

УДК 53.083.94/.087

DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2025.1.04>

Оригинальная статья / Original paper

Борсодержащие радиаторные покрытия ионизационных камер датчиков регистрации нейтронного потока

П.Б. Басков, Б.С. Саламаха, Я.В. Глазюк, А.А. Намакшина, С.А. Бондаренко, И.М. Мушин, А.С. Худин

АО «НИКИЭТ»,

107140, г. Москва, пл. Академика Доллежалея, д.1, к. 3

Реферат. Предлагаемое решение получения новых борсодержащих радиаторных материалов ионизационных камер основывается на технологии химико-структурной модификации поверхности с применением термостойких оксидных материалов (оксиды кремния и бора). Представлены результаты разработки нейтронно-чувствительного радиаторного материала, основу которого составляет оксидное микроразмерное композитное покрытие, состоящее из промежуточного адгезионного слоя диоксида кремния (SiO_2) и функционального слоя борного ангидрида (B_2O_3). Технологическим базисом являются последовательные процессы термодеструкции полиорганосилоксана марки ПЭС-5 и пиролитического разложения борной кислоты. Исследования методами инфракрасной и волоконно-оптической интерферометрической спектроскопии показали, что при формировании слоя диоксида кремния образуется аморфный силикат линейно-цепочечной структуры с развитой поверхностью, что способствует последующему формированию функционального слоя борного ангидрида. Методом альфа-спектрометрии проведены измерения удельной нейтронной чувствительности борсодержащих радиаторных покрытий. Установлено, что при поверхностной плотности борного ангидрида $2,5 \text{ мг/см}^2$ значение удельной нейтронной чувствительности составляет порядка $3 \cdot 10^{-18} \text{ Кл/нейтрон}$. Показано, что радиаторное покрытие при термоциклических испытаниях (четыре цикла при 600°C), воздействии высокочастотных (200 Гц) и низкочастотных (6–35 Гц) вибрационных нагрузок сохраняет свою целостность и ядерно-физические свойства.

Ключевые слова: нейтронно-чувствительные материалы, ионизационная камера, борные радиаторные покрытия, термодеструкция.

Для цитирования: Басков П.Б., Саламаха Б.С., Глазюк Я.В., Намакшина А.А., Бондаренко С.А., Мушин И.М., Худин А.С. Борсодержащие радиаторные покрытия ионизационных камер датчиков регистрации нейтронного потока. *Известия вузов. Ядерная энергетика*. 2025;1:51–64. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2025.1.04>

Введение

В современных системах управления и защиты эксплуатируемых реакторов для нейтронной диагностики используются ионизационные камеры (ИК) с радиаторными покрытиями на основе аморфного бора. Максимальная температура эксплуатации таких ИК составляет 400°C [1]. Рабочий газ в ИК – как правило, аргон. В настоящее время проектируются ядерные установки, в активной зоне которых температура эксплуатации достигается порядка 600°C, при этом вибрационные нагрузки составляют до 200 Гц [2]. Разработка новых термостойких борсодержащих радиаторных материалов ИК, отвечающих современным эксплуатационным требованиям, является актуальной задачей.

Предлагаемое решение получения новых борсодержащих радиаторных материалов ИК основывается на технологии химико-структурной модификации поверхности [3 – 5] с применением термостойких оксидных материалов (оксиды кремния и бора). Радиаторный материал представляет собой композитное оксидное покрытие, состоящее из двух слоев – адгезионного слоя диоксида кремния и функционального нейтронно-чувствительного слоя борного ангидрида. Количество наносимого борного ангидрида определяется исходя из длины пробега продуктов ядерной реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$, которая протекает с вероятностью 93% для тепловых нейтронов [6].

Оценка геометрических параметров радиаторного покрытия проводилась по формуле Брэгга-Вульфа [7]

$$\frac{R_1}{R_0} = \frac{\rho_0 \sqrt{A_1}}{\rho_1 \sqrt{A_0}}, \quad (1)$$

где R_0 – пробег α -частицы/лития в воздухе; R_1 – пробег α -частицы/лития в среде; ρ_0 – плотность воздуха; ρ_1 – плотность среды; A_0 – молярная масса воздуха; A_1 – молярная масса среды.

Образующиеся в результате реакции ($^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$) α -частица и литий имеют длину пробега в среде борного ангидрида 10,0 и 0,8 мкм соответственно. На основании проведенных расчетов для обеспечения высокой нейтронной чувствительности радиатора необходимо сформировать слой борного ангидрида с поверхностной плотностью не менее 1,5 мг/см².

Переход к высокотемпературным составам композитного радиаторного покрытия на основе оксидов кремния и бора обусловлен не только термостойкостью, но и фактором аморфности структуры, так как у аморфных и гетерогенных материалов более высокая стойкость к ионизирующему излучению из-за аннигиляции радиационно-индуцированных дефектов [8, 9].

Исследование формирования промежуточного адгезионного слоя диоксида кремния

Основа технологического процесса формирования промежуточного слоя диоксида кремния – термодеструкция полиорганосилоксана марки ПЭС-5. Исследование процессов термодеструкции осуществлялось бесконтактным неразрушающим методом

«on-line»-определения оптической толщины слоев с использованием специально разработанного стенда волоконно-оптической спектрофотометрии [10]. В качестве подложек для нанесения покрытий использовали пластины (сталь 12X18H10T), поверхность которых была подвергнута механической полировке (параметры $Ra = 0,45$ мкм, $Rz = 3,23$ мкм). Структура полимера ПЭС-5 представляет собой термически прочную кремнекислородную линейную цепь $(Si-O-Si)_n$, соединенную с органическими этильными радикалами [11]. Линейно-цепочечная силоксановая структура наследуется при нагреве в процессе термообработки. В результате образуется покрытие с высокими адгезионными свойствами. Динамика изменения оптической толщины слоя ПЭС-5 при термодеструкции с образованием SiO_2 (рис. 1) изучена по изменению интерферограмм в спектральной области 400 – 1000 нм (рис. 2).

