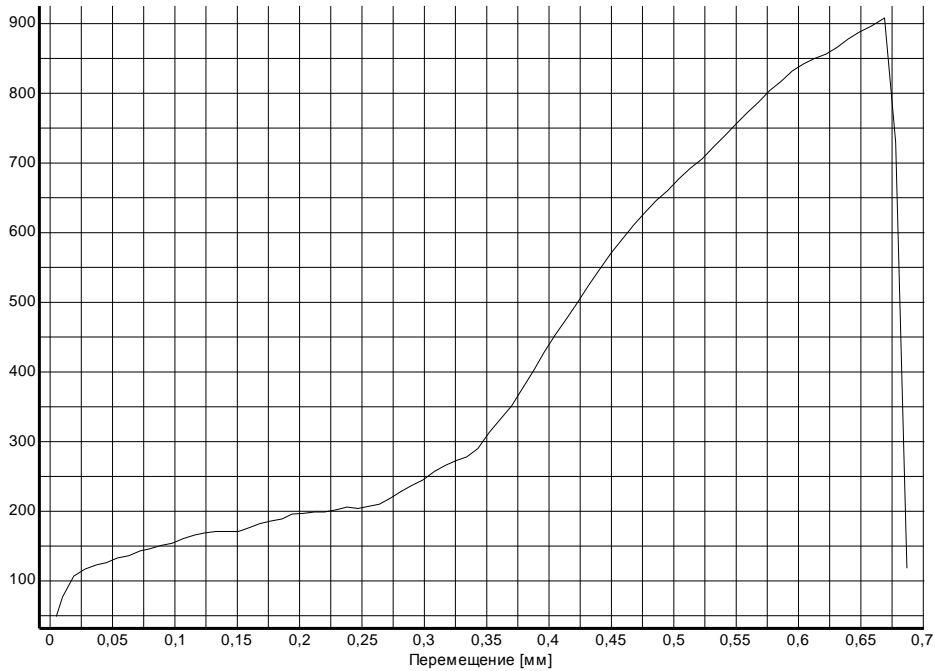
**Временное сопротивление 1,8465 МПа; (566 Н)**

Рисунок 22. Худший показатель для образцов с hBN



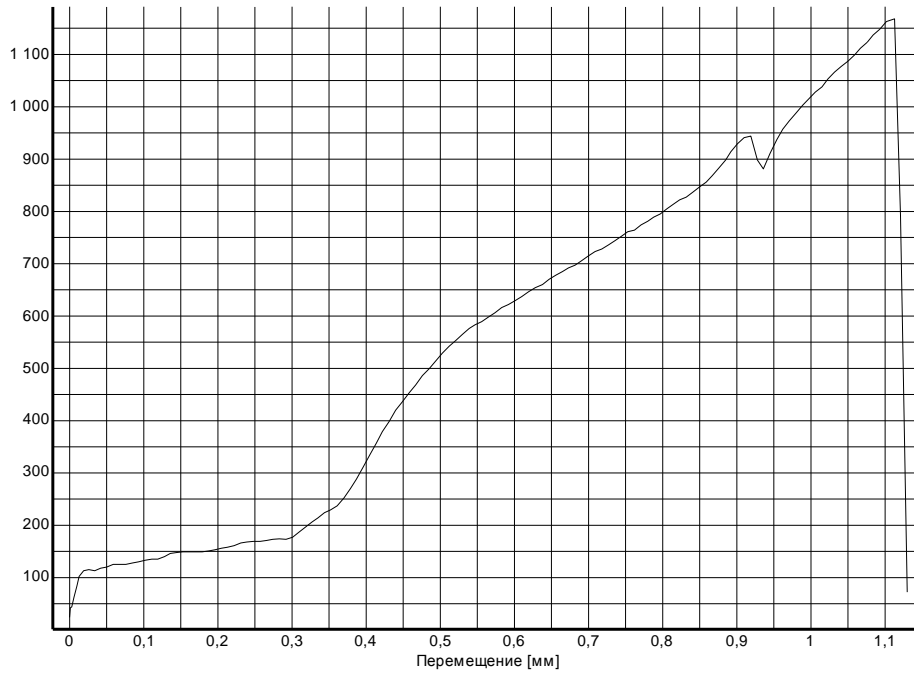
**Временное сопротивление 2,0226 МПа; (620 Н)**

Рисунок 23. Лучший показатель для образцов с hBN



**Временное сопротивление 3,0267 МПа; (908 Н)**

Рисунок 24. Наихудший показатель для образцов с W



**Временное сопротивление 3,8933 МПа; (1168 Н)**

Рисунок 25. Лучший показатель для образцов с W



а



б

Рисунок 26. Образцы для исследования адгезионной прочности:

а – образец с hBN; б – образец с W

Из рисунка 26 видно, что образцы с  $hBN$  рвались по когезионному типу, а образцы с  $W$ , по смешанному, когезионно-адгезионному типу.

Анализ результатов адгезионной прочности образцов наводит на мысль о влиянии типа наполнителя на адгезионные контакты «подложка-субстрат». По всей видимости, на практически 2-х кратное различие адгезионной прочности  $\tau_0$  между образцами с  $W$  и  $hBN$ , сказывается форма частиц используемых порошков: хлопьевидные (игольчатые) частицы  $hBN$  образуют меньше контактов «матрица-наполнитель» нежели сферические частицы порошка  $W$ , следовательно, в случае с  $hBN$ , прочность будет определяться Ван-дер-Ваальсовыми силами межмолекулярного взаимодействия. Когда молекулы  $SiO$  матрицы не ориентированы, связи расположены под большими углами к направлению приложенной нагрузки. Вследствие подвижности и разной длины молекулярных цепочек в направлении действия нагрузки разрушение композита в большей мере осуществляется за счет отделения звеньев и сегментов молекул  $SiO$  при их относительном проскальзывании, нарушающем главным образом слабые Ван-дер-Ваальсовы связи.

### 3.3. Исследование водостойкости образцов композита

Принимая одним из критериев оптимальности состава максимальную водостойкость образцов разрабатываемого материала, были исследованы части (слои), содержащие  $W$  и  $hBN$ , с различным содержанием отвердителя  $Na_2SiF_6$ : 5, 10, 15, 17, 20, 25 масс.ч. ЖС.

Исследование проводили путем помещения образцов исследуемых составов покрытия в чашу с водопроводной водой, температура воды составляла  $22 \pm 2^\circ C$ . Время твердения покрытий перед испытаниями водостойкости составляло 1 неделю.

Как показало исследование, образцы без  $Na_2SiF_6$  составов с  $W$  и  $hBN$

начинали окрашивать воду в цвет наполнителя уже через 1 час, через 4 часа наблюдалось отслоение покрытия от алюминиевой подложки. Образцы с 5% содержанием  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  составов W и hBN, окрашивали воду в цвет наполнителя через 24 часа, через 48 часов, при механическом воздействии на образцы, наблюдалось отслоение покрытия от алюминиевой подложки (рис. 27).

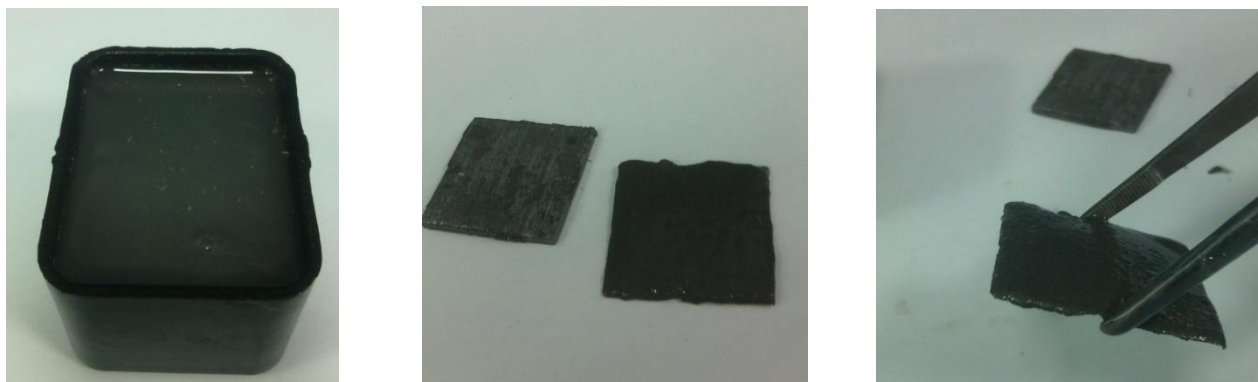


Рисунок 27. Образцы после испытаний на водостойкость с 0-5% содержанием  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$

Образцы составов W и hBN с содержанием  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , % ЖС: 10, 12, 15, 17, 20, 25 в целом одинаково вели себя при проведении испытаний. Наблюдалось некоторое помутнение воды, при механическом воздействии отслоение не наблюдалось, кроме незначительных сколов и царапин на поверхности образцов.

По истечении 3-месячного нахождения образцов в чаше с водой, образцы вынимались, замерялась масса образцов и сравнивалась с массой до испытаний. Потеря масс составила в среднем 5-7 %, что говорит в целом об удовлетворительной водостойкости образцов.

При этом, образцы с содержанием отвердителя более 17%, при синтезе и нанесении покрытий на подложки, образовывали пленку уже через 3 минуты после смешивания компонентов. Через 5-7 минут, при нанесении покрытий на

подложку, появлялись комки, субстанция покрытия становилась очень вязкой, что не позволяло равномерно нанести покрытие на подложку.

Таким образом, путем эмпирической оценки установлена оптимальная дозировка отвердителя  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , при оптимальных массовых частях наполнителей, участвующих в упрочнении структуры:

- слой с W – 10-15%  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  от массы жидкого стекла;
- слой с hBN – 10-15 %  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  от массы жидкого стекла.

### 3.4. Исследование микроструктуры композитов

Для детального понимания процессов, протекающих при синтезе и твердении композиционного материала, проведен микроанализ элементного состава образцов слоев с порошками W и hBN:

- 1 состав: вольфрам, натриевое жидкое стекло в количестве 25 % от массы вольфрама,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в количестве 15 % от массы жидкого стекла, время твердения 1 сутки.
- 2 состав: нитрид бора, натриевое жидкое стекло, при соотношении масс 1:1,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в количестве 15 % от массы жидкого стекла, время твердения 1 сутки.

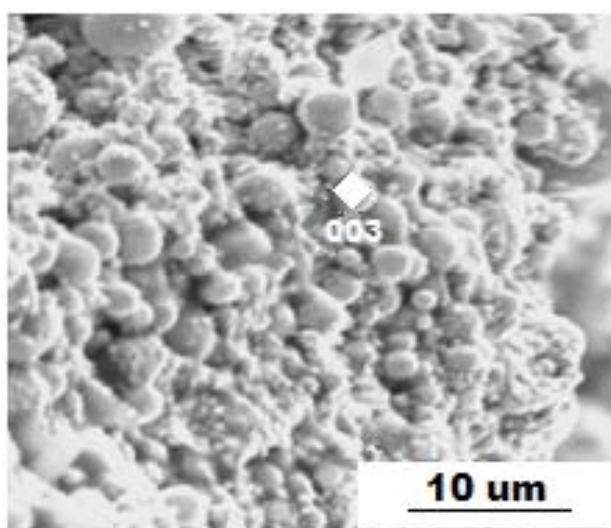


Рисунок 28. Микрофотография поперечного скола образца состава: натриевое жидкое стекло, вольфрам,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в количестве 15 % от массы жидкого стекла.

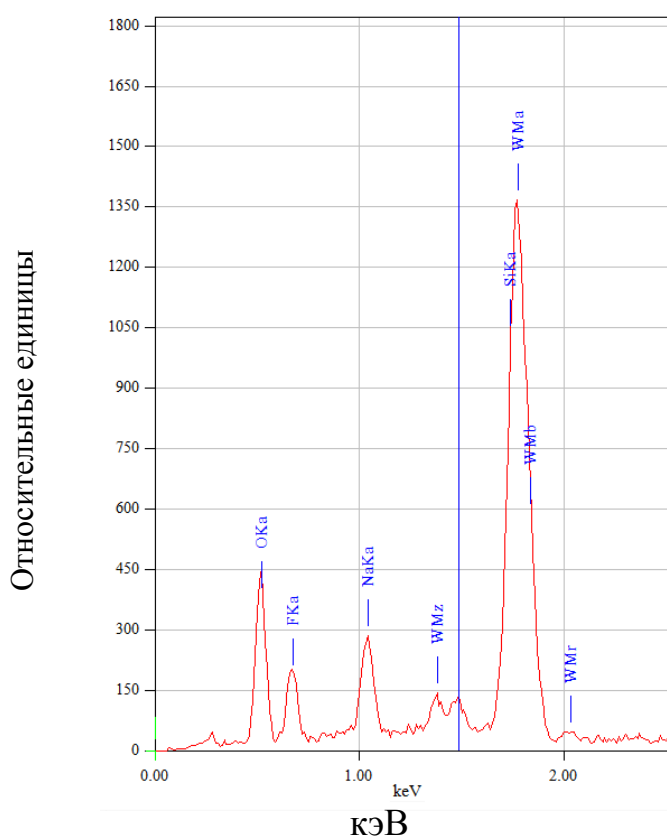


Рисунок 29. Результаты микроанализа элементного состава глобулярного образования круглой формы в точке 003

Проведенный микроанализ элементного состава частиц новообразований точки 003 (Рис. 28), результаты которого представлены выше (рис. 29), позволил установить их химический состав.

Таблица 12. Элементный состав точки 003

Элемент	O	F	Na	Si	W
Масс. %	32,96	18,65	6,51	4,23	37,64

Большая часть данных новообразований имеет размеры, лежащие в пределах 1,5-2,5 мкм, являющиеся продуктами коагуляции вокруг поверхности наполнителя W в результате твердения материала.



