

СЗ44. 12с

21с-726

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

ДУБНА

21/41-77



4545/2-77

13 - 10862

Л.Я.Жильцова, Е.Н.Матвеева, С.Л.Смирнова,
М.Д.Шафранов

ПОЛУЧЕНИЕ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ ПЛАСТИН
ЛЮБЫХ РАЗМЕРОВ
БЕЗ ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ ПОЛИРОВКИ

1977

13 - 10862

Л.Я.Жильцова, Е.Н.Матвеева, С.Л.Смирнова,
М.Д.Шафранов

ПОЛУЧЕНИЕ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ ПЛАСТИН
ЛЮБЫХ РАЗМЕРОВ
БЕЗ ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ ПОЛИРОВКИ

Жильцова Л.Я. и др.

13 10862

Получение сцинтилляционных пластин любых размеров
без дополнительной полировки

Описана технология получения сцинтилляционных пластины любых размеров на основе стирола, не требующих дополнительной полировки больших поверхностей. Исследованы сцинтилляционные качества пластины.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1977

© 1977 Объединенный институт ядерных исследований Дубна

В ядерной физике широко используются сцинтилляторы в виде пластин толщиной от нескольких мм и выше. Обычно такие пластины вырезаются из (больших) блоков пластмассовых сцинтилляторов (ПС). Однако эти пластины обладают разбросом сцинтилляционных характеристик, обусловленным способом полимеризации большого блока /1/. Кроме того, резка пластин и последующая шлифовка и полировка являются очень трудоемкими операциями и связаны с большими потерями дорогостоящих сцинтилляционных материалов (до 40% от веса блока ПС).

Для получения ПС-пластин толщиной от нескольких мм и выше в ОИЯИ разработана технология, позволяющая иметь пластины, идентичные по свойствам, и исключая механическую обработку и полировку больших поверхностей.

ПС-пластины получают путем блочной полимеризации форполимера стирола в специальных стеклянных формах в атмосфере азота. Метод предусматривает полимеризацию каждой пластины в отдельности, что обеспечивает хороший отвод тепла при экзотермической реакции полимеризации. Это, в свою очередь, снижает полидисперсность полимерной основы ПС-пластины по молекулярным весам и приводит к улучшению прозрачности для собственного излучения. При полимеризации между стеклами готовые пластины имеют зеркальную поверхность, не требующую дополнительной обработки. Кроме того, из-за близости значений теплопроводности стекла и полистирола (0,6 и 0,3 ккал/м.ч. °С соответственно) напряжения, возникающие между стеклом и полистиролом, легче снимаются.

Следует отметить, что проведение полимеризации между полированными металлическими листами не дает зеркальной поверхности ПС-пластины.

Технология приготовления ПС-пластин состоит из следующих этапов.

Подготовка стирола и контроль его качества. Очистка стирола проводится по обычной методике и контролируется по пропусканию ²¹. Пропускание при длине волны 320 нм должно быть не ниже 15% (длина кюветы 100 мм).

Стирол для приготовления форполимера используется только свежеперегнанный, т.к. хранение перегнанного стирола приводит к ухудшению пропускания вследствие возможного процесса окисления (рис.1). Это сказывается на пропускании готовой ПС-пластины: ее пропускание падает в области излучения пара-терфенила (рис.2).

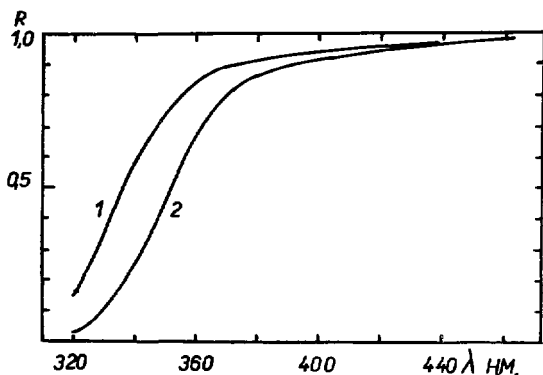


Рис. 1. Спектры пропускания стирола, свежеперегнанного (кривая 1) и стоявшего несколько суток (кривая 2). Толщина слоя 100 мм.

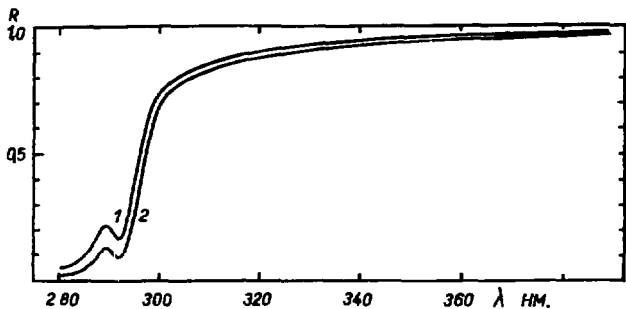


Рис. 2. Спектры пропускания 1%-го раствора полистирола в хлороформе. Кривая 1 - из свежеперегнанного стирола. Кривая 2 - из стирола, стоявшего несколько суток. Толщина слоя 10 мм.

Подготовка люминисцирующих добавок и инициатора. Качество люминисцирующих добавок (ЛД), особенно пара-терфенила, также проверяется по пропусканию (пропускание 0,5%-ного раствора в хлороформе, толщина слоя 5 мм). В случае необходимости проводится дополнительная очистка ЛД перекристаллизацией^{3/}. Для инициирования полимеризации применяется свежеперекристаллизованный из изопропилового спирта азодинитрил изомаасляной кислоты (НКМ) в количестве 0,5% весовых, который, в отличие от перекиси бензоила, не производит окисляющего действия, т.к. образующиеся при его распаде радикалы не содержат кислорода. В случае отсутствия НКМ лучше проводить полимеризацию вообще без инициатора. В этом случае несколько удлиняются процессы изготовления форполимера и самой полимеризации.