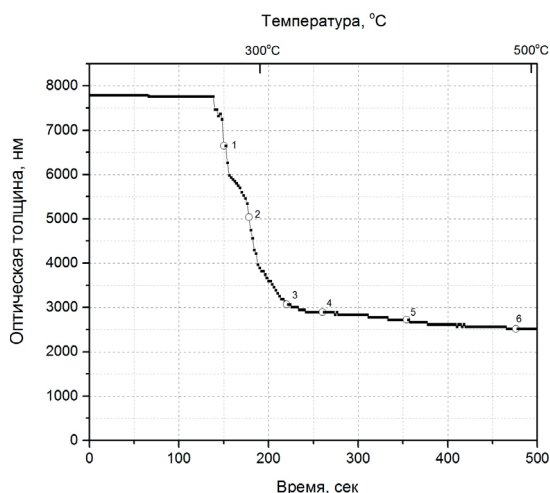


Рис. 1. Динамика изменения оптической толщины при термодеструкционном синтезе покрытия диоксида кремния

На начальной стадии нагрева с полимером ПЭС-5 не происходит изменений, оптическая толщина остается постоянной (7785 нм). При достижении температуры порядка 217°C начинается этап термодеструкции, характеризующийся резким падением значения оптической толщины. При достижении температуры 300°C происходит значительное удаление органической компоненты, формируется твердое покрытие. При дальнейшем повышении температуры до 500°C наблюдается изменение значения оптической толщины по гиперболической зависимости до величины 2235 нм, что обусловлено консолидацией кремнекислородного каркаса.

Оптическая толщина покрытия в конце процесса еще далека от достижения теоретического значения для стекловидного аморфного кремнезема (1425 нм) и тем более кристаллического кварца (1240 нм). Это, вероятно, обусловлено наличием вакантных «областей свободного объема», которые пронизывают всю структуру оксидной композиции. Гравиметрические измерения показали, что масса сформировавшегося слоя эквивалентна массе диоксида кремния, входящего в состав ПЭС-5.

Сформировавшееся при «быстром» типе нагрева термодеструкционное покрытие характеризуется низкой плотностью 1,74 г/см³, которое сопоставимо со значением

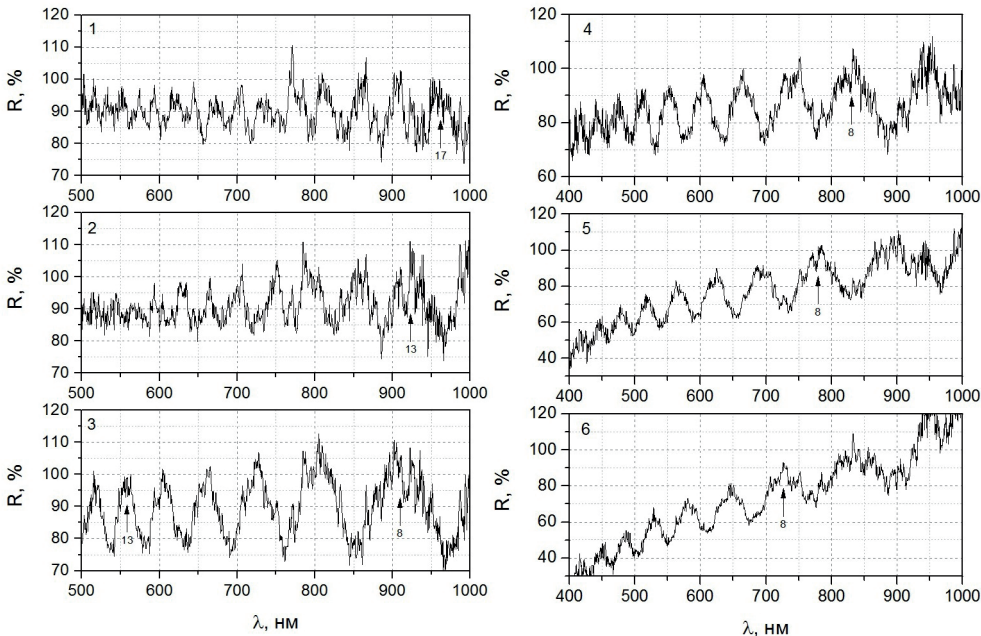


Рис. 2. Изменение интерферограмм на различных этапах процесса термодеструкции ПЭС-5

плотности силикалита ($1,76 \text{ г/см}^3$), модификации кремнезема, структура которой пронизана «нанообластями свободного объема» [12]. Определение плотности проводили по данным гравиметрии и волоконно-оптической интерферометрии.

Согласно данным инфракрасной спектроскопии (табл. 1), покрытие, полученное термодеструкцией полиорганосилоксана ПЭС-5, структурно представляет линейные силоксановые цепочки (полоса поглощения в области 1020 см^{-1}), связанные прямыми мостиковыми связями Si-O-Si с углом связи 180° (полоса поглощения вблизи 1200 см^{-1}), следовательно, сохраняется структура, близкая к структуре исходного полисилоксанового прекурсора ПЭС-5 (рис. 3). Примеси органических компонентов отсутствуют. Присутствует сорбированная влага (полосы поглощения OH-групп в области 3400 см^{-1}), что свидетельствует о развитой поверхности синтезированного термодеструкционным способом кремнезема.