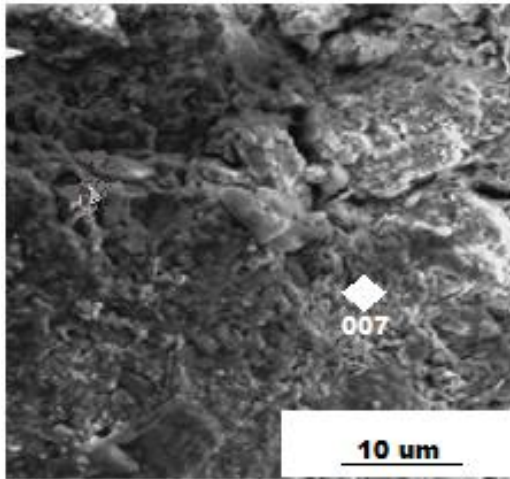


Рисунок 30. Микрофотография поперечного скола образца состава: натриевое жидкое стекло, нитрид бора,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  в количестве 15 % от массы жидкого стекла.

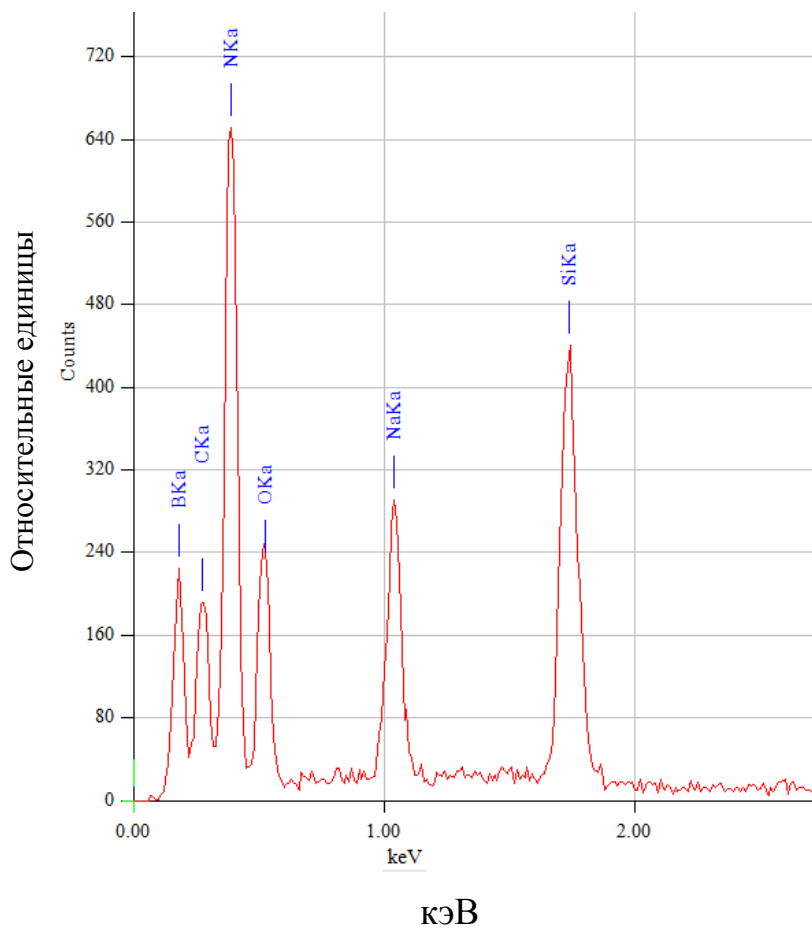


Рисунок 31. Результаты микроанализа элементного состава глобулярного образования округлой формы в точке 007

Проведенный микроанализ элементного состава частиц новообразований точки 007 (рис. 30), результаты которого представлены выше (рис. 31), позволил установить их химический состав:

Таблица 13 . Элементный состав точки 007

Элемент	B	N	Na	Si	O
Масс. %	36,21	39,93	0,49	0,29	9,55

Новообразования хлопьеобразной формы имеют размеры, лежащие в пределах 0,7-5,0 мкм, которые представляют собой продукты взаимодействия жидкого стекла, нитрида бора,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ .

На основании исследования микроструктуры и элементного состава образцов не выявлено существенных особенностей коагулирующей структуры образцов, частицы  $\text{NaF}$  и  $\text{SiO}_2$ , обволакивая поверхность дисперсной фазы наполнителей, образуют конгломераты с частицами наполнителей.

При этом, при исследовании микроструктуры в слое с W были обнаружены своеобразные включения с ячеистой поверхностной структурой. Примерный размер таких включений (рис. 32) лежал в пределах около 40-50 мкм в диаметре, рядом с данным включением наблюдалось некоторое количество нескоагулированной кремнекислоты (указывает белая стрелка).

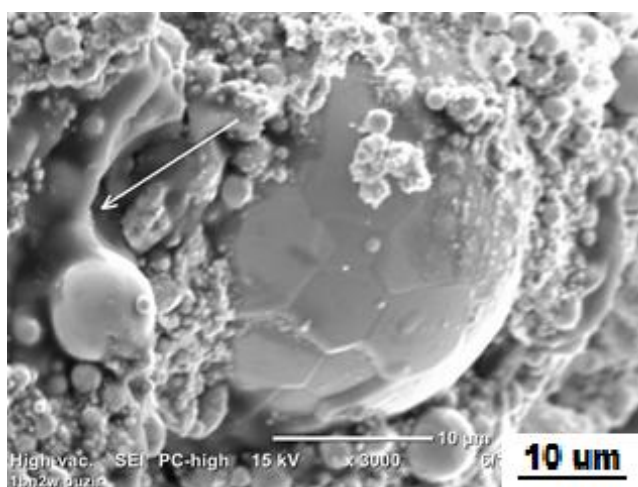


Рисунок 32. Включения с ячеистой структурой в слое с W

Для исследования элементного состава данного новообразования был проведен количественный элементный анализ при помощи приставки рентгенофлуоресцентного анализа (рис. 33):

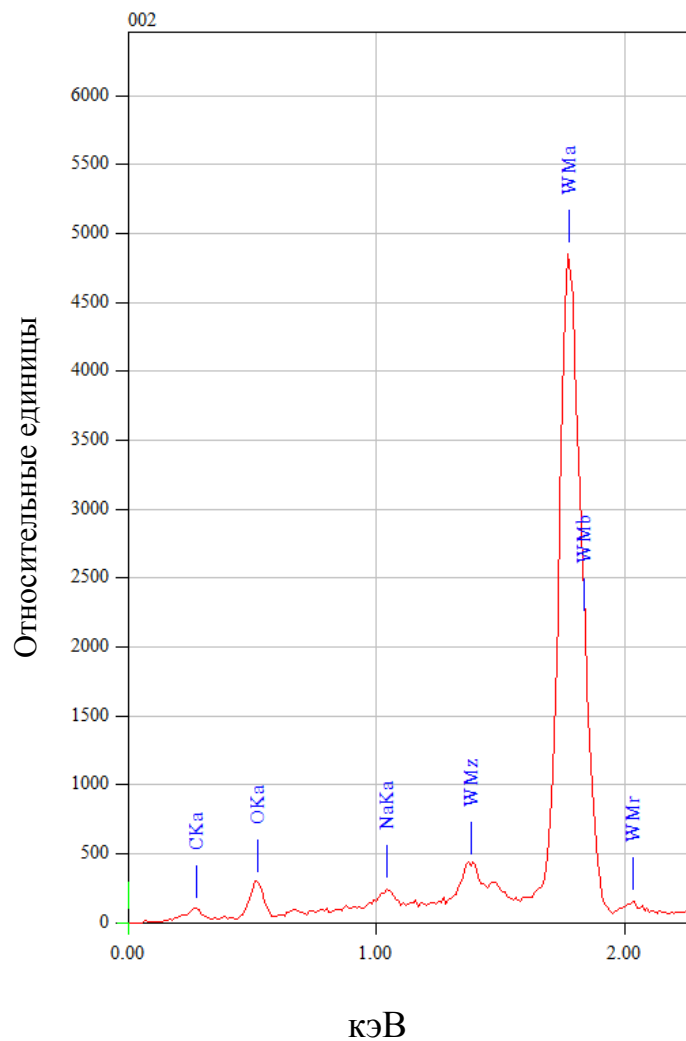


Рисунок 33. Элементный анализ новообразований в слое с W

Таблица 14. Элементный состав новообразования

Элемент	C	O	Na	W	Итого:
Масс, %	8,45	18,53	1,17	71,84	100

Видно, что в массовом соотношении основную часть новообразования (71,84 %) составляет вольфрам, интуитивно можно предположить, что данные включения представляют собой агрегаты закапсулированных частиц наполнителя, не смоченных материалом связующей матрицы.

Если частицы наполнителя имеют недостаточную связь со связующей матрицей, то при небольших значениях приложенного напряжения они воспринимают и передают внешнюю нагрузку. После того, как усилие превысит остаточные сжимающие напряжения, поверхность связующего, расположенного по нормали к приложенной нагрузке, отделяется от поверхности наполнителя, и возникают так называемые псевдопоры (рис. 34), что может привести, при образовании большого их количества, к резкому снижению прочности.

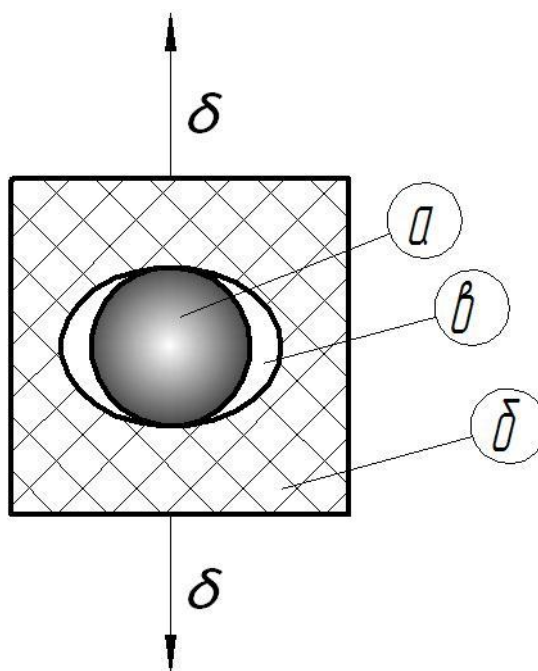


Рисунок 34. Образование псевдопоры, где: а - закапсулированный агрегат, б –связующая матрица, в – псевдопора

Одной, наиболее важной причиной образования закапсулированных агрегатов, является недостаточно хорошее смешение компонентов на этапе синтеза композита.

Известно [96] что, исходные частицы порошков пребывают в слепленном состоянии, то есть образуют агломераты. При их смешении со связующей матрицей происходит разделение крупных агломератов на более мелкие. Одновременно происходит смачивание вновь образующейся поверхности наполнителя матрицей. При всей тщательности смешивания, разрушение агломератов до первичных частиц во многих случаях не происходит. До первичных частиц можно разделить только сравнительно грубодисперсные наполнители с размером частиц 1 мкм и более, что подтверждает РЭМ-исследование слоя с hBN, в котором размер частиц дисперсного наполнителя превышает 1 мкм. В данном слое закапсулированные агрегаты не диагностировались.

Диспергирование агломератов происходит в матрице, находящейся в вязкотекучем состоянии, в результате воздействия на них напряжения сдвига. Со стороны вязкой среды на частицу действует сила  $\tau$ , равная, согласно закону Стокса:

$$\tau = 6\pi R\mu v \quad (17)$$

где  $\mu$  - вязкость среды;  $v$  - скорость среды вокруг частицы.

Условие разрушения агломерата заключается в том, чтобы силы вязкого трения преодолели силы адгезии  $F_a$  между частицами и разорвали их. Если величина адгезии невелика по сравнению с силой адгезии  $F_a$ , связывающей частицы, то агломерат просто развернется вдоль направления движения среды, и его разрушение не произойдет. Анализ траектории движения частиц агломерата при различных соотношениях силы сдвига и адгезии между

частицами приводит к выводу, что разделение агломерата на частицы произойдет только в том случае, если сила сдвига будет в несколько раз превышать силу адгезии. Одним из эффективных методов разрушения агломератов при смешении компонентов композита является метод ультразвукового смешивания.

Образцы со слоем W на этапе смешения компонентов заливались в фарфоровые емкости, после чего ставились в ультразвуковую ванну, заполненную водой. Время ультразвукового смешивания компонентов составляло 30 минут.

Далее образцы вынимались и направлялись на сушку.

Спустя 1 сутки образцы исследовались на растровом электронном микроскопе. На микроснимках покрытий (рис. 36) видно, что для состава с порошком вольфрама имеют место: образования в виде глобулярных частиц округлой формы с размером 0,5-2 мкм равномерно распределенные по объему связующего. Ячеистые новообразования в слое с W не наблюдались.

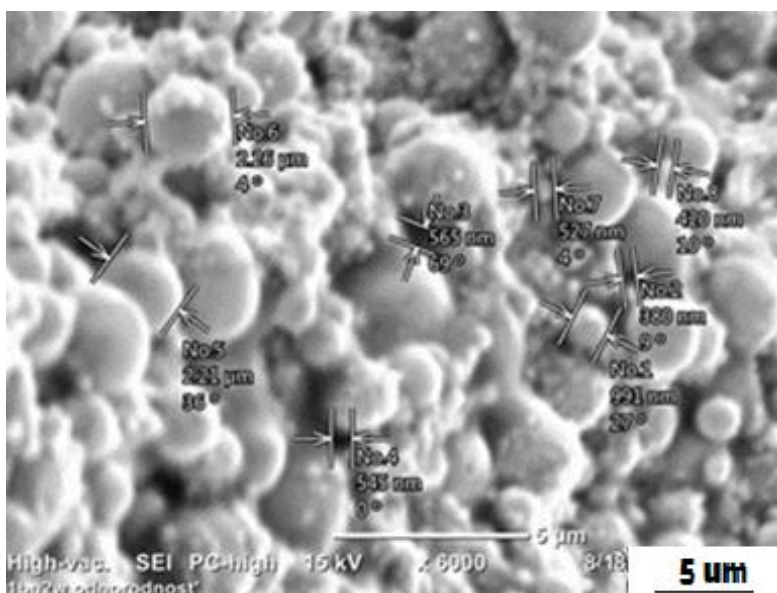


Рисунок 36. Типичная микрофотография образца с наполнителем порошковым вольфрамом после УЗ смешивания

### 3.5. Рентгеноструктурный анализ образцов композита

Для исследования влияния наполнителей на фазовые превращения с компонентами связующего и отвердителя был проведен рентгеноструктурный анализ образцов оптимального состава с порошками W и hBN.

