

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»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Лозован Александр Александрович

Москва – 2018

Работа выполнена на кафедре «Технологии и системы автоматизированного проектирования металлургических процессов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Лозован Александр Александрович

Официальные оппоненты: **Калита Василий Иванович**
доктор технических наук, федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН», заведующий лабораторией

Хрущов Михаил Михайлович
кандидат физико-математических наук, федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН», ведущий научный сотрудник

Ведущая организация: Акционерное общество «Научно-производственное предприятие «Полигон МТ»

Защита диссертации состоится 27 декабря 2018 года в 11⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» по адресу: г. Москва, ул. Оршанская, 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте skvorcovasv@mat.i.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИУ МАИ и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/a95/dissertatsiya-Vilkov-FE-ot-9_10_18.pdf.

Автореферат разослан «__» _____ 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета

Скворцова С.В.

Общая характеристика работы.

Актуальность темы. Среди многочисленных факторов, влияющих на функционирование бортовой радиоэлектронной аппаратуры космических аппаратов, особое значение имеет дестабилизирующее воздействие ионизирующего излучения космического пространства. Поэтому, в настоящее время одной из наиболее актуальных проблем является необходимость защиты элементной базы от данного воздействия. Решение данной проблемы позволяет рассчитывать на увеличение функциональных возможностей радиоэлектронной аппаратуры, повышение ее надежности и срока активного существования до 15 лет и более, что является критической характеристикой современной космической техники.

Для повышения эффективности радиационной защиты радиоэлектронной аппаратуры целесообразно дополнительно защитить наиболее критичные к ионизирующим излучениям элементы локальными радиационно-защитными экранами, при сохранении, или не существенном изменении, массогабаритных характеристик конструкции. Стратегическим направлением в разработке перспективных методов ослабления космического излучения является применение композиционных радиационно-защитных материалов с высокими экранирующими и эксплуатационными характеристиками. Один из эффективных методов локальной радиационной защиты состоит в использовании специальных компаундов, в которых в настоящее время в качестве связующих в основном используются полимеры, наносимых непосредственно на защищаемые поверхности, предназначенных только для этого изделия. Однако, применение высокомолекулярных соединений в качестве связующих в защитных покрытиях аппаратуры, эксплуатируемой на низких околоземных орбитах неоправданно, ввиду высокой эрозии данных соединений при воздействии атомарного кислорода.

В этой связи исследование и разработка композиционных радиационно-защитных материалов с высокими экранирующими и эксплуатационными характеристиками с использованием неорганического связующего представляется весьма **актуальными**.

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

Для достижения поставленной цели в работе решаются следующие основные задачи:

1. Определить управляющие факторы, влияющие на длительную эксплуатацию материала космического применения.
2. Осуществить подбор компонентов для радиационно-защитного композита.
3. Исследовать влияние выбранных компонентов на структуру и фазовый состав разрабатываемого композита.
4. Исследовать физико-химические характеристики радиационно-защитного композита.
5. Исследовать радиационную стойкость композита при высоких значениях поглощенной дозы.
6. Провести испытания радиационно-защитных свойств композита.

Научная новизна.

1. Исследовано влияние объемной степени наполнения φ 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 φ , 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 % Na_2SiF_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 полученных результатов обеспечивается необходимым объемом экспериментальных исследований с применением современных методов анализа и

испытаний материалов, опытным внедрением в производство, а также публикациями в рецензируемых журналах.

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.; 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.

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. Содержание диссертации отражено в 10 публикациях, в том числе 3 статьи из списка ВАК, 1 патент. Список публикаций приведен в конце автореферата.

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.

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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность поставленной задачи.

В первой главе проведен анализ литературных данных о существующих радиационно-защитных материалах, определены их основные преимущества и недостатки. Проведен обзор основных дестабилизирующих факторов, отрицательно влияющих на материалы и конструкции космических аппаратов.

Проводилась аналитическая оценка влияния структуры и элементного состава покрытия на его защитные характеристики, составлены основные закономерности формирования микроструктуры разрабатываемого композиционного покрытия. Показано, что с точки зрения радиационной защиты, наиболее предпочтительна многослойная структура защитного материала, в которой при совокупности слоев с разным эффективным атомным номером, проявляется анизотропия свойств, связанных с ослаблением потока ионизирующих излучений в нормальном направлении по отношению к плоскости слоев. Показано, что рассеяние рентгеновского излучения при малых углах для поликристаллических и дисперсных материалов зависит от формы и размеров слагающих их частиц.