Полученное таким образом покрытие диоксида кремния сохраняет стабильную аморфную структуру (рис. 4).

Таблица 1

Интерпретация основных полос поглощения спектра в инфракрасной области

Полоса поглощения	Интерпретация	Источник
455 см^{-1}	δ -колебание связи Si-O	[13, 14]
803 см^{-1}	ν_s -связи Si-O	[13, 14]
1020 см^{-1}	ν_{as} -колебание связи Si-O (область $1000 - 1100 \text{ см}^{-1}$)	[15]
1200 см^{-1}	Si-O-Si (спрямленная силоксановая группа, угол связи 180°)	[15]
3417 см^{-1}	Гидроксильные группы (OH)	[13, 14]

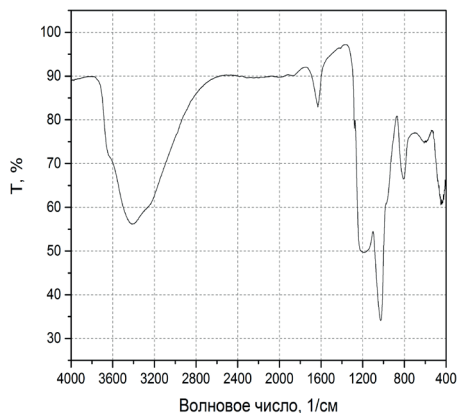


Рис. 3. Инфракрасный спектр продукта термодеструкции полисилоксана ПЭС-5

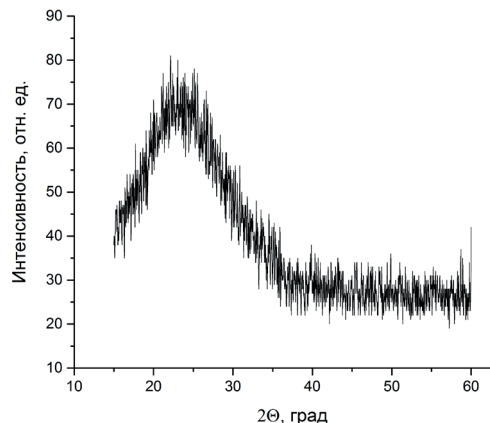


Рис. 4. Рентгеновская дифрактограмма продукта термодеструкции полисилоксана ПЭС-5 (аморфное гало)

Схематичное изображение формирования структуры покрытия при консолидации силоксановых структурных мотивов, наследуемых от полимера ПЭС-5, приведено на рис. 5.

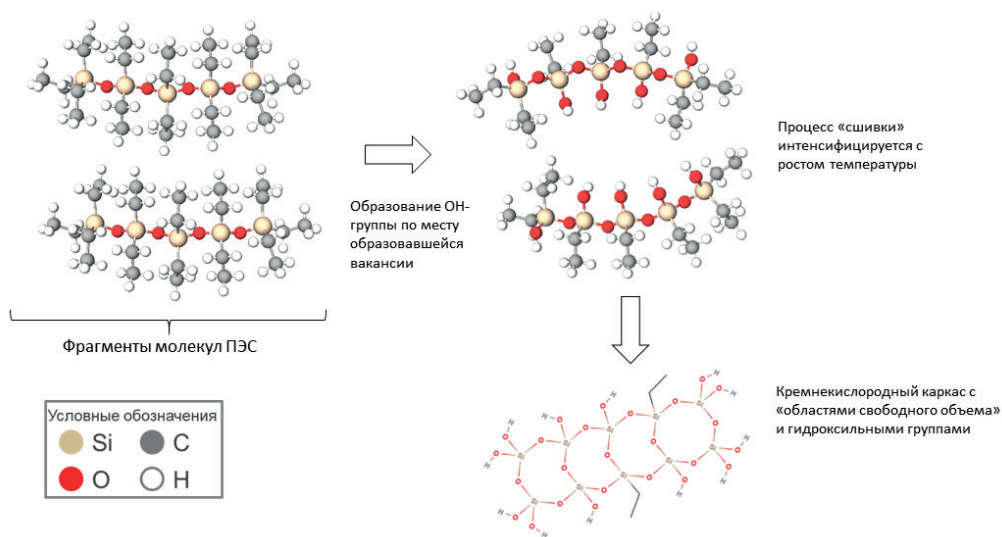


Рис. 5. Схема формирования покрытия кремнезема с участием силоксановых структурных фрагментов

На основании проведенных исследований предлагается модель консолидации нанодисперсного SiO_2 , которая включает в себя структурирование наноразмерных (2,5 – 19 нм) полисилоксановых фрагментов $(\text{Si-O-Si})_n$, остающихся в процессе термодеструкции полиорганосилоксановых молекул. В полимерном остове, практически не содержащем углеводородных (C_2H_5) заместителей, обнаруживаются OH-группы, которые даже в ограниченном количестве способствуют сшивке линейных структур в силоксановые блоки – основу промежуточного слоя композитного радиаторного покрытия. Наличие «областей свободного объема» и гидроксильных групп дает возможность внесения в формирующийся кремнекислородный каркас покрытия легирующих компонентов, например, оксида бора.