По данным рентгеноструктурного анализа (рис. 37), слой с вольфрамом содержит 3 фазы кристаллического строения:  $\alpha$ -W,  $\beta$ -W и  $W_3O$ . При проведенных ранее исследованиях установлено [97], что образование фазы  $\beta$ -W является особенностью для порошка W, полученного методом электрического взрыва.

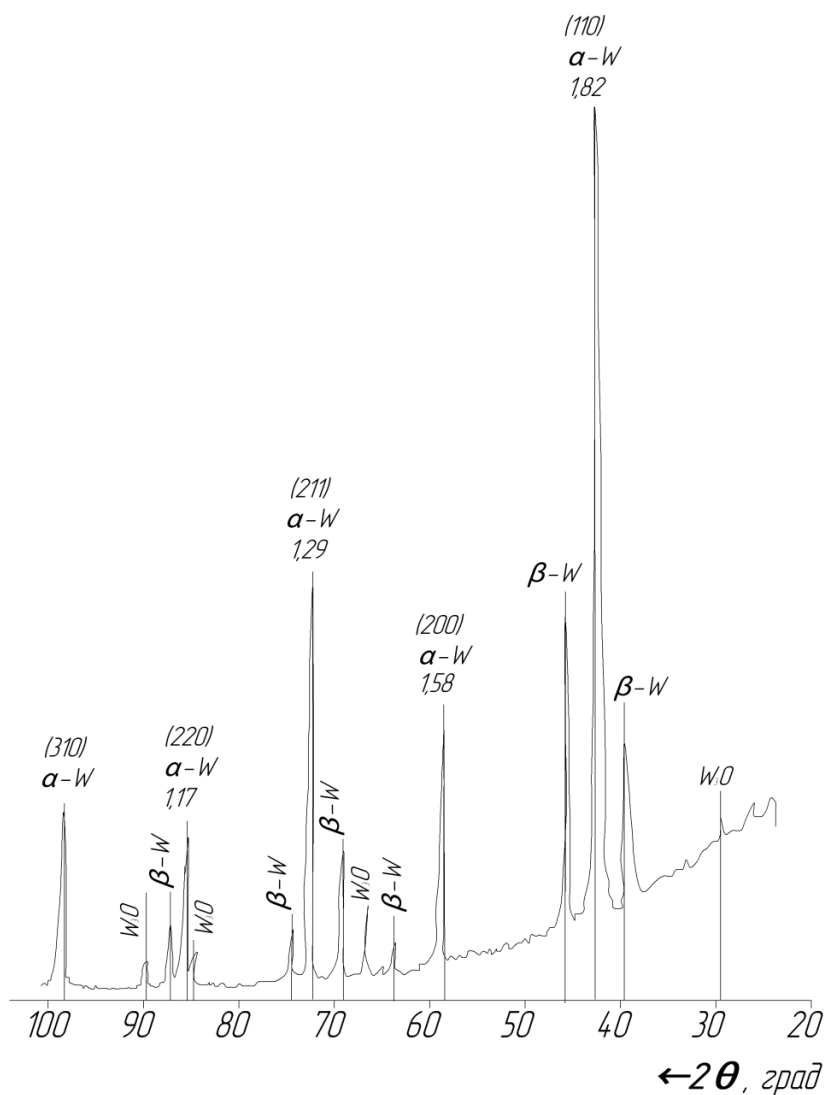


Рисунок 37. Рентгенограмма образца ЖС+W+  $Na_2SiF_6$

Состав соля с W соответствует фазам вводимого исходного порошка вольфрама, следовательно, никаких превращений не происходит, что подтверждает правильность выбора данного наполнителя при теоретическом анализе, следовательно, уравнение реакции для жидкого стекла,  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , порошка W имеет вид:

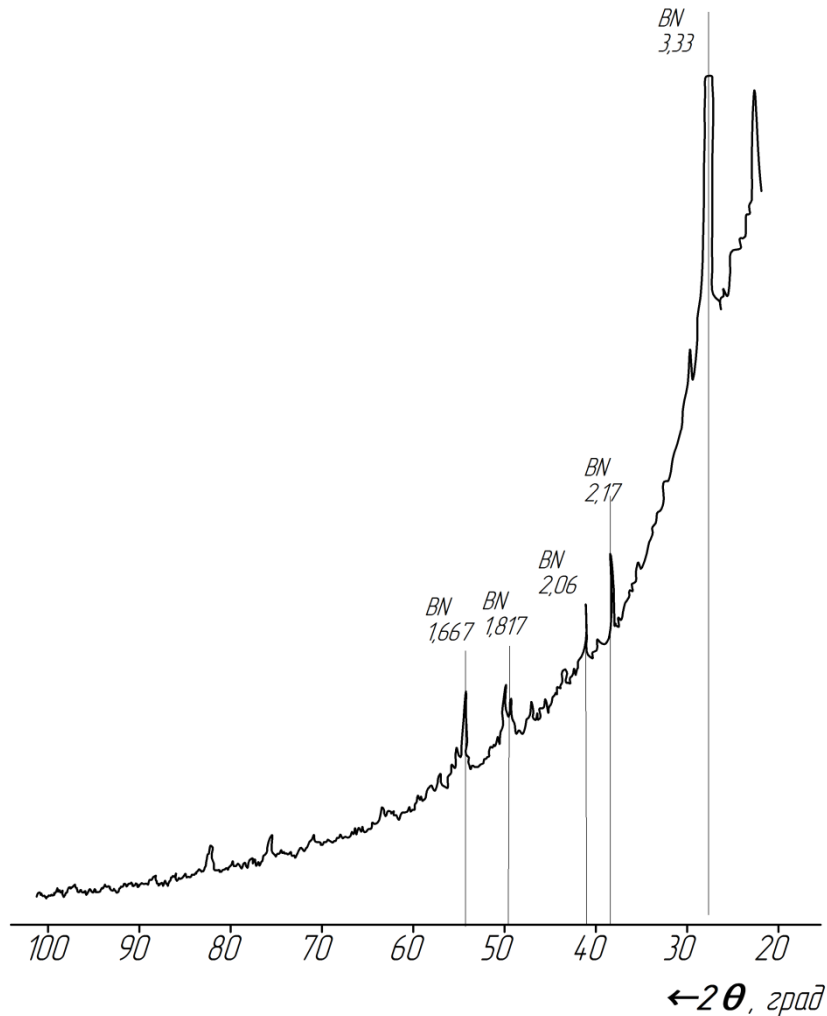
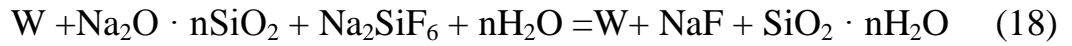
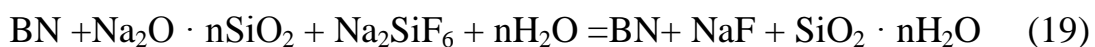


Рисунок 38. Рентгенограмма образца ЖС+hBN+  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$

На рентгеновских дифрактограммах (рис. 38) слоя с hBN присутствуют только пики, соответствующие фазам вводимого в жидкостекольное связующее наполнителя hBN, остальные компоненты пребывают в аморфном состоянии,



что свидетельствует о том, что фазовых превращений в результате синтеза не происходит:



Кроме того, отсутствие кристаллитов NaF, образующихся при взаимодействии отвердителя  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  с молекулами  $\text{H}_2\text{O}$  может свидетельствовать о том, что дифракционные пики кристаллов W или hBN перекрывают менее интенсивные пики NaF.

### **3.6. Исследование влияния рентгеновского излучения на микротвердость и микроструктуру покрытий**

Важнейшей характеристикой разрабатываемого композита является радиационная стойкость. Как указывалось выше, различная природа частиц ИИКП, широкое энергетическое распределение, а так же комплексное воздействие на материалы, вызывает значительные структурные изменения при длительном радиационном воздействии. Широкий спектр частиц ИИКП вызывает неоднородное проникновение поглощенной дозы по глубине материала и может привести к значительной деградации свойств при ее высоких значениях.

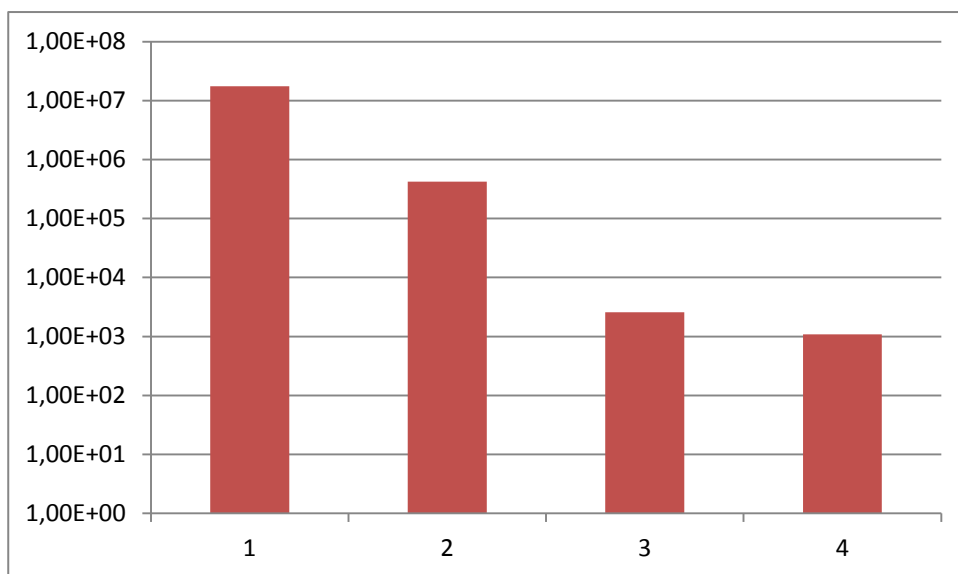
Для определения глубины проникновения поглощенной дозы в разрабатываемом композите, была построена модель распределения дозы при помощи пакета программ GEANT4 для геостационарной орбиты на срок 10 лет. Данная орбита является одной из наиболее подверженных воздействию электронного излучения, так как находится во внешнем радиационном поясе Земли, преимущественно электронном.

Модель строилась в 2 геометриях, в качестве 4 слоя – подложки, был взят ковар, являющийся достаточно распространенным материалом для корпусов ЭРИ :

- 1 геометрия - сфера из слоев 1, 2, 3, 4 с толщинами из таблицы 15.

Таблица 15. Характеристики композита для расчета 1 геометрии

Слой	Химический состав, % масс.	Толщина слоя, мм
1 внешний	BN – 50%, ЖС – 50%,	0,2
2 средний	W – 75%, ЖС – 25%,	0,5
3 нижний	BN – 50%, ЖС – 50%,	0,3
4 подложка	Ковар	0,1



Слой	Доза, рад
1	1,75E+07
2	4,24E+05
3	2,56E+03
4	1,08E+03

Рисунок 39. Расчет поглощенной дозы  $D$  в композите на ГСО, срок 10 лет.  
Толщины слоев: 1 (внешний BN) – 0,2 мм; 2 (средний W) – 0,5 мм; 3 (нижний BN) – 0,3 мм; 4 (подложка ковар) – 0,1 мм

- 2 геометрия - сфера из слоев 1, 2, 3, 4 с одинаковыми толщинами 0,1 мм

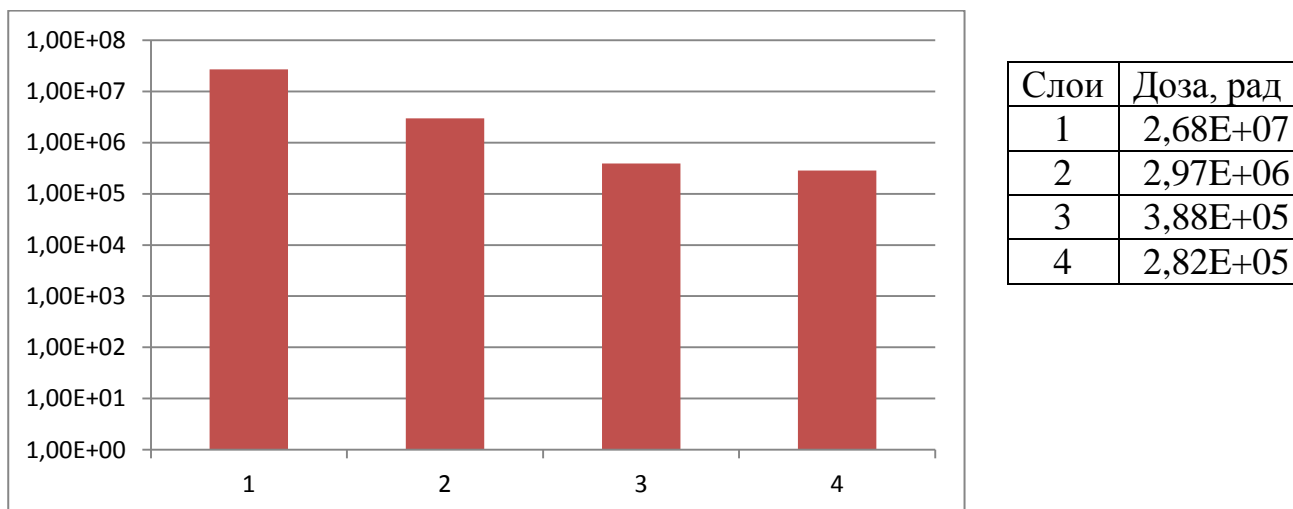


Рисунок 40. Расчет поглощенной дозы  $D$  в композите на ГСО, срок 10 лет. Толщины слоев: 1 (внешний BN) – 0,1 мм; 2 (средний W) – 0,1 мм; 3 (нижний BN) – 0,1 мм; 4 (подложка ковар) – 0,1 мм

Далее, для исследования радиационной стойкости разрабатываемого покрытия проводилось испытание облучением рентгеновским излучением сплошного спектра образца с покрытием до величины поглощенной дозы равной 3 МГр.

