

Б1-14-8214

АКАПЬЕВ, Г.Н. и др.



+

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

C.350

A-382

4510/144

Б1-14-8214

ДЕПОНИРОВАННАЯ ПУБЛИКАЦИЯ

Дубна 19

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

Г.Н.Акашьев, В.С.Барашенков, Л.И.Самойлова, С.П.Третьякова,

В.А.Щеглов

51-14-8214

К МЕТОДИКЕ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ.

Копия поступила
в Центральный архив
4 авг 1974
4 сент 74

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
БИБЛИОТЕКА

г.Дубна, 1974.

А Н Н О Т А Ц И Я

Дан краткий обзор физико-химических процессов, лежащих в основе методов изготовления ядерных фильтров. Приводятся основные зависимости скорости травления пор и толщины фильтров от температуры и концентрации травителя, а также от продолжительности облучения лавсановой основы ультрафиолетом. Обсуждаются свойства полученных таким образом лавсановых ядерных фильтров и различные способы измерения величины их пор и пористости.

ВВЕДЕНИЕ

Трудно найти область народного хозяйства, где не возникала бы необходимость использования процессов фильтрации. При этом особенно важное значение имеют фильтры с диаметрами пор порядка нескольких долей микрона и меньше.

В настоящее время советская и зарубежная промышленность выпускает довольно широкий ассортимент фильтров с порами указанной величины. Так, например, фильтры, приготовленные из тонких кварцевых капилляров, пористого стекла, ацетицеллюлозы, полей диацетатных волокон, хорошо известные фильтры Истмана, фильтры "Миллипоры", мембраны "Дюфлю" фирмы Амикон, фильтры фирмы "Gelman" и т.д. |1| .

В зависимости от условий применения используется тот или иной тип фильтра. Однако, одним из основных и общим для всех типов микрофильтров является требование возможно меньшего разброса диаметра пор. К сожалению, этому требованию очень трудно удовлетворить в силу особенностей структуры фильтрующих материалов и используемой для их изготовления технологии. Например, даже такие первоклассные зарубежные фильтры как "Миллипоры" имеют разброс средних значений диаметров пор около 10%, не говоря уже об отдельных порах, которые могут различаться по своим диаметрам в несколько раз^{х)}. Поэтому для того, чтобы обеспечить хорошую степень фильтрации, приходится использовать фильтры со средним диаметром пор $D_{ср}$, значительно меньшим средней величины отфильтровываемых

х) Представление о величине дисперсии пор типичной партии фильтров "Миллипоры" можно получить, в частности, из таблицы I отчета [2], где приведены данные по фильтрации воздуха в помещении.

частиц, что приводит к увеличению сопротивления фильтра, а, кроме того, даже при этих условиях нет гарантии против пропуска более крупных частиц.

Фильтры с очень малой дисперсией диаметра пор можно получить с помощью пучка ионов (с зарядом $Z \geq 2$) из полимерных или слюдоподобных материалов. В полимерных пленках образуются цилиндрические, а в слюде - ромбические в сечении каналы, диаметр которых можно регулировать (путем подбора материала, типа иона и режима химической обработки) в интервале от нескольких десятков ангстрем до нескольких десятков микрон (см. обзор /3/, где указана достаточно подробная библиография).

Целью данной работы является краткий обзор основных физико-химических процессов, лежащих в основе получения таких "ядерных фильтров", и обсуждение методики их изготовления при использовании в качестве источника излучения ускорителя многозарядных ионов.

Описание установки для облучения пленки и другие детали, касающиеся самого процесса облучения, даны в работе /4/. (Для этой цели можно использовать также осколки деления из атомного реактора /4/).

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ С ВЕЩЕСТВОМ.