В результате анализа литературных данных установлено, что применение в составе композита соединений кремния более целесообразно ввиду высокой стойкости таких соединения к воздействию атомарного кислорода.

Таким образом, на основании анализа литературных источников, экономической целесообразности и технологичности синтеза радиационно-защитного материала покрытия на производстве были определены цель и задачи исследования.

Во второй главе представлены характеристики используемых в исследовательской работе материалов, приведены методики исследования, а также описаны использованные для их осуществления приборы и оборудование. Определение удельной поверхности материалов по методу БЭТ реализовано в автоматическом режиме на газоадсорбционном анализаторе TriStar 3020. Спектральный анализ порошка вольфрама выполнялся на лазерном спектрометре «СПЕКС ЛАЕС МАТРИКС». Микроструктуру образцов с защитным покрытием исследовали с помощью

электронного микроскопа марки JEOL JSM 6000, оснащенного приставкой рентгенофлуоресцентного анализа JED 2300. Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера HVS-100. Исследование электрического сопротивления проводилось на тераометре E6-13A. Исследование радиационной стойкости образцов с покрытием проводилось на рентгеновской установке «Phoenix|x-rayanome|x 180». Исследования радиационно-защитных характеристик проводилось на рентгеновских аппаратах УРС-55 и РУП-150. для измерения излучения с низкой энергией (ниже 50 кэВ) использовалась бесстеночная воздушная ионизационная камера.

Осуществлен подбор связующей матрицы радиационно-защитного покрытия, в качестве которой решено использовать неорганические силикаты щелочных металлов – жидкие стекла, имеющие высокую стойкость к воздействию атомарного кислорода, являющегося основным дестабилизирующим фактором на низких околоземных орбитах. В качестве наполнителя слоев, эффективно поглощающих тормозное излучение, решено применять ультрадисперсный порошок вольфрама. В качестве наполнителя первого (внешнего) слоя, ослабляющего первичный поток налетающих частиц рекомендуется применять порошок нитрида бора, обладающего также способностью эффективно поглощать тепловые нейтроны.

Критерием оптимальности составов (слоев) разрабатываемого композита приняты наибольшие значения прочности и водостойкости. К прочности радиационно-защитного материала не предъявляются повышенные требования, однако прочность является интегральной характеристикой качества сформировавшейся структуры и оценивает плотность и прочность сформировавшихся связей в материале. Повышение плотности структуры композита путем введения оптимальной объемной доли наполнителей, дисперсно-упрочняющих структуру композита, приведет к снижению пористости и формированию композита с высокой прочностью.

Следуя соображениям по универсальности покрытия, например использования его в составе аппаратуры морского базирования, стойкость к влаге разрабатываемого покрытия является важной характеристикой.

В работе использованы следующие компоненты:

- порошок вольфрама (W), соответствующий ТУ 1791-003-36280340-2008, разработанный в ООО «Передовые порошковые технологии» (среднеарифметический размер частиц 200-500 нм, форма отдельных частиц сферическая, насыпная плотность около 15 г/см³);
- порошок нитрида бора гексагонального (hBN), соответствующий ТУ 2155-313-05808008-00 (насыпная плотность, г/см³ 0,27 - 0,37; массовая доля зерен нитрида бора, прошедших через сито с сеткой номер 01 по ГОСТ 6613-86, %, не менее 90);
- жидкое стекло ГОСТ 13078-81 с силикатным модулем 2,85 (ЖС). Плотность 1470 кг/м³;
- натрий кремнефтористый химически чистый (Na₂SiF₆) ТУ 6-09-1461-85.

В третьей главе представлены результаты исследования физико-механических характеристик исследуемых покрытий, показаны результаты исследований характеристик применяемых материалов, исследовано влияние рентгеновского излучения на микротвердость и микроструктуру покрытий.

Проблема получения плотной структуры радиационно-защитного композита особенно важна, так как структура, имеющая более плотную упаковку имеет повышенные показатели радиационной защиты. При этом, помимо высоких защитных характеристик, такая структура имеет более высокие показатели механической прочности, нежели менее плотные среды. Прочность композита, наполненного дисперсными частицами, напрямую зависит от объемной доли φ наполнителей и, согласно П.А. Ребиндеру, характеризуется плотностью сформировавшихся связей N «матрица-наполнитель». Чем плотнее упаковка частиц, тем больше число контактов на единицу объема, следовательно выше прочность такой системы.