Характеризующей величиной радиационной стойкости композита принималась микротвердость. Известно, что микротвердость  $HV$  является характеристикой, чувствительной к морфологическим и структурным изменениям в композитах, так при введении индентора (пирамиды или конуса) напряженное состояние локализуется в достаточно малом объеме и предполагается, что в исследовании таким способом определяется реальная структура композита, а, следовательно, и ее изменения при радиационном воздействии [98-100]. Так же, исследовалась микроструктура поперечного скола облучаемого композита до и после облучения.

Облучение опытного образца проводилось на рентгеновской установке «Phoenix/x-ray nanome/x 180». Напряжение на трубке  $U$  составляло 130 кВ,

спектр излучения изотропный (рис. 39).

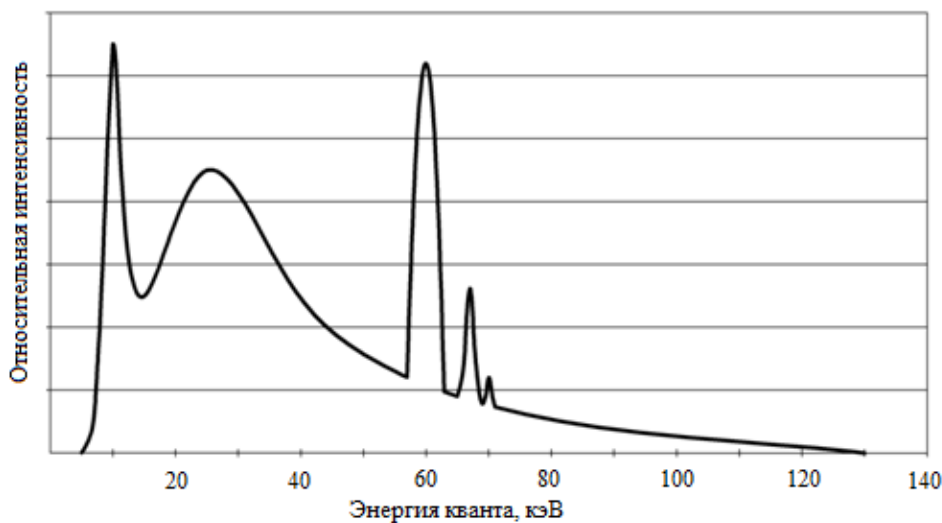


Рисунок 41. Спектр рентгеновского излучения, испускаемого вольфрамовой мишенью при напряжении на трубке 130 кВ

Образец располагался в 10 мм от коллиматора и облучался до поглощенной дозы равной 3 МГр. До достижения поглощенной дозы равной 1МГр образец вынимался для промежуточного исследования механических свойств [101].

В таблицах ниже приведены данные по микротвердости  $HV$  до и после облучения образца с покрытием.

Таблица 16. Значения микротвердости  $HV$  образца до облучения

$d_1$	$d_2$	$HV$	$F, H$
193,6	190,8	50,1	9,8
190,1	189,2	51,5	
189,3	189,5	51,6	
192,8	190,9	50,3	
192,7	190,5	50,5	
Ср. Значение		$50,8 \pm 0,9$	

Таблица 17. Значения микротвердости  $HV$  образца после облучения рентгеновским излучением, поглощенная доза 1 МГр

$d_1$	$d_2$	$HV$	$F, H$
177,8	175,8	59,3	9,8
174,5	175,7	60,4	
177,4	176,7	59,1	
176,1	176,9	59,5	
175,9	175,3	60,1	
Ср. Значение		59,7±0,7	

Таблица 18. Значения микротвердости  $HV$  образца после облучения рентгеновским излучением, поглощенная доза 3 МГр

$d_1$	$d_2$	$HV$	$F, H$
172,4	173,6	61,9	9,8
174,4	171,1	62,1	
172,1	171,8	62,6	
172,6	173,1	62,0	
172,3	173,2	62,1	
Ср. Значение		62,1±0,3	

Как можно заметить, во всех трех таблицах величина микротвердости  $HV$  устойчиво повышается одновременно с повышением поглощенной дозы. Полученный экспериментальный результат можно объяснить тем, что эффект приповерхностного радиационно-индуцированного упрочнения, зависящий от поглощенной дозы, может происходить вследствие радиационной полимеризации жидкостекольного связующего, или в результате разделения твердого раствора с образованием новых структурных состояний. При рассмотрении твердого раствора в композите могут проявиться множество межфазных границ, которые препятствуют перемещению дислокаций и повышают прочность композита.

При анализе морфологии поперечного среза было установлено, что композиционный материал видимых структурных и морфологических изменений после дозового воздействия не имеет (рис. 40).

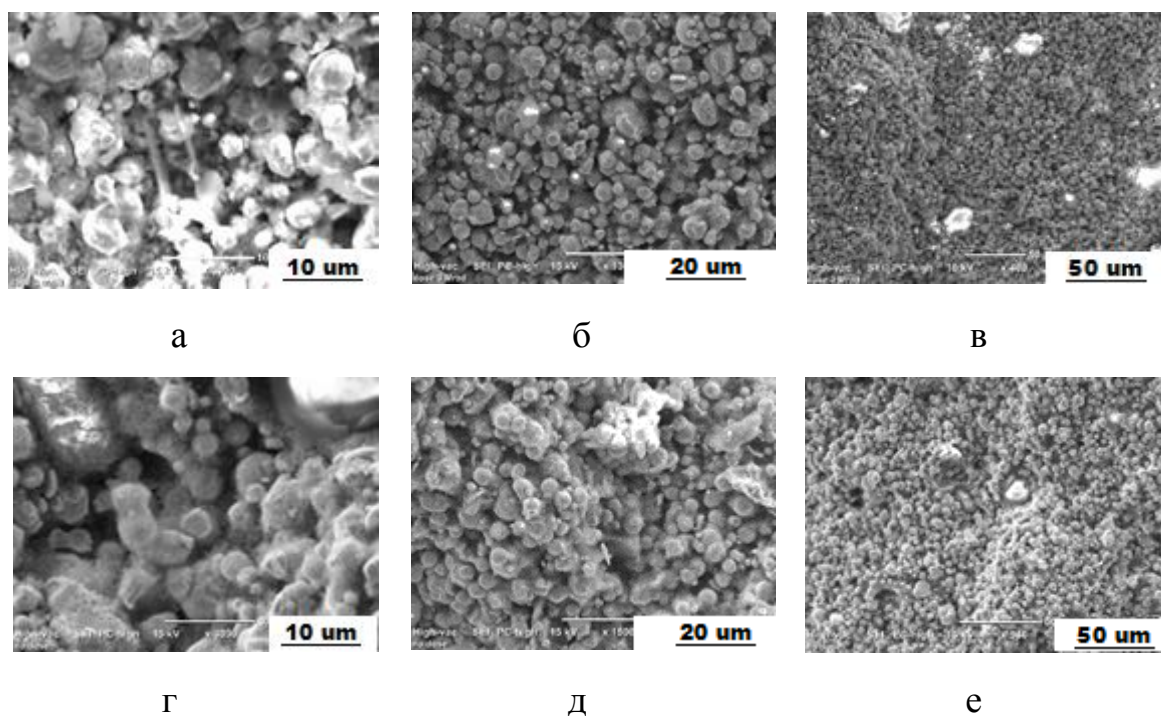


Рисунок 42. Микрофотографии образца с покрытием а, б, в) поглощенная доза 3 МГр; г, д, е) без облучения

Полученный результат можно объяснить тем, что рост дефектов в композите может возникать в том случае, если может выделиться энергия, достаточная для образования дефекта. В связи с этим, отсутствие видимых дефектов в структуре облучаемого образца может обеспечиваться равномерным рассеиванием энергии от локальных напряженностей за счет высокой степени наполнения композита металлическим наполнителем W (75 % от массы жидкого стекла), обладающего высоким коэффициентом теплопроводности (теплопроводность вольфрама равна 173 Вт/(м·К)).

Сравнив данные из построенной модели распределения поглощенной дозы  $D$  в композите, находящегося на ГСО в течение 10 лет, и дозы,

полученной образцом после экспериментальных исследований радиационной стойкости, можно сделать вывод об удовлетворительной способности сохранять свои свойства композитом при высокодозном воздействии. Для более полного исследования свойств композита следует его облучить до доз, при которых начнут проявляться радиационное охрупчивание, а также явные структурные изменения и дефектообразование.

### **3.7. Измерение электрофизических параметров композита при апробации его в составе ЭРИ**

С целью исследования диэлектрических характеристик слоя с hBN, который может наноситься непосредственно на ЭРИ в качестве слоя минимизирующего воздействие токопроводящего слоя с W на выводы микросхем, были исследованы образцы с hBN с разной толщиной.

Образцы представляли собой алюминиевые пластины с размерами 40x40 мм, толщиной 1 мм. На поверхность образцов было нанесено покрытие с hBN с толщинами: 0,5 мм; 0,8 мм; 1,0 мм.

Толщина измерялась с помощью толщиномера ВТ-201, который предназначен для неразрушающего измерения толщины неметаллических покрытий, нанесенных на металлическое немагнитное основание (алюминий, медь, титан). Принцип работы толщиномера основан на использовании физических свойств вихревых токов то есть преобразовании величины измеряемой толщины покрытия в электрический сигнал и последующем измерении его амплитуды. Измерение тангенса диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  проводилось на установке измерения иммитанса «Е7-14» на частотах 1 кГц.

Таблица 19. Результаты измерения диэлектрических характеристик слоя с hBN

	$\rho_v, \text{Ом}\cdot\text{см}$	$\rho_s, \text{Ом}$	$\varnothing 2,5$		$\varnothing 1,0$	
			$\varepsilon$	$\text{tg}\delta$	$\varepsilon$	$\text{tg}\delta$
1	$6\cdot 10^7$	$1\cdot 10^{10}$	10,4	0,43	18,8	1,2
2	$8\cdot 10^6$	$1\cdot 10^8$	3,7	0,56	-	-
3	$2\cdot 10^7$	$8\cdot 10^9$	21,7	0,36	66	1,7

### Измерения напряжения пробоя

Для проверки работоспособности ЭРИ после нанесения на ее поверхность разрабатываемого композита, были взяты ЭРИ в корпусе H14.42-1В, на верхнюю крышку корпуса наносилось покрытие послойно кистью:

- нижний слой hBN, прилегающий к ЭРИ, имел толщину 0,2 мм,
- средний слой с W имел толщину 0,6 мм,
- внешний слой имел толщину 0,4 мм.

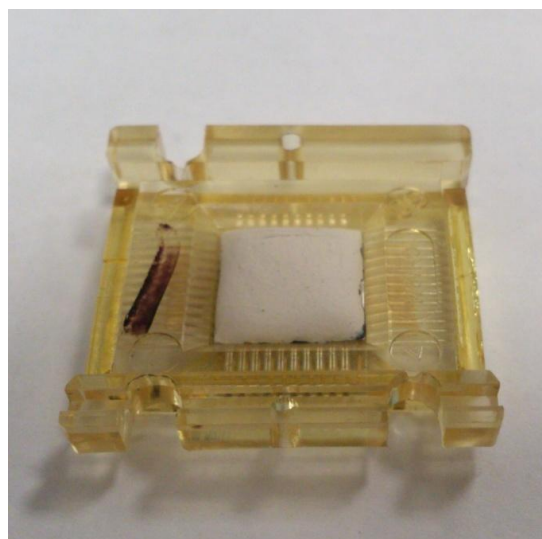
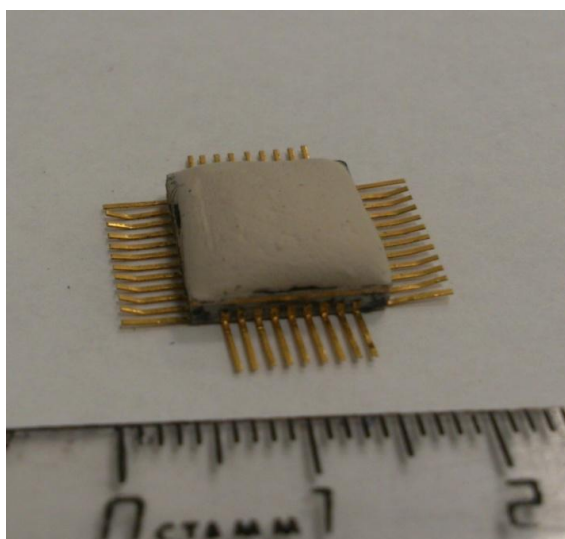


Рисунок 43. ЭРИ с радиационно-защитным покрытием

При использовании установки «Формула-2К» был проведен комплекс тестов функционирования ЭРИ, включающий в себя:



- 36-кратную проверку контактирования;
- измерение тока потребления;
- напряжение логического «0»;
- напряжение логической «1»;
- ток логического «0»;
- ток логической «1»;
- пороговое напряжение компаратора.

При проверке функциональности каких-либо изменений параметров обнаружено не было, отмечалось нарушение контактирования на нескольких выводах ЭРИ, после зачистки выводов какие-либо нарушения не фиксировались.

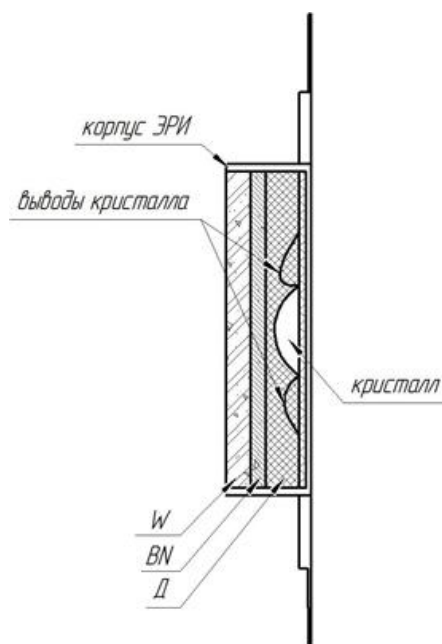
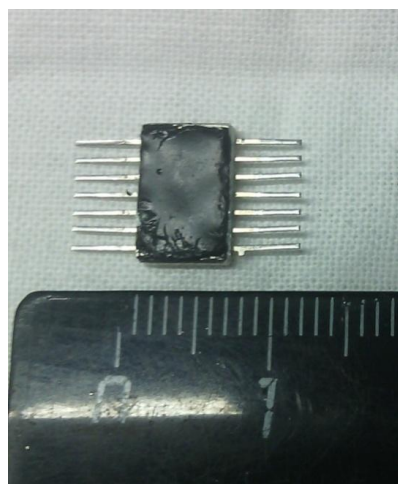


Рисунок 44. а – общий вид ЭРИ с нанесенным внутри корпуса ЭРИ защитным покрытием; б – схематическое изображение поперечного разреза ЭРИ с покрытием в корпусе, где W – слой с вольфрамом, BN – слой с нитридом бора, Д – слой с диэлектриком

### 3.8. Выводы по 3 главе

1. В главе 3 проведен комплекс экспериментальных исследований, направленный на определение оптимальных массовых частей компонентов композиционного покрытия.