Существует ряд механизмов взаимодействия заряженной частицы с веществом среды, посредством которых эта частица теряет свою энергию. Прежде всего это - неупругие взаимодействия частиц с электронами атомных оболочек, за счет чего происходит основная потеря энергии. Степень потерь энергии является функцией заряда и скорости частицы, а также тормозной способности материала. При каждом таком взаимодействии заряженная частица, как правило, выбивает один или несколько электронов. Чаще всего происходит выбивание относительно медленных электронов, которые не могут

произвести дальнейшую ионизацию; однако, в некотором числе случаев образуются быстрые δ -электроны, порождающие вторичные ионизационные процессы. Именно δ -электроны определяют радиус области радиационных повреждений и, соответственно, минимальный диаметр пор, получаемых с помощью последующего травления. (подробное рассмотрение пространственного и энергетического распределения δ -электронов в зависимости от энергии первичной частицы дано в работах /6-8/ .

Потери энергии (особенно в случае тяжелых заряженных частиц - таких, как ионы ксенона) происходят также в результате кулоновского рассеяния частицы на ядрах атомов и благодаря упругим и неупругим ядерным (неэлектромагнитным) взаимодействиям.

В целом весь процесс взаимодействия заряженной частицы со средой можно разделить на две различные по длительности стадии:

На первой стадии, продолжительность которой может достигать 10^{-8} сек, происходят физические процессы, связанные с ионизацией и смещением атомов (10^{-15} - 10^{-13} сек.); выделением внесенной в вещество энергии в виде люминесценции, локального нагрева и т.д. На следующей стадии (от 10^{-3} сек до нескольких лет) устанавливается химическое равновесие системы.

В ходе первой стадии процесса образуются ионы и возбужденные молекулы, которые концентрируются вдоль трека заряженных частиц. В дальнейшем первичные продукты разрушаются и взаимодействуют с окружающими молекулами, в результате чего образуются свободные радикалы, которые определяют большую часть радиационно-химических реакций. В случае облучения тяжелыми заряженными частицами образуется довольно высокая плотность радикалов, которая локально изменяет свойства материала. Свободные радикалы способны пере-

группировываться, реагировать друг с другом, с окружающими цепочками полимеров (процесс сшивания), диссоциировать, образовывать не-реактивные соединения и т.д. Сшивание и деструкция полимеров может происходить одновременно, но с разными скоростями.

Молекулярный вес полимера вдоль трека частицы благодаря процессу деструкции оказывается значительно меньшим, чем в других, радиационно неповрежденных местах, поэтому область трека оказывается более чувствительной к химическому воздействию.

Во всех этих процессах большую роль играет кислород, который взаимодействует с полимерными радикалами, образует относительно устойчивые соединения и препятствует тем самым обратному сшиванию деструктированных молекул.

Для увеличения деструкции материала в направлении вдоль трека целесообразно проводить облучение частицами с максимальными удельными потерями в присутствии кислорода или кислородосодержащих компонент (NO , $\sqrt{2} \text{O}$, SO_2 , SO_3) с дополнительным облучением ультрафиолетовым светом, рентгеновскими лучами, γ -лучами или электронами |9,10|.

Облучение ультрафиолетом имеет преимущества в силу относительной простоты и дешевизны этого процесса.

Поскольку полимерные молекулы поглощают свет весьма селективно, то для каждого пластика можно подобрать такую длину волны, которую будут поглощать преимущественно деструктированные молекулы, в то время как на неповрежденный материал воздействие ультрафиолетового света будет сравнительно незначительным.

Облучение ультрафиолетом особенно существенно в случае использования ионов, более легких, чем ионы ксенона, когда радиационное повреждение материала не слишком велико.

Для каждого пластического материала существует доза облучения ультрафиолетом, которая позволяет увеличивать скорость травления материала вдоль трека (V_T'), относительно мало изменяя скорость травления остальной части полимера V' . Насколько существенно облучение ультрафиолетом увеличивает отношение V_T'/V' , видно из рис. I, где приведены экспериментальные значения этого отношения для облучения различными ионами поликарбонатной пленки при различной продолжительности облучения /8/ .