Известно, что поверхность дисперсных частиц наполнителей, с которой взаимодействует связующее, является фрактальным объектом, а поверхность частиц наполнителей выражается через фрактальную размерность d_u .

Плотность связей N «матрица-наполнитель» в композите можно количественно выразить через их число N_u , величину, находящуюся в зависимости от фрактальной размерности d_u и размера частиц наполнителей: $N_u \sim r_{\text{ч}}^{d_u}$.

По причине отсутствия данных по размерам частиц и величины удельной поверхности $S_{y\delta}$ применяемых порошков W и hBN, был проведен БЭТ-анализ при помощи газоадсорбционного анализатора TriStar 3020.

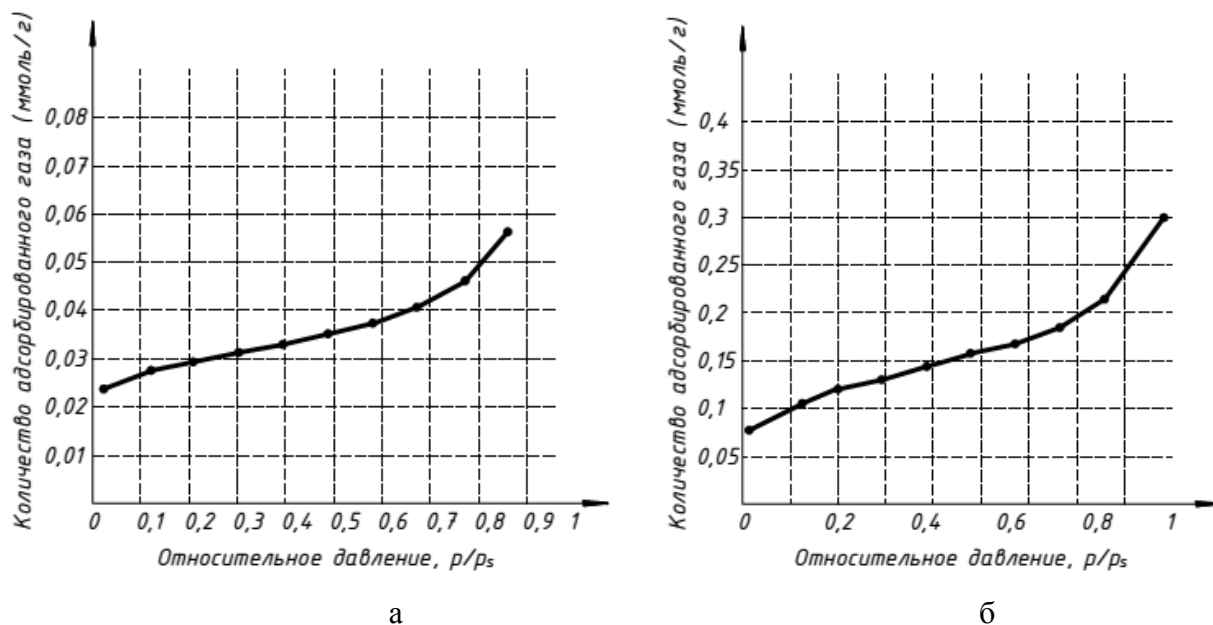


Рисунок 1. Изотермы низкотемпературной сорбции паров азота:

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

Как видно из рисунка 1 изотермы адсорбции исследуемых порошков относятся ко II типу изотерм, соответствующему непористым твердым телам или макропористым адсорбентам.

Исследовав порошки методом БЭТ получали:

$$S_{y\delta}(W)=1,44 \text{ м}^2/\text{г}; S_{y\delta}(\text{hBN}) = 6,77 \text{ м}^2/\text{г} .$$

Далее, находили значения фрактальной размерности:

$$d_u(W)= 2,12; d_u(\text{hBN}) = 1,21.$$

Далее, определяли числа мест контакта N_u для порошков:

$$N_u(W)\sim 581,5; N_u(\text{hBN})\sim 106,2.$$

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 10×10×10 мм, с составами, представленными в таблице 1.

Для удобства дозировки при синтезе, количество наполнителя бралось в массовых частях от массы ЖС. Коэффициент пересчета вычислялся из прямой зависимости «плотность i-образца - насыпная плотность наполнителя».