Исследование формирования функционального слоя борного ангидрида

Для изучения стадий формирования боросиликатного покрытия в качестве прекурсора использовали раствор ПЭС-5 и борной кислоты в изопропанол. Нагрев при различных температурах в диапазоне 300–700°C проводили в окислительной среде. Динамика изменения инфракрасных спектров покрытия в зависимости от температуры приведена на рис. 6.

Как видно из спектров, при 300°C термическое разложение ПЭС-5 находится на ранней стадии. Присутствуют интенсивные полосы в области 2960 см⁻¹, характерные для органических радикалов, принадлежащих ПЭС-5, вследствие достаточно высокой термоокислительной устойчивости связи Si-C. Максимумы частот при 1004, 1040, 1094 см⁻¹ относятся к кремнекислородному каркасу молекул ПЭС-5. Поглощение в интервале 1355–1464 см⁻¹ и наличие полосы гидроксильных групп 3200 см⁻¹ характерно для борной кислоты.

При температуре 400°C начинают формироваться боросиликатные связи – полосы поглощения 650 и 920 см⁻¹ [16]. Узкая интенсивная полоса с максимумом при 1391 см⁻¹ характерна для связи B-O с атомом бора в тройной координации [17]. Вместо трех полос равновеликой интенсивности с максимумами при 1095, 1044, 1004 см⁻¹ проявляется интенсивная полоса, представляющая собой дублет с максимумами при 1038 и 1158 см⁻¹. Наличие двух полос в области валентных колебаний группировок Si-O-Si связано с присутствием двух структурно неэквивалентных связей. Наблюдается резкое уменьшение интенсивности полос поглощения этильных группировок, окружающих кремнекислородный каркас ПЭС.

При 500°C полоса связи B-O смещается к 1400 см⁻¹, наблюдается дальнейшее уменьшение ее полуширины. Происходит существенное снижение полосы поглощения органических радикалов, наблюдается сдвиг полос кремнекислородных связей в область более высоких частот (1051 и 1178 см⁻¹ соответственно) и возрастает интенсивность высокочастотной компоненты дублета по отношению к низкочастотной. Окончательно формируются полосы поглощения боросиликатных связей.

При 700°C на спектре присутствуют полосы при 652, 920 и 1420 см⁻¹ (Si-O-B, B-O) и 812, 1059 и 1236 см⁻¹ (Si-O, Si-O-Si), характеризующие полностью сформировавшееся термоуплотненное боросиликатное покрытие. Поглощение в области гидроксильных групп и органических радикалов отсутствует.

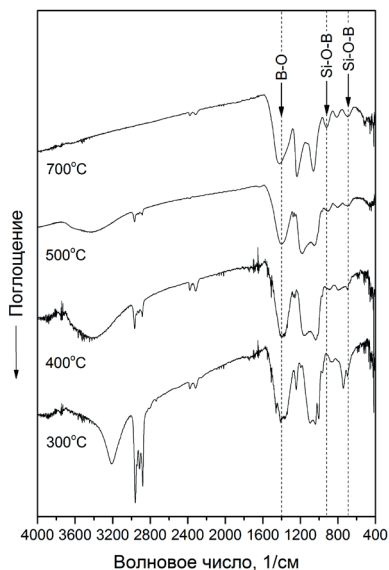


Рис. 6. Инфракрасные спектры термодеструкционного покрытия при различных температурах

Испытания электродов с борсодержащим радиаторным покрытием на вибрационную устойчивость

Испытания по устойчивости борсодержащих радиаторных покрытий к механическим перегрузкам проводились в горизонтальной и вертикальной плоскостях при воздействии вибраций на виброиспытательном стенде ВЭДС–1500. Для проведения испытаний была изготовлена серия образцов с поверхностной плотностью функционального слоя композитного покрытия $1,5 \text{ мг/см}^2$. Образцы последовательно подвергались воздействию высокочастотных (200 Гц) вибраций с различной амплитудой ускорения (от 1 до $8g$), время выдержки при каждом из режимов составило 30 мин. Установлено, что поверхностная плотность функционального слоя композитного радиаторного покрытия остается неизменной, следовательно, покрытие сохраняет целостность. Также были проведены испытания композитных покрытий при воздействии низкочастотных резонансных вибраций согласно ГОСТ 29075-91 [18]. Условия испытаний: диапазоны частот 6–8, 8–10, 10–13, 13–16, 16–20, 20–26, 26–35 Гц, амплитуда ускорения $1,5g$, время вибрационного воздействия при каждом частотном диапазоне 15 мин. Изменение вибрации производилось от нижней частоты к верхней с выдержкой на крайней верхней частоте каждого диапазона. Результаты испытаний на вибрационную устойчивость показывают, что борсодержащее радиаторное покрытие обладает высокими адгезионными свойствами, которые подтверждены гравиметрическими и радиометрическими измерениями.