ВЫБОР МАТЕРИАЛА ФИЛЬТРА.

В качестве матрицы для получения фильтра можно, вообще говоря, использовать любой полимерный материал, регистрирующий заряженные частицы с $Z \geq 2$, а также, как уже отмечалось выше, можно использовать слюду и другие сходные диэлектрические материалы /5, 10 II, 12/ .

Наиболее важной характеристикой всех этих материалов с точки зрения изготовления фильтров является "порог регистрации" - величина вносимой в материал радиационной энергии, при которой различные скорости травления разрушенного и основного материала достаточны для выявления трека. Порог регистрации равен величине максимальных потерь энергии наиболее легкого иона, с помощью которого можно получить достаточно отчетливые треки в облучаемом материале. Пороги регистрации для слюды и ряда отечественных полимерных материалов указаны в таблице I.

Как видно из этой таблицы, для изготовления ядерных фильтров можно использовать широкий набор материалов, конкретный выбор зависит от условий применения данного фильтра.

Таблица I.

Порог регистрации ионов различными материалами.

Материал	Режим травления	Порог регистрации Иэв см ² /мг	Наиболее легкий регистрируемый ион
Слюда	48% HF 20°-50°C	II	Ne
Оторонласты	KMnO ₄ нас.р-р 100°C	II	Ne
Поливинилц	KMnO ₄ нас.р-р 100°C	5	O
Лавсан	w _a OH ≤ 6N 20°-60°C KMnO ₄ нас.р-р 80°C	4,5	C
Поликарбонат	w _a OH 3N 60°C	4,5	C
Поликарбонат	w _a OH ≤ 6N 20°-70°C KMnO ₄ нас.р-р 80°C	3,3	d
Ацетаты целлюлозы	w _a OH ≤ 6N 20°-70°C	2,0	d
Нитрат целлюлозы	w _a OH ≤ 6N 20°-70°C		d
	KMnO ₄ нас.р-р 80°C	I, I	d

Мы остановились на лавсане (полиэтилентерефталате)^{х)}, который по своим физико-химическим свойствам позволяет рассчитывать на очень широкую область применения изготовленных из него ядерных фильтров.

Лавсан принадлежит к группе сложных эфиров с линейным строением ценных молекул и ароматическими ядрами в самой цепи. Его молекулярный вес колеблется в интервале 23000-26000.

Пленка, изготовленная из лавсана, обладает малой гигроскопичностью, низкой газопроницаемостью, высокой жиро- и маслопроницаемостью. Лавсан не растворяется в обычных, широко применяемых органических растворителях, однако при $t \geq 80^\circ\text{C}$ растворяется в феноле, м-кризоле, диметилформамиде, о-дихлорбензоле, нитробензоле и некоторых других низкомолекулярных веществах, а также при кипячении в 70%-ном водном растворе капролактама /12/. Концентрированные щелочи, а также азотная кислота, при длительном воздействии (или высоких температурах) разрушают лавсановую пленку. Серная кислота также способна деструктировать и растворять полимер.

Для изготовления ядерных фильтров была использована конденсаторная пленка, которую выпускает сейчас отечественная промышленность. Эта пленка имеет близкую к 50%-ой, почти не изменяющуюся от партии к партии, степень кристаллизации, что весьма важно при изготовлении фильтров, т.к. скорости травления облученного аморфного и кристаллического лавсана сильно различаются /14/. Закристаллизованная и плоскостно-ориентированная пленка характеризуется высокой прочнос-

^{х)} Другие коммерческие названия этого материала: млар, дагран, меллинекс, хостафан, мерлон, хронар. Далее будет использовано наиболее распространенное название "лавсан".

тью по отношению к многократному изгибу, растяжению, удару; она имеет практически стабильные механические свойства в широком диапазоне температур от -70 до $+150^{\circ}\text{C}$. Эти свойства позволяют использовать для изготовления фильтров пленки толщиной 3-10 мк.