2. Исследована микроструктура и элементный состав материала покрытия.

3. Установлена оптимальная степень наполнения материала:

- слой с высоким атомным номером – 2,5-2,7 масс порошка вольфрама от массы жидкого стекла;
- слой с низким атомным номером – 0,8-1,0 нитрида бора от массы жидкого стекла.

4. На основании экспериментальных данных установлена оптимальная дозировка  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ : 10-15 % от массы ЖС.

5. При РФА анализе установили, что в слоях с содержанием вольфрама содержится 3 фазы кристаллического строения:  $\alpha$ -W,  $\beta$ -W и  $\text{W}_3\text{O}$ . Данные фазы соответствуют фазам вводимого порошка вольфрама, следовательно, никаких фазовых превращений не происходит. В слое с содержанием hBN присутствуют только фазы вводимого наполнителя, следовательно, и в данном случае так же не происходит превращений между наполнителем и модифицированной связующей матрицей. Следовательно, природа введенных наполнителей обладает химической инертностью с компонентами связующего и отвердителя и механические свойства композита в первую очередь будут определяться степенью наполнения дисперсной фазой и количеством отвердителя в матрице. Данное утверждение подтверждает правильность подбора наполнителей при теоретическом анализе.

6. Проведенные экспериментальные исследования микроструктуры и микротвердости облученных образцов с разрабатываемым композиционным покрытием показали структурную стабильность и способность сохранять физико-механические свойства до величины поглощенной дозы равной 3МГр.

Микротвердость по Виккерсу  $HV$  покрытий после облучения в среднем увеличивается на 1,5...9 %.

7. Таким образом, основные свойства разрабатываемого композита можно представить в виде таблицы:

Таблица 20. Свойства многослойного радиационно-защитного композиционного материала оптимального состава:

Свойство, единица измерения	Величина
Предел прочности при сдвиге, МПа	3,0
Водостойкость через 3 мес, %	95
Водопоглощение, %	5
Удельное объёмное сопротивление $\rho_v$ , Ом·см (для слоев BN)	$2 \times 10^7$
Тангенс диэлектрических потерь (для слоев BN)	0,36
Радиационная стойкость (подтвержденная), МГр	3,0

## ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАЩИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗРАБАТЫВАЕМОГО ПОКРЫТИЯ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ НА РАДИОИЗОТОПНЫХ И РЕНТГЕНОВСКИХ АППАРАТАХ

### 4.1 Характеристика исследования

В рамках исследовательской работы [102] защитных свойств сплавов из алюминия проводилось исследование ослабления разрабатываемым покрытием рентгеновского излучения с энергией до 150 кэВ. Согласно техническому заданию, требуемая кратность ослабления принималась равной 2,5-2,85.

Опытные образцы (корпуса) представляли собой параллелепипеды с размерами 60×60×50 мм. Верхнее основание имело размеры 60×60 мм, боковые стороны 60×50 мм, нижнее основание отсутствовало. На внешнюю поверхность одного образца наносилось покрытие толщиной 1,5 мм (рис. 43б).

Указанная толщина бралась из соображений обеспечения общей массовой толщины равной около 1,0 г/см<sup>3</sup>, в котором 2 мм алюминиевого сплава составляли 0,54 г/мм<sup>3</sup> массовой толщины, а 1,5 мм исследуемого покрытия массовую толщину 0,45-0,5 г/мм<sup>3</sup>.

Толщины слоев покрытия составляли: внешний слой с hBN 0,6 мм; средний слой с W 0,3 мм; нижний слой с hBN 0,6 мм.



а



б

Рисунок 45. Образцы для радиационных испытаний:

а) образец без покрытия; б) образец с покрытием

## 4.2 Исследование кратностей ослабления

Для измерения кратности ослабления было необходимо размещать детектор внутри корпуса, в геометрическом центре. Очевидно, что при облучении с разных сторон кратность ослабления будет разная, т.к. меняется эффективная толщина стенки в направлении на источник. Для обеспечения такого режима облучения использовалось устройство позиционирования исследуемого корпуса относительно пучка падающего излучения (рис. 44). Устройство позиционирования образцов позволяло дистанционно переместить исследуемый образец вдоль оси камеры БМК-06 вправо по стрелке «1», чтобы его центр совпал с центром рабочего объема камеры. Такое действие необходимо для того, чтобы можно было провести измерение при отсутствии корпуса и при размещении камеры внутри корпуса без выключения рентгеновской установки. Вращение образца вокруг горизонтальной (по стрелке «2») и вертикальной (по стрелке «3») осей давало возможность измерять параметры поля внутри образца при различных углах падения рентгеновского пучка (распространяющегося вдоль стрелки «4») на поверхность образца.

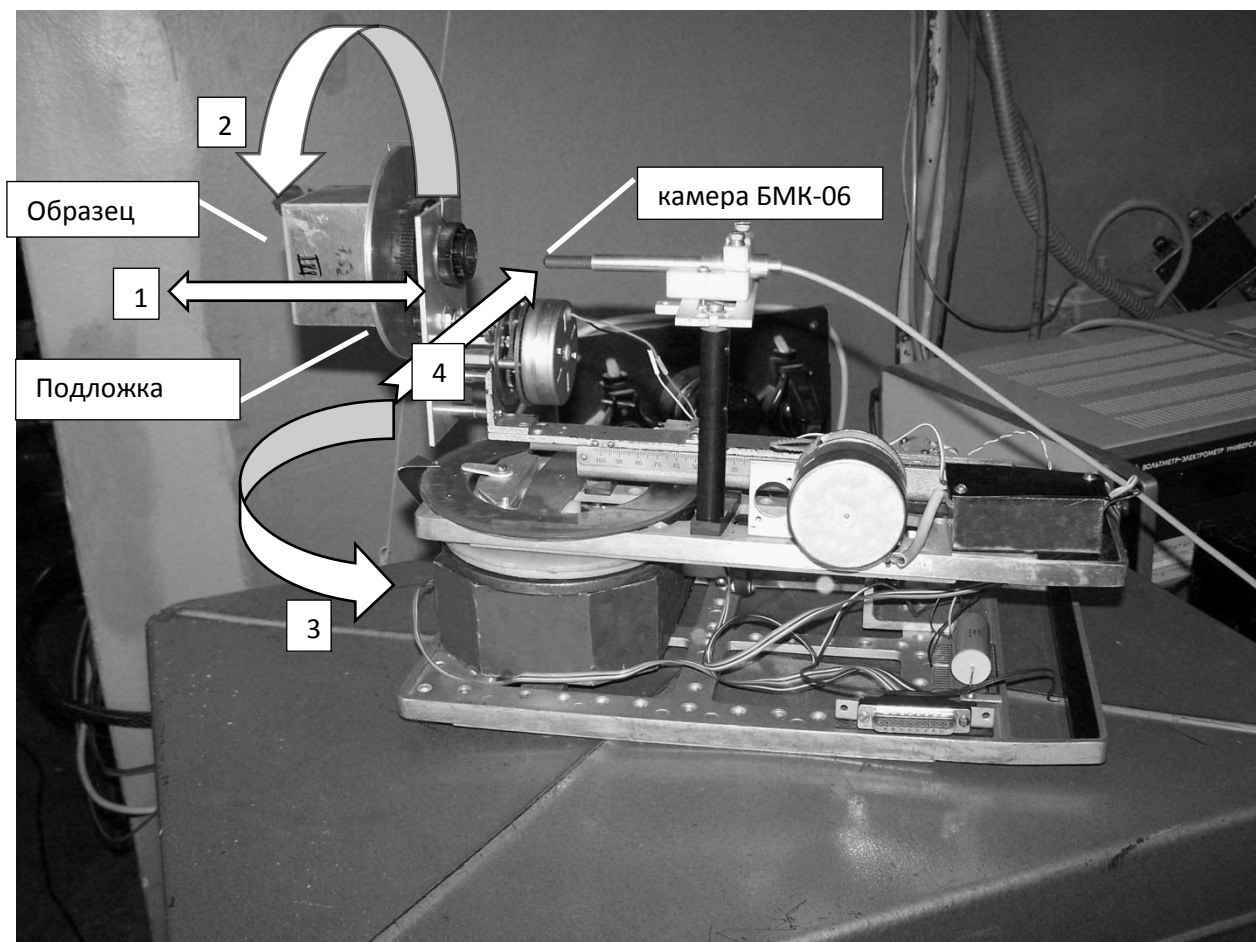


Рисунок 46. Устройство позиционирования образцов.

Ионизационная камера вводилась внутрь корпуса через его нижнее основание и располагалась в геометрическом центре. Корпус вращался вокруг камеры. Полный оборот ( $360^\circ$ ) осуществлялся приблизительно за 4 минуты. Такое время было выбрано исходя из времени релаксации тока ионизационной камеры. Измерения проводились для двух позиций размещения корпуса перед РТ. Первая – в стартовом положении ( $0^\circ$ ) ось пучка перпендикулярна плоскости грани корпуса. Вторая позиция – камера вместе с корпусом повернута на угол  $45^\circ$  относительно оси падающего пучка, т. е. облучение идет через рёбра и вершины корпуса при его вращении. Такая геометрия была выбрана из предположения максимального значения эффективной толщины стенки, а значит, и кратности ослабления.

Результаты измерений при облучении на аппарате РУП-150 представлены на рисунках ниже.

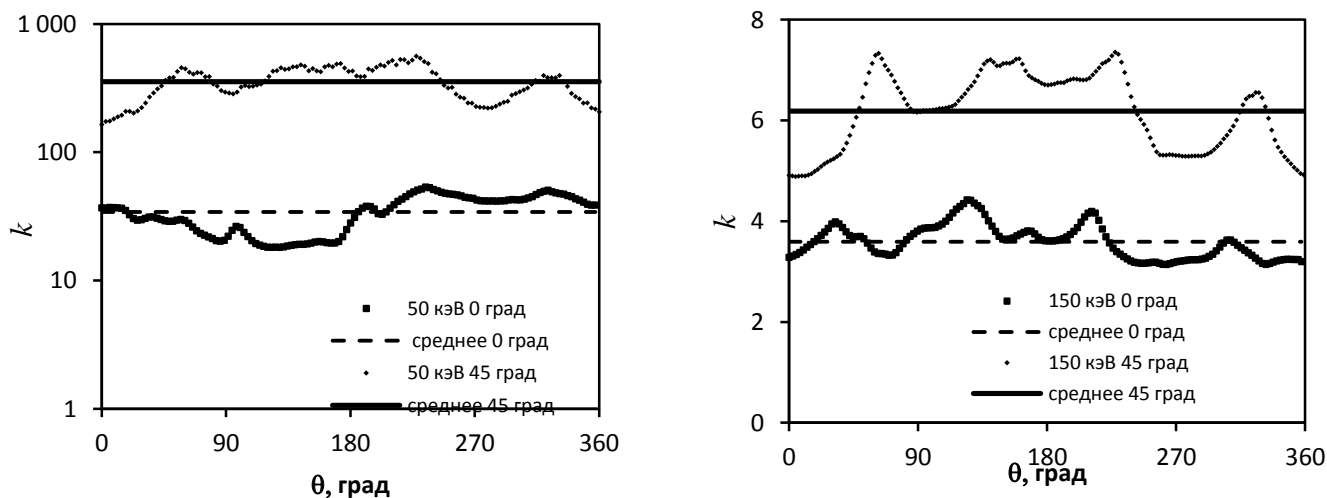


Рисунок 47. Зависимость кратности ослабления от угла поворота для образца с покрытием

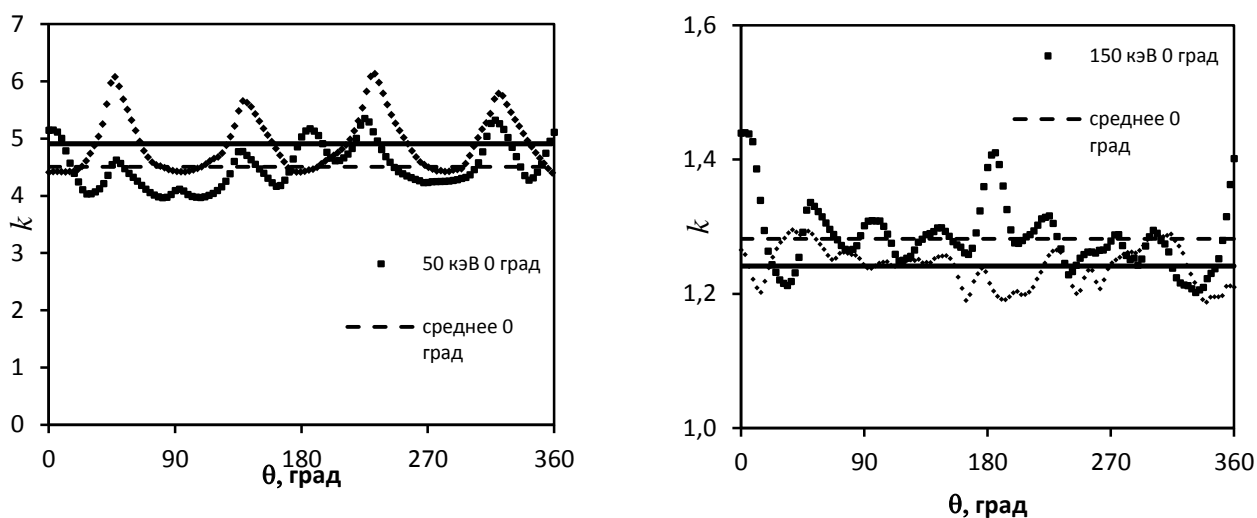


Рисунок 48. Зависимость кратности ослабления от угла поворота для корпуса из алюминиевого сплава

При энергии фильтрованного излучения 150 кэВ образец с покрытием имеет кратность ослабления в максимуме поворота образца 7,4 раза, а в минимуме, то есть падающего по нормали в 3,2 раза. Образец из алюминиевого сплава имел кратность ослабления в максимуме поворота 1,4 раза, а в минимуме по нормали 1,2 раза, то есть практически равной. Данные результаты

можно объяснить как наличием вольфрама в структуре композита, эффективно ослабляющего рентгеновское излучение, так и большим пробегом фотонов в веществе при повороте на большие углы относительно нормали налетающего потока, при которой на ослабление излучения начинает оказывать влияние большая толщина композиции «исследуемое покрытие-алюминиевая подложка».