Т Таблица 1. Состав образцов

	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

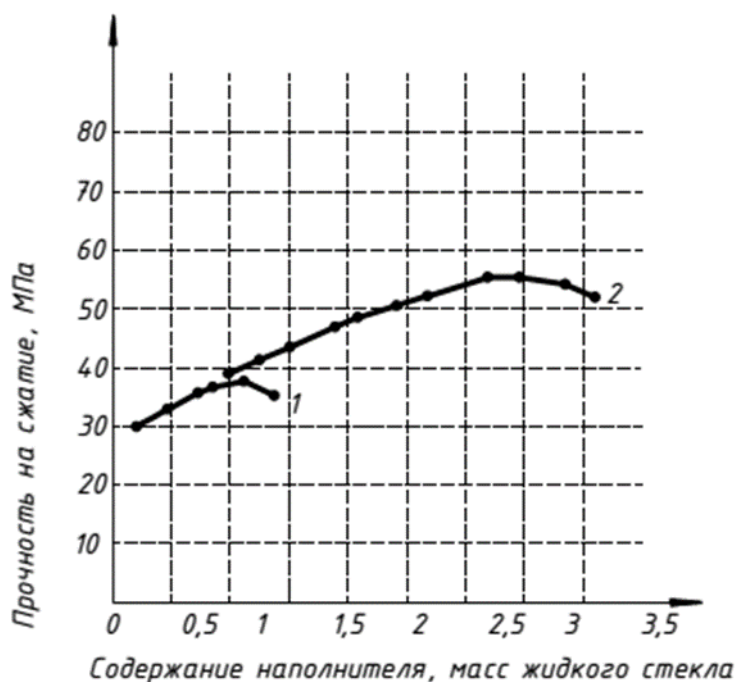


Рисунок 2. Зависимость предела прочности при сжатии образцов из жидкого стекла при различном содержании наполнителей, где: 1- нитрид бора, 2 – порошок вольфрама

Зависимость показывает (рис. 2), что наибольшие значения прочности лежат в пределах объемной степени наполнения φ :

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

Результаты исследований показывают, что с увеличением объемной доли наполнения наблюдался рост прочности композита (рис. 2). Снижение прочности при дальнейшем увеличении количества наполнителя связано с нехваткой связующего, недостаточное количество которого не позволяет связать все частицы наполнителя. Кроме того, учитывая форму частиц порошков hBN и W, установили, что более высокая, в сравнении с наполнителем hBN, величина максимальной объемной доли (φ) наполнителя

W определяется сферической формой наполняющих его частиц.

Таким образом, принимая во внимание, как высокую прочность, так и высокую степень наполнения материала, что особенно важно с точки зрения радиационной защиты, установили оптимальное соотношение наполнения слоев композита (для удобства дозировки, количество наполнителя бралось в зависимости от массы жидкого стекла): 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.

Исследование проводили путем помещения образцов исследуемых составов покрытия в чашу с водопроводной водой, температура воды составляла $22\pm 2^\circ\text{C}$. 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 Na_2SiF_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. 2).

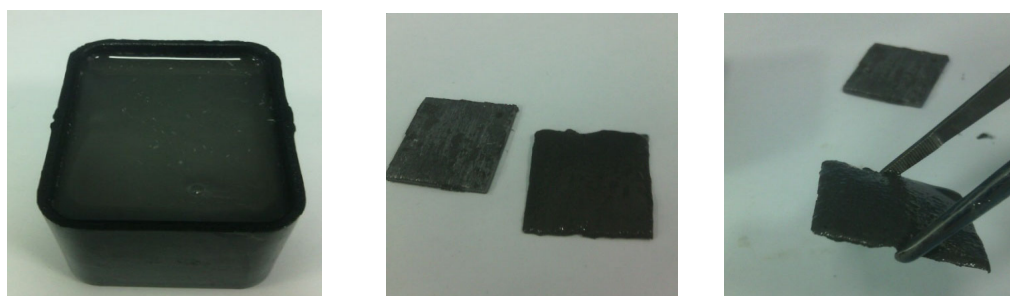


Рисунок 2. Образцы после испытаний на водостойкость с 0-5% содержанием Na_2SiF_6

Образцы составов W и hBN с содержанием Na_2SiF_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.

Таким образом, путем эмпирической оценки установили оптимальную дозировку отвердителя Na_2SiF_6 , при которой достигается максимальная водостойкость композита. Она составила 10-15 % от массы жидкого стекла.