Лавсан довольно устойчив к солнечному свету; поглощение лавсаном ультрафиолета резко возрастает при переходе к длинам волн $\lambda \approx 2950\text{А}$, меньшие длины волн практически целиком поглощаются пленками /15/ .

В отношении радиационной стойкости лавсан проявляет заметные нарушения механической прочности при дозе облучения около $5 \cdot 10^8$ рад (в то время как у поликарбоната эта доза составляет около $2 \cdot 10^8$ рад, у полистирола $\sim 2 \cdot 10^9$ рад, у эфиров целлюлозы $\sim 10^6$ рад). При действии облучения в присутствии кислорода полимер деструктурирует, степень кристалличности уменьшается или полностью исчезает, что сильно зависит от дозы, природы и температуры облучения /16/ .

С помощью последующего травления сквозные отверстия в облученной лавсановой пленке можно получить при условии, что используемые для облучения заряженные частицы на всем своем пути в пленке будут иметь удельные потери энергии, большие пороговые ($> 4,5$ Мэв.см²/мг; см. табл. I).

Для облучения пленок использовались ионы ксенона с энергией около 1 Мэв/нуклон, получаемые с помощью ускорителя У-300. Удельные потери энергии таких ионов в лавсане в среднем составляют приблизительно 60 Мэв/см²/мг, пробег - около 17 мк (рис. 2).

ИЗМЕРЕНИЕ ДИАМЕТРА ПОР И ПОРИСТОСТИ ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ.

Диаметр пор D и пористость $P = \frac{\pi}{4} D^2 N$, где N - число пор на 1 см² поверхности пленки, являются основными вели-

чинами, определяющими свойства ядерных фильтров (толщина фильтра в нашем случае фиксирована и составляет около 10 мк). Поэтому прежде, чем переходить к обсуждению режимов травления пленки и свойств получаемых таким образом фильтров, рассмотрим способы измерения D и S .

Мы использовали два метода: с помощью оптического микроскопа и путем измерения проницаемости фильтра по отношению к газовому потоку.

Первый метод позволяет непосредственно измерять диаметры пор $D \geq 0,5$ мк (см. рис. 3). Меньшие значения D можно определить путем экстраполяции кривых зависимости диаметра от времени травления (см. ниже). Как показывают контрольные измерения с помощью сканирующего электронного микроскопа, таким путем можно измерять диаметры по крайней мере вплоть до $D \approx 0,1$ мк. Пористость фильтров определяется прямым подсчетом числа пор в поле зрения микроскопа: $N = N(S)/S$, где S - просмотренная площадь.

При большой пористости фильтра возможно перекрытие отдельных пор и соответствующих фильтрующим каналов, что приводит к несколько уменьшенной пористости S и увеличению "эффективного диаметра пор" D по сравнению с "абсолютными значениями", определяемыми с помощью микроскопа /16/.

"Эффективные значения" S и D можно определить на основе известного выражения Пуазейля-Кнудсена для расхода газа, протекающего через систему капилляров /16-18/

$$V = V_{\text{пуазейль}} + \xi V_{\text{кнудсен}} = a \Delta \left(1 + b \frac{\lambda}{D} \right) \quad (I)$$

Здесь V - расход газа через единицу поверхности фильтра за единицу времени;

$$a = \frac{\pi P D^2}{64 \eta l} \quad (2)$$

где l - длина капилляра, η - вязкость газа;

$$\Delta = \frac{P_1^2 - P_2^2}{P_1} = \frac{2\bar{P} \cdot \Delta P}{\bar{P} + \Delta P/2} \quad (3)$$

где P_1 - входное, P_2 - выходное, $\bar{P} = (P_1 + P_2)/2$ - среднее давление в капилляре, $\Delta P = P_1 - P_2$ - перепад давления на фильтре;

$$b = \frac{256}{9\pi} \xi \quad (4)$$

где $\xi \sim 1$ - определяемый предварительными калибровочными измерениями эмпирический коэффициент (так называемая постоянная Ашпума /17/, для воздуха $\xi \approx 0,9$; λ - средний свободный пробег молекул газа в капилляре.