Радиометрические характеристики борсодержащих радиаторных покрытий

Радиометрические испытания образцов электродов с композитным борсодержащим покрытием проводили при воздействии нейтронного потока 10^4 нейтрон/(см²·с) от Pu-Be-источника. По полученному в результате измерений спектру (рис. 7) определяли

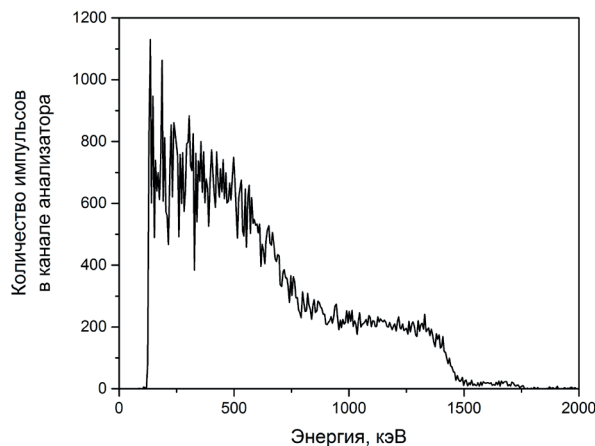


Рис. 7. Спектр выходных импульсов заряженных частиц для образца электрода с борным радиаторным покрытием (поверхностная плотность $2,5 \text{ мг/см}^2$)

энерговыход (ΣE) с поверхности радиаторного покрытия, который пересчитывали на удельную чувствительность (η) покрытия по формуле

$$\eta = \frac{\Sigma E \cdot e}{\Phi_0 \cdot S \cdot \tau \cdot \varepsilon}, \quad (2)$$

где ΣE – суммарный энерговыход радиаторного покрытия, эВ; ε – энергия ионизации газа в ИК (аргон), 30 эВ; e – заряд электрона, Кл; Φ_0 – поток нейтронов, нейтрон/(с·см²); S – площадь электрода, см²; τ – время регистрации спектра, с; η – удельная чувствительность радиаторного покрытия, Кл/нейтрон.

На спектре видны широкие полосы с энергиями меньше 0,83 МэВ (обусловлено ⁷Li) и 1,47 МэВ (обусловлено α -частицей). Пики имеют широкую форму из-за частичных потерь энергии в материале радиатора. Энерговыход покрытия при облучении тепловыми нейтронами (измерения в течение 1800 с) составил $5,7 \cdot 10^7$ кэВ. Значение удельной нейтронной чувствительности покрытия составило $\eta = 3,4 \cdot 10^{-18}$ Кл/нейтрон. Следует отметить, что при синтезе покрытия применяли бор с естественным обогащением по изотопу ¹⁰B (19,6%).

С целью определения оптимальной концентрации борного ангидрида по нейтронно-чувствительным характеристикам радиаторного покрытия провели исследование влияния термоциклических испытаний в окислительной среде на энерговыход серии образцов с композитным борсодержащим покрытием при различной поверхностной плотности функционального слоя (0,5 – 3,0 г/см²). Условия отжига при единичном цикле: температура отжига 600°C; время выдержки четыре часа; скорость нагрева 5°/мин; инерционное остывание. Результаты исследований приведены в табл. 2.

Таблица 2

Влияние термоциклических нагрузок на величину энерговыхода и удельной нейтронной чувствительности у образцов радиаторных покрытий с различной поверхностной плотностью борного ангидрида

Характеристики	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4	Образец 5
Поверхностная плотность функционального слоя, мг/см ²	0,5	1,0	1,5	2,5	3,0
η (до отжига), 10^{-18} Кл/нейтрон	2,7	3,1	3,3	3,4	3,4
η (1-ый отжиг), 10^{-18} Кл/нейтрон	1,3	2,6	2,8	2,9	3,2
η (2-ой отжиг), 10^{-18} Кл/нейтрон	1,1	1,9	2,6	3,1	3,0
η (3-ий отжиг), 10^{-18} Кл/нейтрон	0,7	0,8	1,6	2,9	3,2

Установлено, что оптимальной является поверхностная плотность функционального слоя 2,5 мг/см². При увеличении содержания бора значение удельной нейтронной чувствительности не изменяется, что согласуется с теоретическими расчетами. Незначительная разность показаний после проведения термоциклов обусловлена внешними факторами, такими как внешний гамма-фон и электрические наводки. Однако у образцов 1–3, в которых содержание борного ангидрида в функциональном слое покрытия менее 2,5 мг/см², в ходе термоциклических испытаний наблюдается снижение значения удельной нейтронной чувствительности, что, вероятно, обусловлено

термической эмиссией борного ангидрида. Это подтверждает изменение характера инфракрасных спектров до и после термоциклических испытаний (рис. 8). Наблюдается снижение интенсивности полосы вблизи 1400 см^{-1} по отношению к полосам кремнекислородного каркаса (1200 и 1020 см^{-1}), отсутствуют полосы гидроксильных групп, характерных для оводненного борного ангидрида.

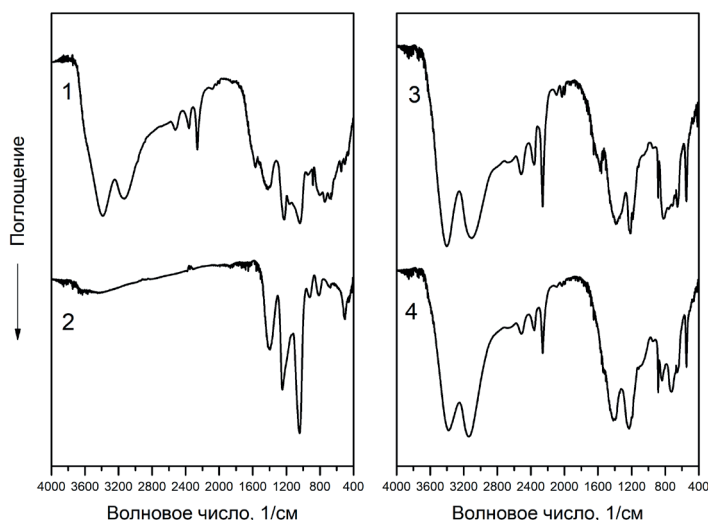


Рис. 8. Инфракрасные спектры композитных борсодержащих покрытий: 1 – образец 1 до термоциклических испытаний; 2 – образец 1 после термоциклических испытаний; 3 – образец 4 до термоциклических испытаний; 4 – образец 4 после термоциклических испытаний

В то же время структура покрытия с поверхностной плотностью $2,5\text{ мг/см}^2$ (образец 4) и выше остается практически неизменной, что объясняет стабильность нейтронно-чувствительных свойств при термоциклических испытаниях. При термоциклических испытаниях в среде аргона (давление 1 ата) радиометрические характеристики покрытий остаются неизменными.