Композиции с наполнителями: порошка вольфрама и нитрида бора рассмотрены

на предмет микроструктуры. На электронных микроснимках покрытий (Рис. 3, 4) 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, а для состава с нитридом бора – хлопьеобразные включения, с размером частиц 0,7–5 мкм. Далее установили химический состав в произвольных точках образцов, при помощи приставки рентгенофлуоресцентного анализа.

Таблица 2. Элементный состав точки 003

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

Таблица 3. Элементный состав в точке 007

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

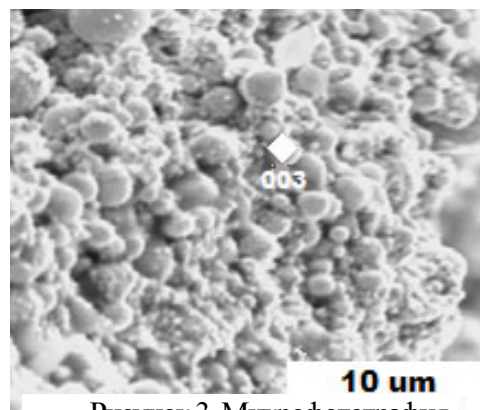


Рисунок 3. Микрофотография — поперечного скола образца с порошком W

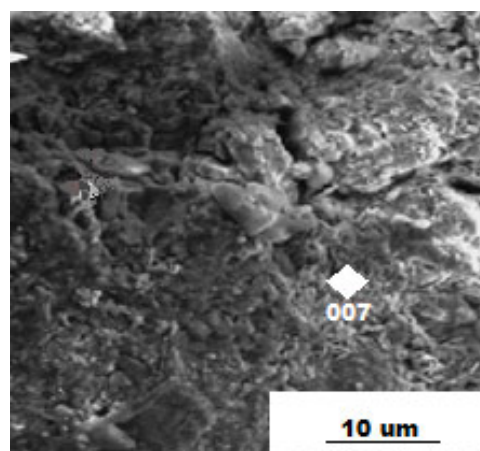
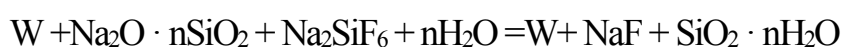


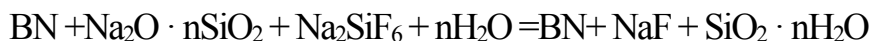
Рисунок 4. Микрофотография поперечного скола образца с порошком hBN

По данным рентгеноструктурного анализа (рис. 5), слой с вольфрамом содержит 3 фазы кристаллического строения: α -W, β -W и W_3O . При проведенных ранее исследованиях установлено, что образование фазы β -W является особенностью для порошка W, полученного методом электрического взрыва. Состав композита 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, Na_2SiF_6 , порошка W имеет вид:



На дифрактограммах (рис. 6) 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 Na_2SiF_6 с молекулами H_2O может свидетельствовать о том, что дифракционные пики кристаллов W или hBN перекрывают менее интенсивные пики NaF.