Если в качестве газа использовать азот или воздух, давление измерять в атмосферах, а температуру t° - в градусах Цельсия, то:

$$\eta(t^\circ)_{\text{воздух}} = 2,54 \frac{273,1 + t^\circ}{385 + t^\circ} 10^{-4} \text{ пуаз} = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ пуаз при } t^\circ = 20^\circ \text{C}$$

$$\eta(t^\circ)_{\text{азот}} = 2,40 \frac{273,1 + t^\circ}{377 + t^\circ} 10^{-4} \text{ пуаз} = 1,77 \cdot 10^{-4} \text{ пуаз} \quad - \text{ " } -$$

$$\lambda(t, \bar{P})_{\text{воздух}} = 3,36 \frac{273,1 + t^\circ}{\bar{P} [\text{атм}]} 10^{-8} \text{ см} = \frac{9,86}{\bar{P} [\text{атм}]} 10^{-6} \text{ см} \quad - \text{ " } -$$

$$\lambda(t, \bar{P})_{\text{азот}} = 3,25 \frac{273,1 + t^\circ}{\bar{P} [\text{атм}]} 10^{-8} \text{ см} = \frac{9,52}{\bar{P} [\text{атм}]} 10^{-6} \text{ см} \quad - \text{ " } -$$

Практически расход газа V удобно измерять в единицах литр/сек, вязкость - в единицах 10^{-4} пуаз, D , λ , l - в микронах. В этом случае

$$V[\text{л/сек}] = 31,7 \frac{P(D_{\text{смк}})^2}{\eta[10^{-4} \text{ пуаз}] \cdot l_{\text{смк}}} \cdot \left(\frac{\bar{P} \cdot \Delta P}{\bar{P} + \Delta P/2} \right)_{\text{атм}} \left(1 + \frac{0,598 \xi}{D_{\text{смк}} \cdot P_{\text{атм}}} \right) \quad (5)$$

Измерение расхода V при двух значениях пар давлений $(\bar{P}_1, \Delta P_1)$ и $(\bar{P}_2, \Delta P_2)$ определяет систему двух уравнений для двух неизвест-

ных D и P , решение которой гает

$$D = 0,893 \left\{ \frac{F_2 - F_1}{F_1 \bar{P}_2 - F_2 \bar{P}_1} \right\}, \quad (6)$$

где $F_i \equiv F(P_i) = V(\bar{P}_i) / \Delta P_i$

При этом мы учли, что в силу хорошо известного соотношения

$PV = RT$ можно сделать замену $V_i \cdot P_I = (V_i)$ показание расхода $\cdot P_I$
 $P_I = 1$ атм. домера при $P_I = 1$ атм

Пористость

$$P = 3,16 \cdot 10^2 \frac{2\ell}{D^2} \cdot \frac{F}{P} / \left(1 + \frac{0,893 \cdot \xi}{P \cdot D} \right) \quad (7)$$

(единицы измерений те же, что в формуле (5)).

Практически, для увеличения точности результатов по экспериментальным значениям F_i методом средних квадратов следует определить коэффициенты функции $F(\bar{P}) = a + b\bar{P}$.

Тогда, положив $\bar{P}_1 = 0$ и $\bar{P}_2 = 1$ атм и заметив, что $\bar{P} = P_2 + \frac{\Delta P}{2} \approx P_2$, выражение (6) можно представить в простом виде:

$$D = 0,893 \left\{ \frac{F(\bar{P}=1) - F(\bar{P}=0)}{F(\bar{P}=0)} \right\} \quad (8)$$

Если теперь учесть /17/, что коэффициент

$$\xi = \frac{1 + 12,72 \cdot \bar{P}[\text{атм}] \cdot D[\text{мм}]}{1 + 15,70 \cdot \bar{P}[\text{атм}] \cdot D[\text{мм}]},$$

то из (8) получим более точное (иттерационное) значение D .