Заключение

В работе представлены результаты исследований композитного радиаторного покрытия, состоящего из двух слоев: промежуточного адгезионного слоя диоксида кремния и функционального слоя борного ангидрида. Результаты исследования формирования промежуточного адгезионного слоя композитного покрытия методами волоконно-оптической интерферометрии и инфракрасной спектроскопии показали, что продукт термодеструкции полиорганосилоксана (ПЭС-5) обладает линейно-цепочечной силикатной структурой с развитой поверхностью, наследуемой от прекурсора ПЭС-5. Это способствует увеличению адгезионных свойств к поверхности нержавеющей стали и к функциональному борсодержащему слою. Получена серия образцов радиаторных покрытий с поверхностной плотностью борного ангидрида в функциональном слое в диапазоне $0,5\text{--}3\text{ мг/см}^2$. Методом альфа-спектрометрии при облучении Рн-Ве-источником (поток 10^4 нейтрон/ $(\text{см}^2\cdot\text{с})$) установлено, что содержание

атомов ^{10}B в функциональном слое ($8 \cdot 10^{18}$ атом/см $^2 \approx 2,5$ мг/см 2 B_2O_3) является оптимальным по нейтронно-чувствительным параметрам, и значение чувствительности составляет $\eta = 3,4 \cdot 10^{-18}$ Кл/нейтрон. Дальнейшее увеличение концентрации ^{10}B не приводит к увеличению данной величины. Показано, что радиаторное покрытие при термоциклических испытаниях (четыре цикла при 600°C) сохраняет свою целостность и свойства при поверхностной плотности борного ангидрида в функциональном слое 2,5 мг/см 2 и выше. Выявлено, что у образцов с борсодержащим композитным покрытием при воздействии высокочастотных (200 Гц) и низкочастотных (6 – 35 Гц) нагрузок сохраняется целостность.

Литература

1. Малышев Е.К., Засадыч Ю.Б., Стабровский С.А. Газоразрядные детекторы для контроля ядерных реакторов. М.: ЭнергATOMиздат, 1991, 160 с. ISBN 5-283-03042-3.
2. Басков П.Б., Маричев Г.В., Сахаров В.В., Степанов В.А. Ядерно-оптические преобразователи для детектирования сильных нейтронных полей. *Известия вузов. Ядерная энергетика*. 2021;4:122–132. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2021.4.11>
3. Сахаров В.В., Басков П.Б., Берикашвили В.Ш., Ивкина О.В., Косов Д.Е., Мосягина И.В., Фролов Н.Н., Шарипова М.А. Оксидная наноразмерная модификация поверхности неорганических материалов. *Российский химический журнал*. 2012;1–2:36–43. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_18013627_10974709.pdf (дата обращения 01.11.2023). EDN: PEEZUB
4. Сахаров В.В., Басков П.Б., Мосягина И.В. и др. Химический синтез нейтрондетектирующих ультратонких оптических материалов. *Известия вузов. Ядерная энергетика*. 2012;4:130–142. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2012.4.15>
5. Басков П.Б., Мосягина И.В., Сахаров В.В., Ивкина О.В., Худин А.С., Кириченко Г.П. Малогабаритные ториевые камеры деления для регистрации быстрых нейтронов в реакторных установках. *Атомная энергия*. 2018;125(1):34–38. URL: https://elbib.biblioatom.ru/text/atomnaya-energiya_t125-1_2018/p34/ (дата обращения 01.11.2023).
6. Потапов С.П. О применении стабильных изотопов бора. *Атомная энергия*. 1961;3:244–252. https://elbib.biblioatom.ru/text/atomnaya-energiya_t10-3_1961/p244/ (дата обращения 01.11.2023).
7. Болотдыня А.И. Экспериментальная ядерная физика. Лекция №2. Взаимодействие заряженных частиц с веществом. Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ». 2017. URL: https://enpl.mephi.ru/download/lectures/lect_5.pdf (дата обращения 29.11.2023).
8. Сахаров В.В., Мосягина И.В., Басков П.Б., Степанов В.А. Физико-материаловедческая комбинаторика пленочно-стекловолоконных материалов для радиационно-люминесцентного детектирования нейтронных потоков. *Вопросы радиационной безопасности*. 2016;2:55–63. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_26723423_34666726.pdf (дата обращения 29.11.2023).
9. Шурыгина Н.А., Глезер А.М., Блинова Е.Н. Роль структурных параметров нанокристаллов в механическом поведении аморфно-нанокристаллических сплавов. *Научные ведомости. Серия: Математика. Физика*. 2012;23:206–214. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_21196140_42910592.pdf (дата обращения 29.11.2023).
10. Сахаров В.В., Басков П.Б., Ивкина О.В., Мосягина И.В., Фролов Н.Н., Хорозова О.Д., Худин А.С. Низкотемпературная консолидация в термодеструкционных наноразмерных аморфных слоях оксидов циркония и алюминия. *Упрочняющие технологии и покрытия*. 2016;6:43–48. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_26097972_13559243.pdf (дата обращения 29.11.2023).
11. Соболевский М.В., Музовская О.А., Попелева Г.С. Свойства и области применения кремнийорганических продуктов. М.: Химия, 1975, 296 с.