Подготовка стеклянных форм. Для форм лучше использовать тонкие (1-2 мм) форматные фотостекла (ГОСТ 683-52). Форма для получения ПС-пластины

компонуется из двух тщательно вымытых и высушенных стекол, уложенных параллельно друг другу со стеклянной или металлической прокладкой между ними. Толщина получаемой пластины задается толщиной прокладки. Скопанованная форма обклеивается со всех сторон двумя слоями плотной бумаги⁴ и зажимается струбцинами для предотвращения затекания стирола между стеклом и прокладкой и сохранения параллельности стекол формы во время полимеризации пластины. В верхней части формы оставляется небольшое отверстие для заливки формполимера и последующего пропускания азота.

Приготовление формполимера. Формполимер готовится в стеклянной колбе, в горло которой на шлифе вводится стеклянная насадка, предназначенная либо для вакуумирования, либо для непрерывного барботажа азотом, — для удаления кислорода из реакционной среды. Расчетное количество стирольного раствора добавок, профильтрованного в колбу, нагревается при 70–90°C в течение 2–10 часов.

Время приготовления формполимера зависит от объема взятого стирола и от толщины изготавливаемой пластины. Контроль готовности формполимера проводится по вязкости при 50°C на вискозиметре ПВН Эглера. Для пластин толщиной 10–50 мм вязкость формполимера составляет 10–12^{°Э}, для пластин толщиной 1–10 мм — 6–8^{°Э}. Готовый горячий формполимер заливается в нагретую до 80°C форму, установленную строго вертикально. Через это же отверстие вводится азот.

Полимеризация ПС-пластин. Температурный режим получения ПС-пластин приведен на рис. 3. Во время кипения формполимера (участок CD, рис. 3) форма периодически охлаждается струей сжатого воздуха — для уменьшения потерь за счёт испарения стирола. Медленное снижение температуры, особенно в области стеклования полистирола (80–90°C), обеспечивает равномерность физико-химических свойств полимера. Для обеспечения одинаковой степени стеклования во всем объеме пластины форма, освобожденная от струбины и

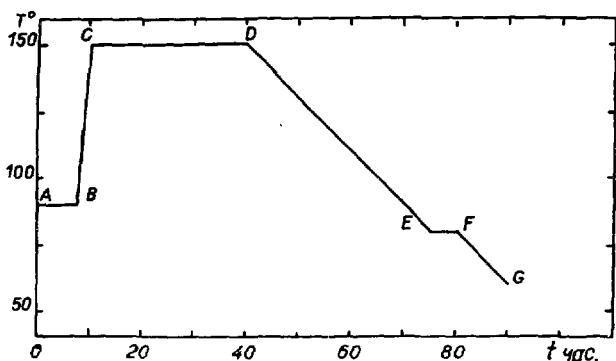


Рис. 3. Температурный режим получения ПС-пластин.

надрезанная по бумажной обклейке, помещается в водяную баню с температурой 80°C (участок EF, рис. 3), которая постепенно снижается до $40\text{--}50^{\circ}\text{C}$. Затем подогрев выключается, производится тщательная теплоизоляция бани с помощью асбестовой ткани, и пластина остывает для самопроизвольного охлаждения до комнатной температуры.

Готовая пластина извлекается из воды, освобождается от стекол, споласкивается дистиллированной водой и высушивается осторожным промокашем фильтровальной бумагой. Края пластины обрезаются на станке, шлифуются и полируются только по местам среза.

Исследование качества пластины. Содержание остаточного мономера в ПС-пластине не превышает $0,5\%$ вес., а молекулярный вес лежит в пределах $250.000 - 350.000$ ⁵. Световой выход ПС-пластину составляет $60\text{--}80\%$ от монокристалла стибена, а время высвечивания определяется классом ЛД. Технические спектры пропускания ПС-пластину, получаемые по приведенной технологии, приведены на рис. 4.

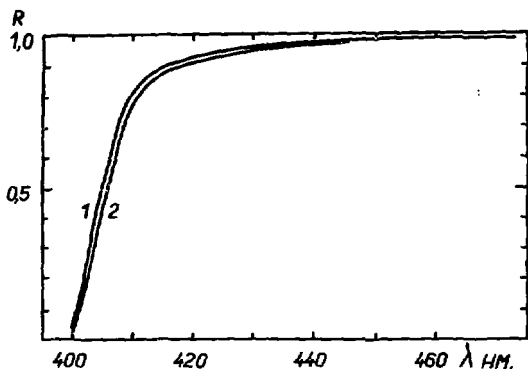


Рис. 4. Спектры пропускания полученных ПС-пластин.

Принятая технология получения ПС-пластин дает возможность получения сцинтилляторов с идентичными свойствами и сокращает затраты на механическую обработку.

Авторы выражают благодарность В.М.Пономаревой и Н.В.Виноградовой за помощь в изготовлении пластин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Голутвина И.Г. и др. ПТЭ, 1976, №4, с. 91.
2. Мономеры (под ред. В.В.Коршака). ИЛ, М., 1953, с. 165.
3. Жильцова Л.Я. и др. ОИЯИ, 12-8793, Дубна, 1976.
4. Безуглый В.Д., Заплесниченко Г.П. ПТЭ, 1966, №1, с. 186.
5. Шафранов М.Д. и др. Журнал прикладной спектроскопии, 1974, 20, с. 163.

Рукопись поступила в издательский отдел
14 июня 1977 года.