Следует, однако, заметить, что выражения (6), (7) дают хорошую точность лишь при условии переходного режима, когда пуазейлевский и мутсенсовский члены в формуле (1) сравнимы по своей величине, т.е. когда величина $\gamma = b \frac{\lambda}{D}$ не слишком отличается от единицы. В противном случае даже небольшие погрешности в измерениях расхода и давлений газа приводят к большим ошибкам в величине D_i . (В пределах ошибок ΔD_i значение D_i в (6) мо-

жет получиться даже отрицательным). Физически это означает, что при выбранных значениях \bar{P} и ΔP реализуется пуазейлевский или чисто кнутсеновский режим течения газа и из соотношения (1) (или (5)) можно соответственно определить лишь произведение PD^2 ($\gamma \leq 0,1$) или PD ($\gamma \geq 10$).

Для каждого значения D существует область давлений \bar{P} , где величина D может быть определена независимо от \mathcal{P} (см. рис.5).

На рис.6 приведено сравнение измеренных "абсолютных" и "эффективных" диаметров пор при различных режимах травления и плотностях облучения. Как видно из рисунка, при больших значениях N и D (большая пористость) величина $D_{эф}$ значительно больше $D_{абс}$.

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ УЛЬТРАФИОЛЕТОМ

Как уже отмечалось выше, лавсан практически полностью поглощает ультрафиолетовое излучение с длиной волны $\lambda < 2950\text{Å}$, поэтому для облучения пленки использовались лампы, имеющие высокую спектральную яркость в диапазоне больших длин волн: $\lambda \approx 3000 - 3600\text{Å}$.

Изучалась степень изменения диаметра пор и толщины самого фильтра от продолжительности облучения ультрафиолетом. Результаты измерений для лавсановых пленок, облученных ионами ксенона, приведены на рис.7 и 8. (В качестве источника ультрафиолета использовались выпускаемые промышленностью лампы ЛЭ).

Из кривых рис.7, 8 видно, что при определенной длительности облучения (в данном случае ≈ 4 часов) изменения ΔD и Δe становятся постоянными и дальнейшее увеличение времени облучения уже не дает эффекта. Зависимость влияния ультрафиолетовых лучей на величину диаметра пор $D_{эф}$ при разной плотности облучения можно наблюдать также из кривых рис.7

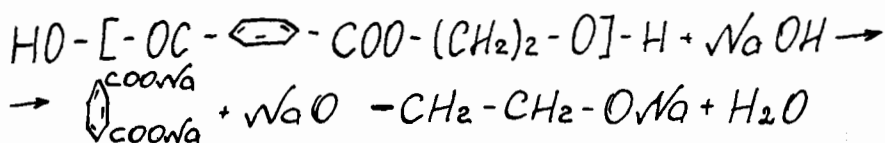
РЕЖИМЫ ТРАВЛЕНИЯ ОБЛУЧЕННЫХ ПЛЕНОК

В качестве травителя использовались водные растворы NaOH . Концентрация растворов щелочи контролировалась по плоскости раствора денсиметром с точностью $\pm 0,1\%$. Температура раствора поддерживалась постоянной в пределах $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Было изучено влияние концентрации и температуры щелочи, а также продолжительности травления на величину диаметра пор; изучалась избирательность травления. Результаты приведены на рис. 6, 9, 10, 11, 12. (Во всех опытах перед травлением проводилось 4-х часовое облучение ультрафиолетом).

Из рис. 9 и 10 видно, что увеличение концентрации щелочи более заметно сказывается на избирательности травления при высоких температурах. Следует также отметить высокую чувствительность скорости травления пор и самой пленки к изменению температуры щелочи (рис. 11, 12).