При энергии фильтрованного излучения 50 кэВ образец с покрытием имел кратность ослабления в максимуме поворота образца 563 раза, а в минимуме 195 раз. Образец из алюминиевого сплава имел кратность ослабления в максимуме поворота в 6,1 раза, а в минимуме, по нормали, 4 раза. Данные результаты доказывают эффективное ослабление образца с покрытием содержащим вольфрам, в котором при малых энергиях налетающего излучения, начинает сказываться большой электронный радиус, вызывающий как поглощение, так и большие значения фотоэффекта [103].

Для систематизации полученных результатов в таблицах 21, 22 приводятся значения минимальной, максимальной и средней (при вращении образцов) кратности ослабления.

Таблица 21. Кратность ослабления для образца с покрытием

Напряжение на трубке, кВ		50 <sup>1</sup>	60 <sup>2</sup>	80 <sup>3</sup>	100 <sup>4</sup>	120 <sup>4</sup>	140 <sup>4</sup>	150 <sup>5</sup>
Кратность ослабления	макс.	563	330	86	21	15	11	7,4
	мин.	18	14,3	9,0	6,2	5,1	4,2	3,2
	ср.	195	120	37	12,5	9,0	7,0	5,0
Степень поглощения, %	макс.	99,8	99,7	98,8	95	93	91	86
	мин.	94	93,0	89	84	80	76	68
	ср.	99,5	99,2	97,3	92	89	86	80



Таблица 22. Кратность ослабления для образца из АМц

Напряжение на трубке, кВ		50 <sup>1</sup>	60 <sup>2</sup>	80 <sup>3</sup>	100 <sup>4</sup>	120 <sup>4</sup>	140 <sup>4</sup>	150 <sup>5</sup>
Кратность ослабления	макс.	6,1	4,7	2,7	1,9	1,8	1,7	1,4
	мин.	4,0	3,1	2,0	1,5	1,4	1,3	1,2
	ср.	4,7	3,8	2,5	1,6	1,5	1,5	1,3
Степень поглощения, %	макс.	83	79	63	47	43	40	30
	мин.	75	68	50	33	29	23	17
	ср.	79	74	60	38	33	33	23

<sup>1</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 0,7 мм Al);

<sup>2</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 1,2 мм Al);

<sup>3</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 1,6 мм Al);

<sup>4</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 3,0 мм Al);

<sup>5</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 6,0 мм Al)

Как видно из таблиц только образец с исследуемым покрытием обеспечивают необходимую кратность ослабления для всего диапазона энергий. Образец из сплава АМц не обеспечивает необходимую кратность ослабления при энергии более 80 кэВ.

Для измерения кратности ослабления для энергий в диапазоне 20÷40 кэВ использовался аппарат УРС-55а и бесстеночная ионизационная камера. К сожалению, в этой геометрии вращение образца было невозможно, и измерения проводились только для верхнего основания.

Таблица 23. Кратность ослабления для образца с покрытием

Напряжение на трубке, кВ	20 <sup>1</sup>	30 <sup>2</sup>	40 <sup>3</sup>
Кратность ослабления	>5·10 <sup>3</sup>	>5·10 <sup>3</sup>	>5·10 <sup>3</sup>
Степень поглощения, %	>99,98	>99,98	>99,98

Таблица 24. Кратность ослабления для образца из АМц

Напряжение на трубке, кВ	20 <sup>1</sup>	30 <sup>2</sup>	40 <sup>3</sup>
Кратность ослабления	$>5 \cdot 10^3$	30	8,1
Степень поглощения, %	$>99,98$	96,7	87,6

<sup>1</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 0,1 мм Al);

<sup>2</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 0,3 мм Al);

<sup>3</sup> – для фильтрованного излучения (фильтр 0,5 мм Al).

### 4.3 Измерения опытных образцов на гамма-спектрометре

Измерения на спектрометре были возможны только для верхнего основания корпуса. Источник излучения находился на расстоянии 15 см от поверхности криостата детектора, а корпус располагался на поверхности криостата. Другую геометрию облучения реализовать невозможно вследствие перекрытия слоев. Результаты представлены в таблицах ниже.

Таблица 25. Кратность ослабления для образца с покрытием

Энергия, кэВ	Кратность ослабления	Степень поглощения, %
26,3( <sup>241</sup> Am)	$>100$	99
60( <sup>241</sup> Am)	6,9	65
122( <sup>57</sup> Co)	2,0	50
136( <sup>57</sup> Co)	1,8	56

Таблица 26. Кратность ослабления для образца АМц

Энергия, кэВ	Кратность ослабления	Степень поглощения, %
26,3 ( $^{241}\text{Am}$ )	2,3	56
60 ( $^{241}\text{Am}$ )	1,14	12
122 ( $^{57}\text{Co}$ )	1,10	9,1
136 ( $^{57}\text{Co}$ )	1,10	9,1

Из данных таблиц следует, образец с разрабатываемым покрытием значительно увеличивает кратность ослабления в области высоких энергий.

#### 4.4 Исследование образцов со свинцом

Для сравнения защитных характеристик разрабатываемого защитного композита проводились сравнительные испытания защитных свойств свинцовых пластин различных толщин как отдельно, так и совместно с образцами из алюминиевого сплава толщиной 2мм.

Так, применили 0,5 мм свинца, помещенного на внешнюю поверхность верхнего основания образца из алюминиевого сплава. Общая массовая толщина такой гетерогенной структуры составляла:  $1,15 \text{ г/мм}^3$ , то есть практически равной массовой толщине композиции из алюминиевого сплава и исследуемого покрытия.

Для экспериментальной проверки кратности ослабления композиции (Al сплав + свинец) были проведены дополнительные эксперименты на установке РУП-150 для энергий излучения выше 100 кэВ для фильтрованного излучения. Результаты представлены в таблице 27.

Таблица 27. Значения кратности композиции алюминиевый сплав+свинец

$E$ , кэВ	100	120	140	150
Pb 0,5мм + Al 2,0 мм	36	23	16,1	13,3

В сравнении с экспериментальными данными (табл. 20) образца с разрабатываемым покрытием, наблюдалось практически 3-х кратное превышение кратности ослабления для образца со свинцом. При этом, учитывая колоссальное влияние высокого  $Z$  на ослабление гамма-квантов, предположили, что на более скромные кратности ослабления для разрабатываемого покрытия, сказывается меньшая толщина слоя с порошком вольфрама  $W$ , который имел толщину 0,3 мм. Для проверки данного предположения облучили образцы из свинца, представляющие собой пластины с толщинами: 0,18 мм, 0,37 мм, 0,5 мм. Результаты представлены в таблице 28.

Таблица 28. Значения кратности ослабления для пластин из свинца

$E$ , кэВ	100	120	140	150
Pb 0,18 мм	5,9	4,7	4,1	2,9
Pb 0,37 мм	13,6	11	8,8	5,9
Pb 0,5 мм	22,7	18	15,2	10,2

Сравнив данные из таблиц 20 и 28 можно заметить схожие кратности ослабления для образцов из свинца и образца с защитным покрытием при близких толщинах слоя с  $W$  и пластин из Pb, при этом стоит отметить, что если использовать гетерогенную структуру (алюминиевый сплав 2мм+указанные толщины свинцовых пластин), кратность ослабления увеличится примерно на 20% при граничной энергии 150 кэВ.

Для расчета кратности ослабления моноэнергетических фотонов были проведены измерения на спектрометре с использованием источника  $^{57}\text{Co}$ . Полученные результаты представлены в таблице 29.

Таблица 29. Значения кратности ослабления для моноэнергетических фотонов

Толщина Энергия, кэВ	Pb 0,5мм + Al сплав 2,0 мм
122 ( $^{57}\text{Co}$ )	7,9/3,5/4,5
136 ( $^{57}\text{Co}$ )	4,8/2,7/3,6
150 (расчет)	2,9

В таблице 29 первое число в ячейке означает кратность ослабления по ППП; далее – через слеш – с учетом характеристического излучения; после второго слеша – расчет.

Оценка вклада характеристического излучения по экспериментальным данным весьма приближительна, т.к. не учитывает возможное изменение эффективности регистрации детектора.

Таким образом, на основании проведенных сравнительных испытаний можно подтвердить высокие защитные характеристики разрабатываемого композита.

#### 4.5 Влияние геометрии облучения на кратность ослабления

Эксперименты, проведённые с фильтрованным рентгеновским излучением, позволили получить эффективные значения коэффициентов ослабления дозы излучения для исследуемого композита и эффективной энергии, соответствующей эффективному коэффициенту ослабления чистым алюминием. Были рассмотрены две модели геометрии облучения.

Первая модель предполагала, что источник излучения находился на значительном удалении от объекта исследования (расстояние превышает размер источника и объекта, условно, более чем в 5 раз). При этом положение источник – детектор фиксировано. При выполнении этих условий пучок излучения считался мононаправленным. Тогда коэффициент пропускания равен:

$$k = \exp(-\mu_{\text{eff}} \cdot d) \quad (20)$$

где  $d$ - толщина защиты,  $\mu_{\text{eff}}$  – эффективный коэффициент ослабления фильтрованного рентгеновского излучения, а для моноэнергетических линий просто коэффициент ослабления для данной энергии. В приведённой формуле пренебрегли многократным рассеянием в защите и отражением от окружающих предметов, которые могут ухудшить защищённость приборов.

Рассмотрим другую модель. Пусть поле излучения будет изотропным. Оно создаётся рассеянными в слабо поглощающем пространстве источниками радиации или множеством источников, удаленных на большое расстояние. Изотропное поле может возникнуть также вследствие движения исследуемого объекта и источника относительно друг друга. При единичной плотности потока из элементарного телесного угла из полупространства в сторону точки детектирования направляется поток:  $(1/2\pi) \cdot (-d\cos\theta) \cdot d\alpha$ , где  $\theta$  – зенитный угол относительно  $n$ , а  $d\alpha$ -элемент азимутального угла. Запишем кратность ослабления потока излучения защитой толщиной  $t$ :

$$k_{\text{из}} = \left( \int_0^1 e^{-\mu t / \cos\theta} d\cos\theta \right)^{-1} \quad (21)$$

Сделаем подстановку:  $(\mu t / \cos\theta) = x$ ; тогда  $d\cos\theta = (-\mu t / x^2) dx$ ,  $\cos\theta = \mu t / x$ .

После подстановок получим:

$$k_{\text{из}} = \left( \int_{\mu t}^{\infty} \mu t \frac{e^{-x}}{x^2} dx \right)^{-1} \quad (22)$$

Полученное выражение – интегральная экспонента  $E_2(\mu t)$ . Эта функция табулирована.

Для мононаправленного излучения кратность ослабления равна:

$$k_{\text{моно}} = e^{\mu t} \quad (23)$$

В таблице 30 представлены значения кратностей ослабления их отношений.

Таблица 30. Значения кратностей ослабления при различных толщинах защиты (детектор за защитой)

$\mu t$	0,1	0,5	0,693	1,0	2,0
$k_{\text{из}}$	1,38	3,06	4,18	6,62	26,7
$k_{\text{моно}}$	1,11	1,64	2,0	2,73	7,39
$k_{\text{из}}/k_{\text{моно}}$	1,25	1,87	2,09	2,42	3,61

Таким образом, с ростом параметра  $\mu t$  увеличивается кратность ослабления защитой по отношению к ослаблению мононаправленного пучка. Особый интерес представляет точка  $\mu t = 0,693$  ( $k_{\text{моно}} = 2,0$ ). Минимальное требуемое значение кратности ослабления 2,5. Легко видеть, что при изотропном поле величина кратности ослабления возрастет более чем в 4 раза. Однако приведенное выше отношения  $k_{\text{из}}/k_{\text{моно}}$  справедливо для точки, расположенной непосредственно за защитным барьером, а для исследуемого корпуса все экспериментальные данные были получены для точки, расположенной в геометрическом центре корпуса.

Проведение модельного расчета было проведено с использованием численного интегрирования. Для упрощения расчетов прямоугольная грань корпуса моделировалась диском равной площади. Этот радиус равняется 3,4 см.

Расстояние до диска по оси составляло 2,5 см. Результаты расчетов приведены в таблице 31.

Таблица 31. Значения кратностей ослабления при различных толщинах защиты (детектор расположен на расстоянии 2,5 см от защиты)

$\mu t$	0,1	0,5	0,693	1,0	2,0
$k_{\text{из}}$	1,15	2,04	2,7	4,08	15,3
$k_{\text{моно}}$	1,11	1,64	2,0	2,73	7,39
$k_{\text{из}}/k_{\text{моно}}$	1,04	1,24	1,35	1,50	2,07

Результаты в таблицах 30 и 31 существенно отличаются. Это объясняется разным значением эффективной толщины защиты на разном расстоянии точки детектирования от поверхности для изотропного поля излучения (в первом случае это расстояние равно 0, а во втором 2,5 см).

Проведенные выше расчеты не учитывают рассеянную компоненту излучения, что может сказаться на точности расчета величины  $k_{\text{из}}/k_{\text{моно}}$ . Учет рассеянной компоненты был проведен с помощью специальной программы численного моделирования для геометрии, указанной выше.