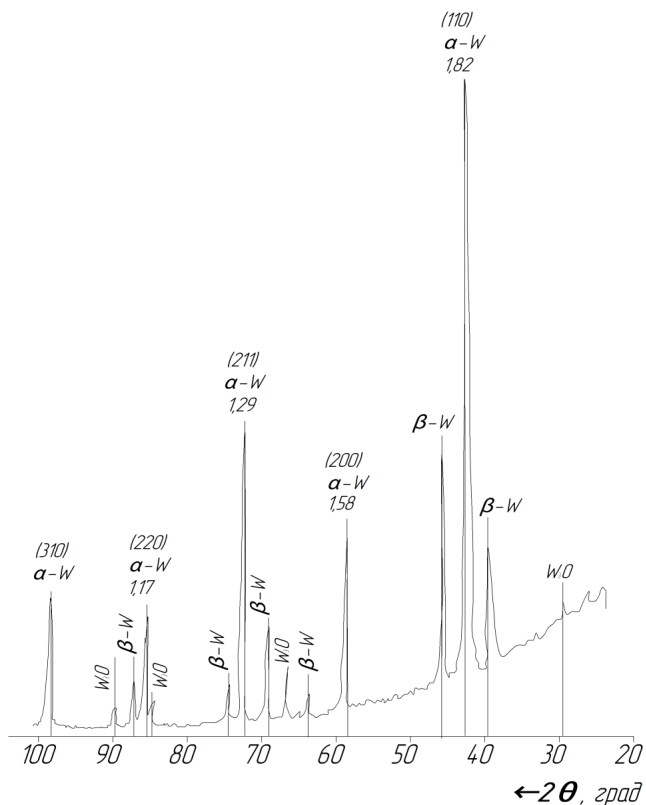


Рисунок 5. Рентгенограмма образца
ЖС+ W + Na_2SiF_6

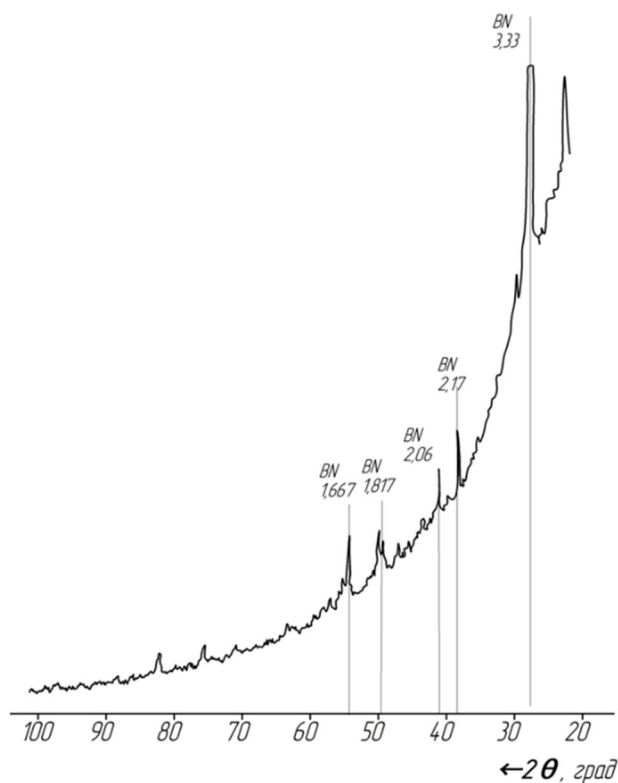


Рисунок 6. Рентгенограмма образца
ЖС+ BN + Na_2SiF_6

Отсутствие дифракционных пиков кристаллитов NaF, образующихся при взаимодействии отвердителя Na_2SiF_6 с молекулами H_2O может свидетельствовать о том, что дифракционные пики кристаллов W или hBN перекрывают менее интенсивные пики NaF.

Для исследования радиационной стойкости разрабатываемого покрытия проводилось испытание облучением рентгеновским излучением сплошного спектра образцов 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. Так же, исследовалась микроструктура поперечного скола облучаемого композита до и после облучения.

Как показало исследование, величина микротвердости HV повышалась на 10% одновременно с повышением поглощенной дозы. Полученный результат можно объяснить тем, что эффект приповерхностного радиационно-индуцированного упрочнения, зависящий от поглощенной дозы, может происходить вследствие радиационной полимеризации жидкостеклянного 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. Известно, что рост дефектов в композите может возникать в том случае, если может выделяться 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 заполнения композита металлическим наполнителем W (75 % от массы жидкого стекла), обладающего высоким коэффициентом теплопроводности (теплопроводность вольфрама равна 173 Вт/(м·К)).

В четвертой главе представлены исследования радиационно-защитных свойств разрабатываемого композита.

В рамках исследовательской работы*, в НИЯУ МИФИ, проводилось исследование ослабления рентгеновского излучения с энергией до 150 кэВ опытными образцами из алюминиевых сплавов, с нанесенным на внешнюю поверхность разрабатываемым

* этап 7 направления 1 ОКР «Испытания защитных свойств опытных образцов защитных корпусов из сплавов АМц и АСВ-РЗ» АО «НИИ ТП»

покрытием. Согласно цели испытаний, требуемая кратность ослабления принималась равной 2,5-2,85. Опытный образец (корпус) представлял собой параллелепипед размером 60×60×50 мм. Верхнее основание имеет размеры 60×60 мм, боковые стороны 60×50 мм, нижнее основание отсутствует (рис. 9а). На внешнюю поверхность образца было нанесено покрытие толщиной 1,7 мм (рис. 9б).