Травление лавсана в щелочи идет по схеме:



Продукты этой реакции растворимы в воде, но при длительности травления образуется осадок, свидетельствующий о насыщении раствора продуктами реакции. Поскольку это может сказаться при длительном использовании раствора, мы специально исследовали влияние продуктов реакции на скорости травления и качество пор. Для этого в растворе щелочи травилась лавсановая пленка до различной концентрации продуктов реакции. Вплоть до концентрации травимого лавсана $\approx 5\text{г/л}$ не было замечено влияния продуктов реакции на

качество фильтров.

Во всех случаях после травления пленка промывалась при 50°C в дистиллированной воде, в которую для быстрого прекращения процесса травления добавлялась уксусная кислота до концентрации $\approx 5\%$. Нейтральная реакция проверялась по индикатору. Окончательная промывка проводилась в дистиллированной воде при комнатной температуре.

ТЕРМИЧЕСКАЯ И ХИМИЧЕСКАЯ СТОЙКОСТЬ ФИЛЬТРОВ

Для определения термической стойкости используемых нами лавсановых пленок проводилось их нагревание на воздухе в термощкафу до и после процессов облучения и травления.

Линейные размеры пленок изменялись при этом следующим образом:

108°	в течение 10 час.	-	изменений нет;
150°	"-" 16 час.	-	изменение на 3%;
200°	"-" 10 час.	-	изменение на 5,5%;
250°	"-" 10 час.	-	изменение на 5,5%.

Пропускная способность и механическая прочность фильтров после таких испытаний остались прежними.

Использование ядерных фильтров для биологических исследований требует их стерилизации. С этой целью лавсановые фильтры выдерживались в автоклаве при температуре 120°C в течение 15 и 30 мин. Видимых изменений фильтров не обнаружено; их пропускная способность также не изменилась.

Как уже отмечалось выше, лавсановые пленки обладают весьма высокой химической стойкостью. В частности, в работе 121 была показана высокая устойчивость лавсана к потоку кислорода при различных температурах; а также по отношению к

таким сильным растворителям, как диоксан.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенные данные позволяют получить представление о характере зависимости пористости и толщины ядерных фильтров от основных параметров, определяющих методику их изготовления.

Следует, однако, иметь в виду, что для пленок, изготовленных на различных заводах, эти зависимости в количественном отношении могут несколько различаться. Это обстоятельство необходимо учитывать при составлении технологических прописей.

ПОПИСИ К РИСУНКАМ

Рис.1. Влияние облучения ультрафиолетом на избирательность травления треков различных ионов с различной величиной ионизационных потерь в поликарбонате 191 .

t - время облучения ультрафиолетом, $\nu = \Delta E / \Delta x$ - ионизационные потери.

Рис.2. Кривая пробег-энергия для ионов ксенона в лавсане.

Рис.3. Микрофотография пор в лавсановой пленке, облученной ионами ксенона.

Верхний рис. получен с помощью оптического микроскопа;

$$D = 3,5 \text{ мк.} \quad \sqrt{\nu} \approx 10^6 \text{ ионов/см}^2;$$

Нижний рис. - результат электронной микроскопии;

$$D = 0,2 \text{ мк.} \quad \sqrt{\nu} \approx 5 \cdot 10^8 \text{ ионов/см}^2.$$

Рис.4. Схема установки для измерения пористости фильтра и диаметра пор.

1 - вакуумный насос, 2 - вентиль; 3 - буферная емкость, 4 - манометр (вакуумметр), 5 - исследуемый фильтр, 6 - дифференциальный манометр, 7 - расходомер .

Рис.5. Области Пуазейля и Кнутсена.

Сплошными и пунктирными кривыми соединены поры значений (D, \bar{P}) , соответствующие постоянным значениям коэффициента γ (при $\xi = 0,9$).

Для измерения D и \bar{P} наиболее удобна область между пунктирными кривыми.

Рис.6. Изменение диаметра пор в зависимости от времени травления в 20%-ом растворе NaOH при температуре t° и плотности облучения ν . (Ультрафиолетовое облучение - 4 часа).