Таблица 32. Значения кратностей ослабления при различных толщинах защиты с учетом рассеянного излучения (детектор на расстоянии 2,5 см от защиты)

$\mu t$	0,1	0,5	0,693	1,0	2,0
$k_{\text{из}}$	1,17	1,38	2,51	3,58	-
$k_{\text{моно}}$	1,11	1,26	2,02	2,71	7,39
$k_{\text{из}}/k_{\text{моно}}$	1,05	1,10	1,25	1,32	-



Из сравнения результатов расчетов в таблицах следует, что учет рассеянного излучения приводит к уменьшению отношения  $k_{из}/k_{моно}$ .

Таким образом, можно сделать вывод, что замена модели мононаправленного потока излучения на изотропный поток приводит к увеличению кратности ослабления при ее абсолютном значении около 2 на (25÷30)%.

Моделировать такой источник крайне затруднительно. Единственный способ - вращать изделие вдоль основной оси под разными углами. В этом случае кратность ослабления должна возрасти за счет увеличения эффективной толщины защиты при облучении под разными углами.

#### 4.6 Выводы по главе 4

1. Для разработанного композита получены кратности ослабления рентгеновского и гамма-излучения при нормальном падении излучения и для случая изотропного падения пучка. В экспериментах использовались рентгеновские аппараты и изотопные источники.

2. Использовалось разработанное в НИЯУ МИФИ специальное устройство позиционирования исследуемых образцов, для реализации возможности измерения кратности ослабления при облучении изделий с разных сторон, а также для моделирования реализуемого на практике изотропного поля излучения.

3. Проведены эксперименты с использованием стандартных радионуклидных источников излучения (ОСГИ); исследовано прохождение моноэнергетических фотонов с энергиями в диапазоне от 26.3 кэВ до 136 кэВ. Исследования проводились с применением спектрометра высокого разрешения в области низких энергий ORTEC, оснащённого кристаллом из особо чистого германия, охлаждаемого жидким азотом.

4. Установили, что нанесение на корпус покрытия толщиной 1,5 мм существенно увеличивало кратность ослабления, что особенно важно для участка спектра с наибольшими энергиями.

5. Для моноэнергетических фотонов кратность ослабления при нормальном падении оказывается меньше требуемой 2,5-2,85 при энергиях больше 140 кэВ. Если же учесть изотропный характер реального поля излучения, то для энергии 140 кэВ среднее значение коэффициента ослабления оценивается около 62%, а для энергии 150 кэВ приближается к минимально допустимому значению (50-60)% в зависимости от условий облучения. Нарастив слой с вольфрамом (около 0,5 мм) можно обеспечить более надёжную защиту и исключить из рассмотрения наихудшие, из возможных реализуемых геометрических вариантов.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам диссертационной работы сделаны следующие выводы:

1. Впервые разработан новый композиционный материал, обладающий комплексом улучшенных физико-химических свойств, на основе модифицированного силиката натрия и отвердителя  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , а также наполнителей: вольфрама и нитрида бора.
2. Эффективность радиационно-защитного материала повышается при использовании многослойной структуры, в которой слои, имеющие наполнители с различным атомным номером, эффективно поглощают (рассеивают, отражают) определенный вид ионизирующего излучения. Установлено, что для разрабатываемого защитного композита в первом слое (наружном) следующий состав: нитрид бора - жидкое стекло -  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , с целью эффективного обратного рассеяния первичного излучения а, в слоях с эффективным поглощением вторичного излучения состав: вольфрам – жидкое стекло -  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ .
3. При введении ультрадисперсного порошка вольфрама в связующую матрицу, максимум прочности наблюдается при объемной степени наполнения порядка  $\varphi \leq 0,86$ , что соответствует классической зависимости изменения механических свойств от количества объемной доли наполнения. Данная величина объяснима полидисперсной фракцией применяемого порошка вольфрама, в которой более мелкие частицы заполняют объем между более крупными частицами дисперсной фазы. Для гексагонального нитрида бора максимум прочности достигнут при степени наполнения порядка  $\varphi \leq 0,33$ , что можно объяснить как формой наполняющих его частиц (игольчатой), так и более крупной фракцией дисперсной фазы.
4. Исследование структуры разрабатываемого композита показало отсутствие фазовых превращений между наполнителями и веществом

связующей матрицы. Отсутствие дифракционных пиков кристаллитов NaF, образующихся при взаимодействии отвердителя  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  с молекулами  $\text{H}_2\text{O}$  может свидетельствовать о том, что дифракционные пики кристаллов W или hBN перекрывают менее интенсивные пики NaF.

5. Исследования радиационно-защитных характеристик композита показали схожие со свинцом коэффициенты ослабления ионизирующего излучения, что при технологической простоте синтеза и нанесения покрытия, а так же экологической безопасности может положительно сказаться на потенциальной привлекательности для применения.
6. Максимальная водостойкость покрытия наблюдалась 10-15% дозировке (от массы жидкого стекла) кремнефтористым натрием  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ , что демонстрирует возможность использования покрытия во влажных условиях, например в составе аппаратуры морского базирования.
7. Была изготовлена опытная партия радиационно-защитного композита для комплекта приборов модуля НЭМ Международной космической станции (заказчик ЗАО «Орбита») и успешно прошла эксплуатационные испытания.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Новиков Л.С. Модель космоса. – Т. 2: Воздействие космической среды на материалы и оборудование космических аппаратов / под ред. Л.С. Новикова // 8-е изд. – М.: Изд-во «Книжный дом Университет». 2007. 1144 с.
2. Space Environment, Effect, and Education System. Available at: [www.spervis.oma.be](http://www.spervis.oma.be).
3. Boudenot J.-Cl. Radiation Space Environment // Radiation Effects on Embedded Systems. Dordrecht: Springer. 2007. P. 1–9.
4. Wilson J. W., Thibeault S. A., Cucinotta F. A., Shinn J. L., Kim M., Kiefer R., Badavi F. F. Issues in protection from galactic cosmic rays // Radiation and Environmental Biophysics. 1995. Vol. 34. P. 217–222.
5. Безродных И.П., Морозова Е.И., Петрукович А.А. Радиационные условия на геостационарной орбите // Вопросы электромеханики. Труды НПП ВНИИЭМ. М.: ФГУП «ВНИИЭМ». 2010. Т. 117. № 4. С. 33–42.
6. Безродных И.П., Казанцев С.Г., Семенов В.Т. Радиационные условия на солнечно-синхронных орбитах в период максимума солнечной активности // Вопросы электромеханики. Труды НПП ВНИИЭМ. М.: ФГУП «ВНИИЭМ». 2010. Т. 116. № 3. С. 23–26.
7. Hess Wilmot N. Energetic particles in the inner Van Allen belt // Space Science Reviews, 1962, Vol.1, P. 278–312.
8. Panasyuk M. I., Podzolko M. V., Kovtyukh A. S., Osedlo V. I., Tulupov V. I., Yashin I. V. Modeling radiation conditions in orbits of projected system of small satellites for radiation monitoring // Cosmic Research, 2016, Vol. 54, P. 411–415.
9. Lohmeyer W.Q., Cahoy K. Space weather radiation effects on geostationary satellite solid-state power amplifiers // Space Weather, 2013, Vol. 11, P. 476.

10. Zeynali O., Masti D., Gandomkar S. Shielding protection of electronic circuits against radiation effects of space high energy particles // *Adv. in Appl. Science Research*. 2012. Vol. 3, No 1. P. 446.
11. Fan I.S., Boeske C.R., Drumm S.B. Shielding considerations for satellite microelectronics // *IEEE Trans On Nucl. Sci.* 1996. Vol 45. No. 6, P. 2790 – 2796.
12. Зинченко В.Ф., Шиян В.Д., Артемов А.Д., Соболев С.А., Артемов А.Д., Соболев С.А. Прогнозирование локальных дозовых нагрузок в критических узлах аппаратуры космических объектов, Вопросы атомной науки и техники, серия: Физика радиационного воздействия на радиоэлектронную аппаратуру. 2009. Вып.2. С. 3 – 6.
13. Mangeret R., Carriere T., Beaucou J. Effects of material and or structure on shielding of electronic devices // *IEEE Trans. on Nucl. Sci.*, 1996, v. 45, No. 6. P. 2665 – 2670.
14. Кимель Л.Р., Машкович В.П.. Защита от ионизирующих излучений: справочник. 2-е изд. // М.: Атомиздат. 1972. 312 с.
15. Артемьев В.А. Об ослаблении рентгеновского излучения ультрадисперсными средами // *Письма в ЖТФ*. 1997. Т. 23, № 6. С. 5 – 9.
16. Морохов И.Д., Трусов Л.И., Лаповок В.Н. Физические явления в ультрадисперсных средах. М.: Энергоатомиздат. 1984
17. Андрианов А.Ю., Джур Е.А., Крикун Ю.А. Оценка прироста радиационно-защитных свойств композитов на основе полидисперсных наполнителей // *Днепропетровский национальный университет, г. Днепропетровск, Украина*. 2007. №2. С. 220 – 225.
18. Mangeret R., Carriere T., Beaucour J. Effects of material and or structure on shielding of electronic devices // *IEEE Trans. on Nucl. Sci.* 1996. Vol. 45. No. 6. P. 2665 – 2670.
19. Olesen H.L. *Radiation Effects on Electronic Systems*, N-Y.: Springer. 2013. 234 p.

20. Berger M.J. Monte-Carlo calculations of penetration and diffusion of fast charged particles, *Methods in computational physics* // N.-Y., Academic Press., 1963, Vol.1. P.135-215
21. ГОСТ РВ 20.39.414.1-97. Комплексная система общих технических требований. Изделия электронной техники, квантовой электроники и электротехнические военного назначения. Классификация по условиям применения и требования стойкости к внешним воздействующим факторам. М.: Госстандарт России, 1998. 10 с.
22. Vette J. I. The AE-8 Trapped Electron Environment // *National Space Science Data Center, Greenbelt, Md. NSSDC/WDC-A-R&S.* 1991. P. 1-24.
23. Sawyer D. M., Vette J. I. AP-8 Trapped Proton Environment for Solar Maximum and Solar Minimum // *National Space Science Data Center, Greenbelt, Md. NSSDC/WDC-A-R&S.* 1979. P. 76–96.
24. Борц В.И., Ткаченко В.И., Ткаченко И.В. Многослойные биметаллические среды как метод защиты от радиационного излучения // Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт». Харьков, Украина. 2010. №1. С. 123 – 128.
25. Свидетельство о государственной регистрации № 2011615876: ELECTRON-3D, PROTON-3D. 2011.
26. Källen G. *Elementary particle physics* // MA : Addison-Wesley. 1964.
27. Джур Е.А. Санин А.Ф., Божко С.А. Композиционный материал для защиты радиоэлектронной аппаратуры космических аппаратов от ионизирующего излучения // *Вест. СибГАУ.* 2013. No 6. 126 с.
28. Андрианов А.Ю., Белоус В.А. Ослабление гамма-излучения многослойными полимерными дисперсно-наполненными структурами // *Вопросы атомной науки и техники,* 2010. №5. С. 73-75.
29. Lohmeyer W.Q., Cahoy K. *Space Weather: Intern* // *J. Res. Appl.* 2013. Vol. 11. P. 476.

30. Maurer R.H., Fraeman M.E., Martin M.N., Roth D.R. // J. Modern Physics. 2011. Vol. 2. P. 1567.
31. Аккерман А.Ф. Моделирование траекторий заряженных частиц в веществе. М.: Энергоатомиздат. 1981. 200 с.
32. Заболотный В.Т. Старостин Е.Е., Кочетков А.В. Оптимальные составы для локальной защиты бортовой электроники от космической радиации. Физика и химия обработки материалов // 2008. № 5. С. 8 – 14.
33. Анохин М.В., Галкин В.И. Разработка инженерно-физических основ локальной радиационной защиты электронных компонентов и биологических объектов на искусственных спутниках Земли // ВАНТ, Физика радиационного воздействия на радиоэлектронную аппаратуру. 2004. Вып. 1-2.
34. [Www.3d-plus.com/radiation-assurance.php](http://www.3d-plus.com/radiation-assurance.php).
35. Уланова А.В., Согоян А.В., Чумаков А.И., Никифоров А.Ю., Петров А.Г. Особенности оценки радиационной стойкости микросхем в специализированных защитных корпусах // Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем - 2012. Сборник трудов / под общ. ред. академика РАН А.Л. Стемпковского. М.: ИППМ РАН. 2012. С. 584-587.
36. Гульбин В.Н., Колпаков Н.С., Горкавенко В.В., Чердынцев В.В. Разработка и исследование радио- и радиационно-защитных композиционных материалов // Нанотехнологии: разработка и применение - XXI ВЕК. 2015. Т. 7. № 2. С.17-25.
37. Гульбин В.Н., Колпаков Н.С. Облегченные радиационно-защитные композиты // Научные технологии. 2014. Т. 15. № 3. С. 4-16.
38. Гульбин В.Н., Петрунин В.Ф. Исследование радиационнозащитных нанокompозитов // Материалы VIII Всерос. конф. Физикохимия ультрадисперсных (нано-) систем. Белгород. 2008.



39. Чирская Н.П., Воронина Е.П., Милеев В.Н., Новиков Л.С., Синолиц В.В. Полимерные композиты для создания высокоэффективных систем радиационной защиты космических аппаратов // Физика и химия обработки материалов. 2011. №4. С. 22 - 24.
40. Kowbel W., Kropachev A., Withers J.C. Novel boron fiber composites for radiation shielding. Proc. Aerospace Conference. 5-12 March, 2005, Big Sky, Montana, USA. IEEE. 2005. P.718-723.
41. Wilson J.W., Cucinotta F.A., et al. Materials for shielding astronauts from the hazards of space radiations. Proc. symp. on Materials in Space-Science, Technology and Exploration. Nov. 29–Dec. 2, 1998, Boston, Massachusetts, USA. Mater. Res. Soc. 1999. Vol.551. P.3-15.
42. Акишин А.И. Космическое материаловедение: методическое и учебное пособие. М.: НИИЯФ МГУ. 2007. 209 с.
43. Арбузов В.И. Основы радиационного оптического материаловедения: учебное пособие. СПб.: СПбГУИТМО. 2008. 284 с.
44. Павленко В.И., Ястребинский Р.Н., Едаменко О.Д., Тарасов Д.Г. Воздействие высокоэнергетических пучков быстрых электронов на полимерные радиационно-защитные композиты // Вопросы атомной науки и техники (ВАНТ). 2010. №1. С. 129–134.
45. Павленко В.И., Ястребинская А.В., Павленко З.В., Ястребинский Р.Н. Высокодисперсные органосилоксановые наполнители полимерных матриц // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Серия: Технические науки. 2010. № 2. С. 99–103.
46. Милинчук В.К., Туликова В.И., Милинчук В.К. Радиационная стойкость органических материалов. Справочник // М.: Энергоатомиздат. 1986. 171 с.
47. Милинчук В.К., Клишпонт Э.Р., Тупиков В.И. Основы радиационной стойкости органических материалов // М.: Энергоатомиздат. 1994. 251 с.