12. Айлер Р. Химия кремнезема. Часть 1. М.: Мир, 1982, 416 с.
13. Плюснина И.И. Инфракрасные спектры минералов. М.: МГУ, 1976, 175 с.
14. Власов А.Г., Флоринская В.А. Венедиктов А.А., Зубарева Е.П., Курциновская Р.И., Морозов В.Н., Смирнова Е.В., Яхкинд А.К. Структура и физико-химические свойства неорганических стекол. Л.: Химия, 1974, 360 с.
15. Чукин Г.Д. Химия поверхности и строение дисперсного кремнезема. М.: Типография Паладин, ООО «Принта», 2008, 172 с. URL: <https://www.chem.msu.su/rus/books/chukin-2008/chukin-2008.pdf> (дата обращения 29.11.2023).
16. Matsuda A., Tohge N., Minami T. Preparation of B_2O_3 - P_2O_5 - SiO_2 coating films by the sol-gel method. *Journal of materials science*. 1992;27:4189–4194. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF01105125>
17. Власов А.Г., Флоринская В.А., Венедиктов А.А., Дутова К.П., Морозов В.Н., Смирнова Е.В. Инфракрасные спектры неорганических стекол и кристаллов. Л.: Химия, 1972, 304 с.
18. ГОСТ 29075-91. Системы ядерного приборостроения для атомных станций. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004, 22 с. URL: <https://ohranatruda.ru/upload/iblock/6dd/4294825607.pdf> (дата обращения 29.11.2023).

Поступила в редакцию 10.09.2024

После доработки 12.01.2025

Принята к опубликованию 31.01.2025

Авторы

Басков Петр Борисович, начальник лаборатории, к.т.н.,

E-mail: baskov_pb@nikiet.ru

Саламаха Борис Семенович, ведущий научный сотрудник,

E-mail: baskov_pb@nikiet.ru

Глазюк Яков Вадимович, заместитель генерального директора, главный конструктор аппаратуры контроля нейтронно-физических параметров,

E-mail: jackov@nikiet.ru

Намакшинас Артур Азарович, ведущий инженер,

E-mail: namakshinas_aa@nikiet.ru

Бондаренко Сергей Алексеевич, главный специалист,

E-mail: bondarenko_sa@nikiet.ru

Мушин Илья Михайлович, ведущий инженер,

E-mail: mushin_im@nikiet.ru

Худин Александр Сергеевич, ведущий инженер,

E-mail: khudin_as@nikiet.ru

UDC 53.083.94/.087

Boron-containing Radiator Coatings of Ionization Chambers of Neutron Flux Detection Sensors**Baskov P.B., Salamakha B.S., Glazyuk Ya.V., Namakshinas A.A., Bondarenko S.A., Mushin I.M., Khudin A.S.**

NIKIET JSC,

1, bldg. 3 Acad. Dollezhal Sq., 107140 Moscow, Russia

Abstract

The proposed solution for the production of new boron-containing radiator materials – composite coatings with neutron conversion material (^{10}B isotope) – for ionization chambers electrodes is based on the technology of chemical and structural modification of the surface using heat-resistant oxide materials (silicon and boron oxides). The paper presents the results of the development of a neutron-sensitive radiator material based on an oxide micro-dimensional composite coating consisting of an intermediate adhesive layer of silicon dioxide (SiO_2) and a neutron-sensitive functional layer of boric anhydride (B_2O_3). The technological basis consists of the sequential processes of thermal destruction of polyorganosiloxane of the PES-5 brand and pyrolytic decomposition of boric acid (H_3BO_3). Studies using infrared and fiber-optic interferometric spectroscopy have shown that during the formation of a silicon dioxide layer, an amorphous silicate of a linear chain structure with a developed surface is formed, which contributes to the subsequent formation of a functional boric anhydride layer. The specific neutron sensitivity of boron-containing radiator coatings was measured by alpha spectrometry. It was found that at a surface density of boric anhydride of $2,5 \text{ mg/cm}^2$, the specific neutron sensitivity is of the order of $3 \cdot 10^{-18} \text{ Coulomb/neutron}$. It is shown that the boron-containing radiator coating retains its integrity and nuclear physical properties during thermocyclic tests (4 cycles at 600°C). The boron-containing radiator coating is characterized by high adhesion properties to the metallic surface of the electrodes (grade 321 steel) of the ionization chamber. The composite coating is resistant to vibration when exposed to high-frequency (200 Hz) and low-frequency (6–35 Hz) vibration loads.

Keywords: neutron-sensitive materials, ionization chamber, boron radiator coatings, thermal destruction.

For citation: Baskov P.B., Salamakha B.S., Glazyuk Ya.V., Namakshinas A.A., Bondarenko S.A., Mushin I.M., Khudin A.S. Boron-containing Radiator Coatings of Ionization Chambers of Neutron Flux Detection Sensors. *Izvestiya vuzov. Yadernaya Energetika*. 2025;1:51–64. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2025.1.04> (in Russian).