Указанная толщина бралась из соображений обеспечения общей массовой толщины защиты равной около 1,0 г/см³, в котором 2 мм алюминиевого сплава составляли 0,54 г/мм³ массовой толщины и 1,5 мм исследуемого покрытия, с массовой толщиной 0,45-0,5 г/мм³. Толщины слоев составляли: внешний слой с hBN 0,6 мм; средний слой с W 0,3 мм; нижний слой с hBN 0,6 мм.

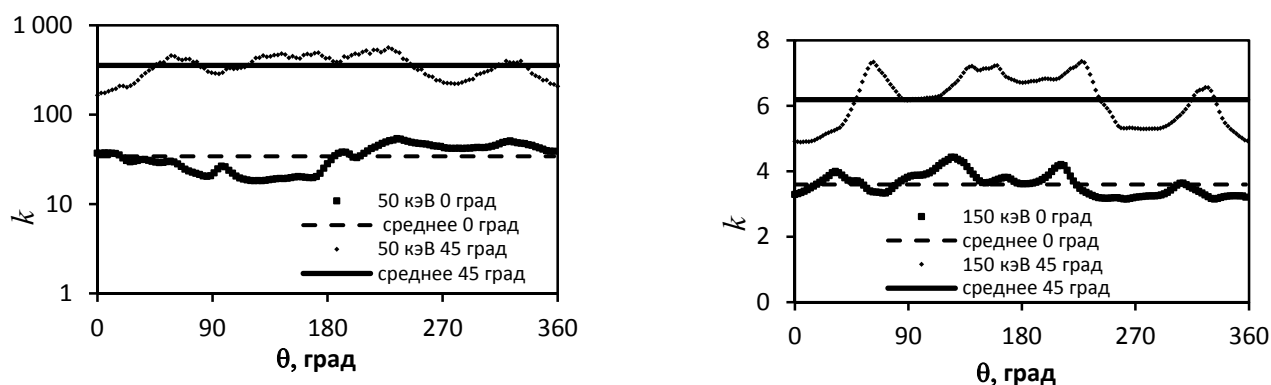


Рисунок 7. Зависимости кратностей ослабления от угла поворота для образца с покрытием

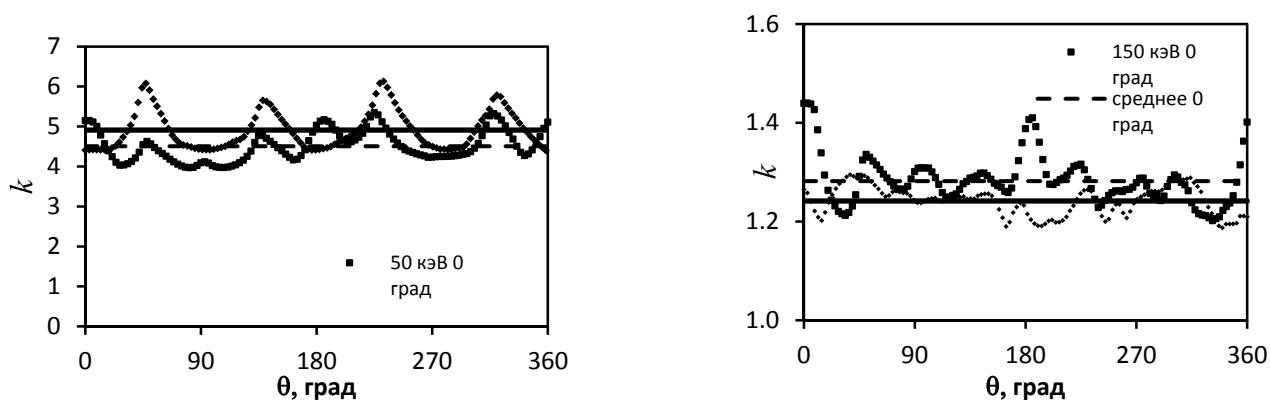


Рисунок 8. Зависимости кратностей ослабления от угла поворота для корпуса из алюминиевого сплава

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.

Далее были 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. Даны оценки кратности ослабления моноэнергетических фотонов.

Для сравнения защитных характеристик разрабатываемого защитного композита проводились сравнительные испытания защитных свойств свинцовых пластин различных толщин 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 г/мм³, 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 6.

Таблица 4. Значения кратности ослабления 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 образца с разрабатываемым покрытием (рис. 7), 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 5.

Таблица 5. 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 таблицы 5 с экспериментальными данными образца с разрабатываемым покрытием, 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.