48. Дубровский В. Б. Радиационная стойкость материалов: Справочник О М.: Наука.1973. 560 с.
49. Сычев Б.С., Милинчук В.К., Патрикеев Л.Н. / под ред. Б. А. Калина/ Радиационная стойкость материалов атомной техники: Сб. трудов, М. 1989. 415с.
50. Lee M., Rooney W.D., Whiteside J.B. An XPS Study of Space-Exposed Polyimide Film // LDEF-69 Months in Space: Second LDEF Post-Retrieval Symposium, NASA CP-3194, Part 3, San Diego, CA. June 1-5. 1992. 957 p.
51. Shalin R. E., Minakov V.T., Deev I.S., Nikishin E.F. Study Of Polymer Composite Specimens Surface Changes After The Long-Term Exposure In Space // Proc. Of 7 th Intern. Symp. On Materials in Space Environment. Toulouse. France. 16-20 June. 1997. ESA SP-399. P.375-383.
52. Banks B. A. K. K. de Groh, Rutledge S. K., Haytas C. A. Consequences of Atomic Oxygen Interaction with Silicone and Silicone Contamination on Surfaces in Low Earth Orbit // NASA Technical Memorandum 1999-209179, Proceedings of the 44th Annual Meeting of the Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, Denver, Colorado. July 18-23. 1999.
53. Blakkolb B., Ryan L. E., Bowen H. S., Kosic T. J. Optical Characterization of LDEF Contaminants // Proceedings of the 2nd LDEF Post-Retrieval Symposium, San Diego, California. June 1-5. 1992. P. 1035-1040.
54. Stuckey W.K. An Overview of the On-Orbit Contamination of the Long Duration Exposure Facility (LDEF) // LDEF Results for Spacecraft Applications, NASA CP-3257, Huntsville, AL. October 27-28. 1992. P. 533.
55. Павленко В.И., Ястребинский Р.Н., Едаменко О.Д., Тарасов Д.Г. Воздействие высокоэнергетических пучков быстрых электронов на полимерные радиационно-защитные композиты // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 2010. №1. С. 129–134.

56. Черкашина Н.И., Матюхин П.В., Ястребинский Р.Н., Павленко З.В., Демченко О.В. Использование кремнийсодержащих структур для получения композитов с повышенной устойчивостью к атомарному кислороду // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2015. № 12. С. 991-994.
57. Гришина А.Н., Королев Е.В. Жидкостекольные строительные материалы специального назначения. М.: МГСУ, 2015.
58. Сычев, М. М. Неорганические клеи.— 2-е изд., перераб. и доп.Л.: Химия. 1986. 152 с.
59. Фиговский О.Л., Кудрявцев П.Г. Жидкое стекло и водные растворы силикатов, как перспективная основа технологических процессов получения новых композиционных материалов // Инженерный вестник Дона. 2014. Т. 29. №2. 117 с.
60. Углова Т.К., Новоселова С.Н., Татаринцева О.С., Ильясов С.Г. Компоновка рецептур высоконапыленных полимерных композитов с заданными свойствами // Ползуновский вестник. 2010. № 4. С. 243-246.
61. Шолух Н.Е., Кудюков Ю.П., Ржецкий Е.А. Взаимодействие компонентов органосиликатного лакокрасочного материала с окрашиваемой поверхностью . 2012. Т. 2. Вып. 6 . 2012. С. 11-14.
62. Айлер Р. Химия кремнезёма. Часть 1. Пер. с англ. // М.: Мир. 1982. 416 с.
63. Айлер Р. Химия кремнезёма. Часть 2. Пер. с англ. // М.: Мир. 1982. 416 с.
64. Айтуреев М.Ж., Есимов Б.О., Естауова А.А. Исследование оптимизации физико-химических характеристик жидких стекол, используемых в композициях электродных покрытий // Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и химическая технология. 2007. Т. 50. № 7. С. 75-77.
65. Акатьева Л.В. Развитие химико-технологических основ процессов переработки сырья для получения силикатов кальция и композиционных материалов Москва. 2014. 328 с.

66. Артамонова А.В. Вяжущие вещества на основе шлаков электросталеплавильного производства // Строительные материалы. 2011. № 5. С. 11-13.
67. Бабушкин В.И. Матвеев Г.М., Мчедлов-Петросян О.П. Термодинамика силикатов // М.: Стройиздат. 1986. 286 с.
68. Борсук П.А., Лясс А.М. Жидкие самотвердеющие смеси // М.: Машиностроение. 1979. 255 с.
69. Бутт Ю.М., Сычев М.М., Тимашев В.В. Химическая технология вяжущих материалов // М.: Высшая школа, 1980. 472 с.
70. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ // М.: Высшая школа. 1981. 335 с.
71. Григорьев П.Н., Матвеев М.А. Растворимое стекло (получение, свойства и применение) М.: Госуд. изд-во лит-ры. по строит. материалам, 1956. 443 с.
72. Лотов В.А., Хабибулин Ш.А. Механизм твердения модифицированного жидкостекольного вяжущего и композиционные материалы на его основе // Химия и химическая технология. Известия ВУЗов. 2015. Т. 58. № 2. С. 46 – 50.
73. Гришина А.Н., Королев Е.В. Плотность и пористость наполненных жидкостекольных композитов, отвержденных хлоридом бария // Вестник Томского государственного архитектурно-строительного университета. 2013. № 4 (41). С. 218-225.
74. Гришина А.Н., Королев Е.В. Прочность жидкостекольных композитов, отвержденных ферроборовым шлаком // Строительные материалы. 2012. № 6. С. 66 – 68.
75. Гришина А.Н., Королев Е.В. Структурообразование и свойства композиции «жидкое стекло-хлорид бария» для изготовления радиационно-защитных строительных материалов // Научный вестник

Воронежского государственного архитектурно-строительного университета. Строительство и архитектура. 2009. № 4. С. 70 –77.

76. Сатюков, А.Н. Наномодифицированное композиционное вяжущее для специальных строительных растворов [Текст]: автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук (05.23.05) // ФГОУ ВПО «Московский государственный строительный университет». Пенза. 2015. 24 с.
77. ГОСТ РВ 20.57.416-98 Комплексная система контроля качества. Изделия электронной техники, квантовой электроники и электротехнические военного назначения. Методы испытаний // гос. воен. Стандарт. М. : Стандартинформ. 2015.148 с.
78. Скорина Т.В. Структурообразование в композициях на основе растворимых силикатов щелочных металлов [Текст]: автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук (05.17.11). 2010. 149 с.
79. Лисовский В.В. О влиянии некоторых технологических параметров приготовления жидкостекольных целлюлозосодержащих композиций на водостойкость // Пластические массы. 1997. № 4. С. 23 – 25.
80. ОСТ 92-1000-90. Покрытия терморегулирующие силикатные. Технические требования. 24 с.
81. ОСТ 92-1001-90. Покрытия силикатные терморегулирующие. Типовые технологические процессы нанесения. 38 с.
82. ГОСТ 14759-69 Клеи. Метод определения прочности при сдвиге // М.: ИПК Издательство стандартов. Москва. 14 с.
83. Эфрос А.Л. Физика и геометрия беспорядка. М.: Наука. 1982. 176 с.
84. Яновский Ю.Г., Козлов Г.В., Карнет Ю.Н. Фрактальное описание значимых наноэффектов в среде полимерных композитов с наноразмерными наполнителями. Агрегация, межфазные взаимодействия, усиление // Физическая мезомеханика. Т.15. № 6. 2012. С. 21–34.
85. Яновский Ю.Г., Козлов Г.В., Карнет Ю.Н. Фрактальное описание механизма усиления дисперсно-наполненных полимерных композитов //

- Механика композиционных материалов и конструкций. 2011. Т. 17. № 2. С. 203–208.
86. Козлов Г.В., Яновский Ю.Г., Микитаев А.К. Самоподобие и интервал масштабов измерения для каркаса частиц наполнителя в полимерных композитах // Механика композитных материалов. 1998. Т. 34. № 4. С. 539–544.
87. Avnir D., Farin D., Pfeifer P. Surface geometric irregularity of particulate materials: the fractal approach // J. Colloid Interface Sci. 1985. Vol. 103. No. 1. P. 112–123.
88. Ishikawa K. Fractals in dimple patterns of ductile fracture // J. Mater. Sci. Lett. 1990. Vol. 9. No. 4. P. 400–402.
89. Иванова В.С., Баланкин А.С., Бунин И.Ж., Оксогоев А.А. Синергетика и фракталы в материаловедении. М.: Наука. 1994. 383 с.
90. Товбин, Ю.К. Молекулярная теория адсорбции в пористых телах. М.: ФИЗМАТЛИТ. 2013. 624 с.
91. Померанцев А.С., Померанцева Е.А. Измерение площади поверхности и пористости методом капиллярной конденсации азота // Методическая разработка. М.: Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова. 2006. 55 с.
92. Клячко Ю.А. Руководство по аналитической химии // М.: Мир. 1975. 464 с.
93. Вишняков, Л.Р. Композиционные материалы. Справочник / Л.Р. Вишняков, Т.В. Грудина, В.Х. Кадыров. Киев: Наукова думка. 1985. 592 с.
94. Киселева О.А. Полиструктурная теория прочности композиционных материалов // Методические указания. Тамбов: Изд-во ТГТУ. 2013. 22 с.
95. Сумм Б.Д., Горюнов Ю.В. Физико-химические основы смачивания и растекания. М.: Химия. 1976. 232 с.

96. Богданова Ю.Г. Адгезия и ее роль в обеспечении прочности полимерных композитов // Учебное пособие для студентов по специальности «Композиционные наноматериалы» М.: Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова. 2010. 68 с.
97. Коршунов А.В. Особенности дисперсного состава и морфологии частиц электровзрывных порошков металлов // Известия Томского политехнического университета. 2012. Т. 320, № 3. С. 9 – 16.
98. Nilam S., Singh N.L., Desai C.F., Singh K.P. Microhardness and radiation damage studies of proton irradiated Kapton films // Radiation Measurements, 2003, Vol. 36, P. 699–702.
99. Shah N., Singh D., Shah S., Qureshi A., Singh N. L., Singh K. P. Study of microhardness and electrical properties of proton irradiated polyethersulfone (PES) // Bulletin of Materials Science. 2007. Vol. 30. P. 477–480.
100. Golovin Y. I., Dmitrievskii A. A., Suchkova N. Y., Badylevich M. V. Multistage radiation-stimulated changes in the microhardness of silicon single crystals exposed to low-intensity  $\beta$  irradiation // Physics of the Solid State. 2005. Vol. 47. P. 1278–1281.
101. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Издательство стандартов, 1977. 20 с.
102. Демин В.М., Крамер-Агеев Е.А., Камнев В.А. Испытания защитных свойств опытных образцов защитных корпусов из сплавов АМц и АСВ-РЗ: пояснительная записка // М.: НИЯУ МИФИ. 2015. 110 с.
103. Гусев Н.Г., Машкович В.П., Суворов А.П. Защита от ионизирующих излучений. Том 1. Физические основы защиты от излучений // М.: «Атомиздат». 1980. 461 с.

## **ПРИЛОЖЕНИЯ**



Диплом XX Московского международного Салона изобретений и  
инновационных технологий «Архимед-2017»

XX Московский международный  
Салон изобретений и инновационных технологий



«АРХИМЕД-2017»

ДИПЛОМ

Решением Международного Жюри  
награждается

**ЗОЛОТОЙ МЕДАЛЬЮ**

Акционерное общество «Российская корпорация ракетно-  
космического приборостроения и информационных систем»  
(АО «Российские космические системы»)

за разработку «Радиационно-защитное покрытие  
радиоэлектронной аппаратуры»

(Вилков Федор Евгеньевич, Владимиров Борис Викторович,  
Агафонов Роман Юрьевич, Попкова Ольга Геннадьевна,  
Бочаров Евгений Николаевич, Толмачев Виталий Иванович)

Председатель  
Международного Жюри,  
лётчик-космонавт РФ,  
член-корреспондент РАН

Ю.М. Батурин

Президент Салона

Д.И. Зезюлин

Руководитель  
Федеральной службы  
по интеллектуальной  
собственности

Г.П. Ивлиев

Россия, Москва, 16.05 – 19.05.2017 г.



## Акт об использовании результатов диссертационной работы

**АКТ**  
**об использовании результатов диссертационной работы**  
**Вилкова Федора Евгеньевича**  
**«Разработка и исследование радиационно-защитного материала**  
**радиоэлектронной аппаратуры космических аппаратов»**

Настоящим актом подтверждается, что в период с декабря 2012 по ноябрь 2015 при выполнении государственного контракта от 19.05.2012 № 756-Т999/12 (шифр: ОКР «Устройство») для обеспечения радиационной стойкости опытных образцов защитных корпусов изделий ракетно-космической техники, использовались результаты исследований, представленные в диссертационной работе Вилкова Ф.Е. (пояснительная записка к этапу 7 направления 1 ОКР: «Испытания защитных свойств опытных образцов защитных корпусов из сплавов АМц и АСВ-РЗ»).

Руководитель темы,  
 Главный технолог АО «НИИ ТП»



В.Д. Ходжаев

Подпись В.Д. Ходжаева заверяю  
 Ученый секретарь АО «НИИ ТП»

*А.П. Сычев*

А.П. Сычев

*Сычев*