References

1. Malyshev E.K., Zasadych Yu.B., Stabrovsky S.A. Gas-discharge detectors for monitoring nuclear reactors. Moscow, Energatomizdat Publ., 1991, 160 p. ISBN 5-283-03042-3 (in Russian).
2. Baskov P.B., Marichev G.V., Sakharov V.V., Stepanov V.A. Nuclear optical converters for detecting strong neutron fields. *Izvestiya vuzov. Yadernaya Energetika*. 2021;4:122–132 (in Russian). DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2021.4.11>
3. Sakharov V.V., Baskov P.B., Berikashvili V.Sh., Ivkina O.V., Kosov D.E., Mosyagina I.V., Frolov N.N., Sharipova M.A. Oxide nanolevel modification of the surface of inorganic materials. *Rossiyskij himicheskij zhurnal*. 2012;1–2:36–43. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_18013627_10974709.pdf (accessed Nov.1, 2023) (in Russian).

4. Sakharov V.V., Baskov P.B., Mosyagina I.V., Frolov N.N., Kurbatkin I.I., Muraveva T.I., Torskaya E.V., Ivkina O.V., Sharipova M. A. Chemical synthesis of neutron-detecting ultrathin optical materials. *Izvestiya vuzov. Yadernaya Energetika*. 2012;4:130–142. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2012.4.15> (in Russian).
5. Baskov P.B., Mosyagina I.V., Sakharov V.V., Ivkina O.V., Khudin A.S., Kirichenko G.P. Small thorium fission chambers for recording fast neutrons in reactor installations. *Atomic energy*. 2018;125(1):33–38. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10512-018-0438-x>
6. Potapov S.P. On the use of stable boron isotopes. *Atomnaya energiya*. 1961;10(3):244–252. URL: https://elib.biblioatom.ru/text/atomnaya-energiya_t10-3_1961/p244/ (accessed Nov.1, 2023) (in Russian).
7. Bolozdynya A.I. Experimental nuclear physics. Lecture No. 2. Interaction of charged particles with matter. MEPhI, 2017. URL: https://enpl.mephi.ru/download/lectures/lect_5.pdf (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).
8. Sakharov V.V., Mosyagina I.V., Baskov P.B., Stepanov V.A. Physico-material science combinatorics of film-fiberglass materials for radiation-luminescent detection of neutron fluxes. *Voprosy radiacionnoj bezopasnosti*. 2016;2:55–63. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_26723423_34666726.pdf (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).
9. Shurygina N.A., Glezer A.M., Blinova E.N. The role of structural parameters of nanocrystals in the mechanical behavior of amorphous nanocrystalline alloys. *Nauchnye vedomosti. Seriya: Matematika. Fizika*. 2012;23:206–214. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_21196140_42910592.pdf (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).
10. Sakharov V.V., Baskov P.B., Ivkina O.V., Mosyagina I.V., Frolov N.N., Khorozova O.D., Khudin A.S. Low-temperature consolidation in thermodecompositional nanosized amorphous layers of oxide zirconium and aluminum. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*. 2016;6:43–48. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_26097972_13559243.pdf (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).
11. Sobolevsky M.V. Muzovskaya O.A. Popeleva G.S. Properties and applications of organosilicon products. Moscow, Chemistry Publ., 1975, 296 p. (in Russian).
12. Iler R. Chemistry of silica Part 1. Moscow, Mir Publ., 1982, 416 p. (in Russian).
13. Plyusnina I.I. Infrared spectra of minerals. Moscow. Moscow State University Publ., 1977, 174 p. (in Russian).
14. Vlasov A.G., Florinskaya V.A. Venediktov A.A., Zubareva E.P., Kurtsinovskaya R.I., Morozov V.N., Smirnova E.V., Yakhkind A.K. Structure and physico-chemical properties of inorganic glasses. Leningrad. Chemistry Publ., 1974, 360 p. (in Russian).
15. Chukin G.D. Surface chemistry and structure of dispersed silica. Moscow, Paladin Publ, Printa LLC, 2008, 172 p. URL: <https://www.chem.msu.su/rus/books/chukin-2008/chukin-2008.pdf> (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).
16. Matsuda A., Tohge N., Minami T. Preparation of B_2O_3 - P_2O_5 - SiO_2 coating films by the sol-gel method. *Journal of materials science*. 1992;27:4189–4194. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF01105125>
17. Vlasov A.G., Florinskaya V.A., Venediktov A.A., Dutova K.P., Morozov V.N., Smirnova E.V. Infrared spectra of inorganic glasses and crystals. Leningrad, Chemistry Publ., 1972, 304 p. (in Russian).
18. GOST 29075-91. Nuclear instrumentation systems for nuclear power plants. Moscow, IPK House of Standards Publ., 2004, 22 p. URL: <https://ohranatruda.ru/upload/iblock/6dd/4294825607.pdf> (accessed Nov.29, 2023) (in Russian).

Authors

Pyotr B. Baskov, Head of the laboratory, Cand. Sci. (Engineering),

E-mail: baskov_pb@nikiet.ru

Boris S. Salamakha, Leading researcher,

E-mail: baskov_pb@nikiet.ru

Yakov V. Glazyuk, Deputy general director, Chief designer of neutron physics parameter monitoring equipment,

E-mail: jackov@nikiet.ru

Arthur A. Namakshinas, Leading engineer,

E-mail: namakshinas_aa@nikiet.ru

Sergey A. Bondarenko, Main Expert,

E-mail: bondarenko_sa@nikiet.ru

Ilya M. Mushin, Leading engineer,

E-mail: mushin_im@nikiet.ru

Alexander S. Khudin, Leading engineer,

E-mail: khudin_as@nikiet.ru