На основании проведенных экспериментов установлено, что нанесение на опытные образцы исследуемого покрытия толщиной около 1,5 мм существенно увеличивает кратность ослабления, что особенно важно для участка спектра с наибольшими энергиями. Для таких изделий высокая кратность ослабления достигается как для нефильтрованного, так и для фильтрованного рентгеновского излучения.

ВЫВОДЫ

По результатам диссертационной работы сделаны следующие выводы:

1. Разработан новый композиционный материал, обладающий комплексом улучшенных физико-химических свойств, на основе модифицированного силиката натрия и отвердителя Na_2SiF_6 , а также наполнителей: вольфрама и нитрида бора.

2. Эффективность радиационно-защитного композита 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 - Na_2SiF_6 , с целью эффективного обратного рассеяния первичного излучения, а в слоях с эффективным поглощением вторичного излучения состав: вольфрам – жидкое стекло - Na_2SiF_6 .

3. При введении полидисперсного 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 Na_2SiF_6 с молекулами H_2O 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 также экологической

безопасности может положительно сказаться на потенциальной привлекательности для применения.

6. Максимальная водостойкость покрытия наблюдалась 10-15% дозировке (от массы жидкого стекла) кремнефтористым натрием Na_2SiF_6 , что демонстрирует возможность использования покрытия во влажных условиях, например в составе аппаратуры морского базирования.

7. 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.

Основное содержание диссертации изложено в работах:

Статьи из перечня ВАК

1. Лозован А.А., Вилков Ф.Е. Исследование влияния рентгеновского излучения на структуру и микротвердость композита, наполненного порошком вольфрама. Журнал «Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия». 2018. № 3. С. 87–92.

2. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Касицын А.Н., Щекотурова О.Е., Соловьев М.К. Исследование радиационно-защитных свойств высоконаполненного жидкостекольного материала. Журнал «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования». 2017. № 9. С. 5–10.

Vilkov F.E., Lozovan A.A., Bazhanov A.V., Kasitsyn A.N., Schekoturova O.E., Solovev M.K. Research of Radiation-Protective Properties Liquid Glass Highly Filled Material // Poverhnost'. Rentgenovskie, sinhrotronnye i nejtronnye issledovaniya (Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques). 2017. Vol. 9. P. 5-10.

3. Вилков Ф.Е., Агафонов Р.Ю., Касицын А.Н., Предко П.Ю., Марченков А.Ю. Применение в ракетно-космической технике сплавов на основе алюминия с добавками редкоземельных металлов. Журнал «Вестник МАИ». 2016. Т.23. № 4. С. 174-180.

Патенты

4. Патент 2605608 Российская Федерация. Радиационно-защитное покрытие радиоэлектронной аппаратуры. Ф.Е. Вилков, Б.В. Владимиров и др. Бюл. 2016. № 36.

Материалы конференций

5. Вилков Ф.Е., Владимиров Б.В. Многослойные покрытия для локальной радиационной защиты радиоэлектронной аппаратуры. Сборник трудов VII Всероссийской научно-технической конференции «Актуальные проблемы ракетно-космического приборостроения и информационных технологии». М.: АО «РКС». 2015. С. 544-549.

6. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Касицын А.Н. Локальная радиационная защита радиоэлектронной аппаратуры. Избранные труды XIV Международной научно-технической конференции «Управление качеством». М.: Пробел-2000. 2015. С. 127-130.

7. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Владимиров Б.В. Применение многослойных покрытий для радиационной защиты космических аппаратов // Тезисы докладов 12 Международной конференции «Пленки и покрытия - 2015». Санкт-Петербург. 2015.

8. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Данилин В.В. Покрытие с содержанием вольфрама для комплексной защиты радиоэлектронной аппаратуры. 13 Всероссийская с международным участием научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия». М.: МАТИ. 2014. С. 173-178.

9. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Данилин В.В. Принципы создания радиационно-защитного материала космического применения. 12 Всероссийская с международным участием научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия». М.: МАТИ. 2013. Т.2. С. 119-126.

10. Вилков Ф.Е., Лозован А.А., Данилин В.В. Применение алюминиевых сплавов с добавками редкоземельных элементов с целью дополнительной защиты электронной компонентной базы от воздействия ионизирующих излучений космического пространства. 12 Всероссийская с международным участием научно-техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия» М.: МАТИ. 2013. Т.2. С. 126-130.