Кривая 1	- $D_{абс}$, $t^{\circ}=60^{\circ}C$, $\sqrt{N} \approx 5 \cdot 10^6$	ионов/сек.
"	2	- $D_{абс}$, $t^{\circ}=42^{\circ}C$, $\sqrt{N} \approx 5 \cdot 10^6$ --
"	3	- $D_{эф}$, $t^{\circ}=60^{\circ}C$, $\sqrt{N} \approx 5 \cdot 10^6$ --
"	4	- $D_{эф}$, $t^{\circ}=60^{\circ}C$, $\sqrt{N} \approx 5 \cdot 10^7$ --
"	5	- $D_{эф}$, $t^{\circ}=60^{\circ}C$, $\sqrt{N} \approx 5 \cdot 10^8$ --

Кривые 1 и 2 ("абсолютные значения" диаметра) построены по данным, полученным с помощью оптического микроскопа; остальные кривые ("эффективные значения" диаметра) - по точкам, полученным с помощью формул (6), (7).

Рис.7. Влияние продолжительности облучения ультрафиолетом на величину диаметра пор D .

Травление производилось в течение 20 мин. в 20%-ом растворе \sqrt{NaOH} при температуре $43^{\circ}C$.

Величина D определялась с помощью формул (6), (7) путем пропускания сквозь фильтр потока воздуха.

Рис.8. Уменьшение толщины фильтра Δl в зависимости от продолжительности облучения его ультрафиолетом.

Условия травления те же, что и для данных рис. 7).

Рис.9. Влияние концентрации \sqrt{NaOH} в травящем растворе на величину диаметра пор. $D_{абс}$ в лавсановой пленке, предварительно облученной в течение 4 часов ультрафиолетовым светом.

Кривая 1 - время травления 1 час при $60^{\circ}C$.

Кривая 2 - время травления 3 часа при температуре $42^{\circ}C$.

Рис.10. Влияние концентрации (с) \sqrt{NaOH} в травителе на избирательность травления при различных температурах раствора.

V_1 - скорость травления вдоль трека,

V - скорость травления пленки.

Рис.11. Влияние температуры щелочи на величину диаметра пор. при различной концентрации растворов NaOH .
Продолжительность травления - 1 час.

Рис.12. Зависимость скорости травления лавсановой пленки в 20% растворе NaOH от температуры.

В.В. В.

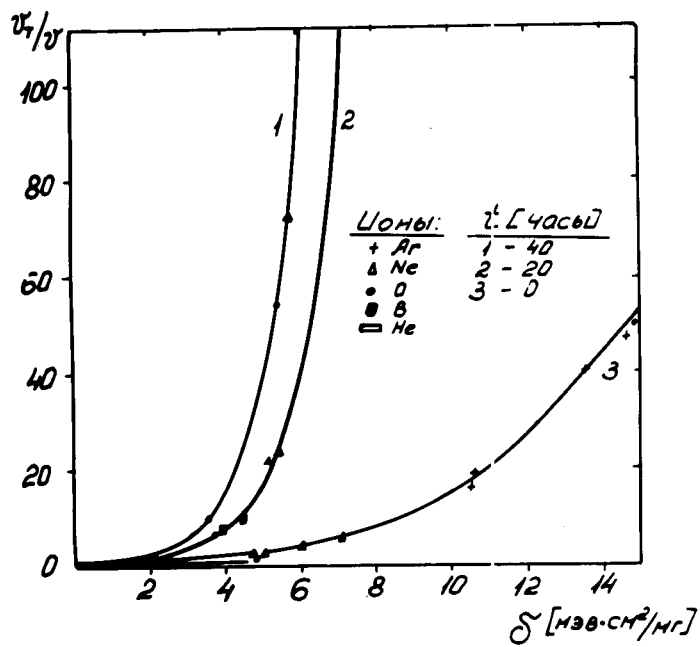


Рис.1

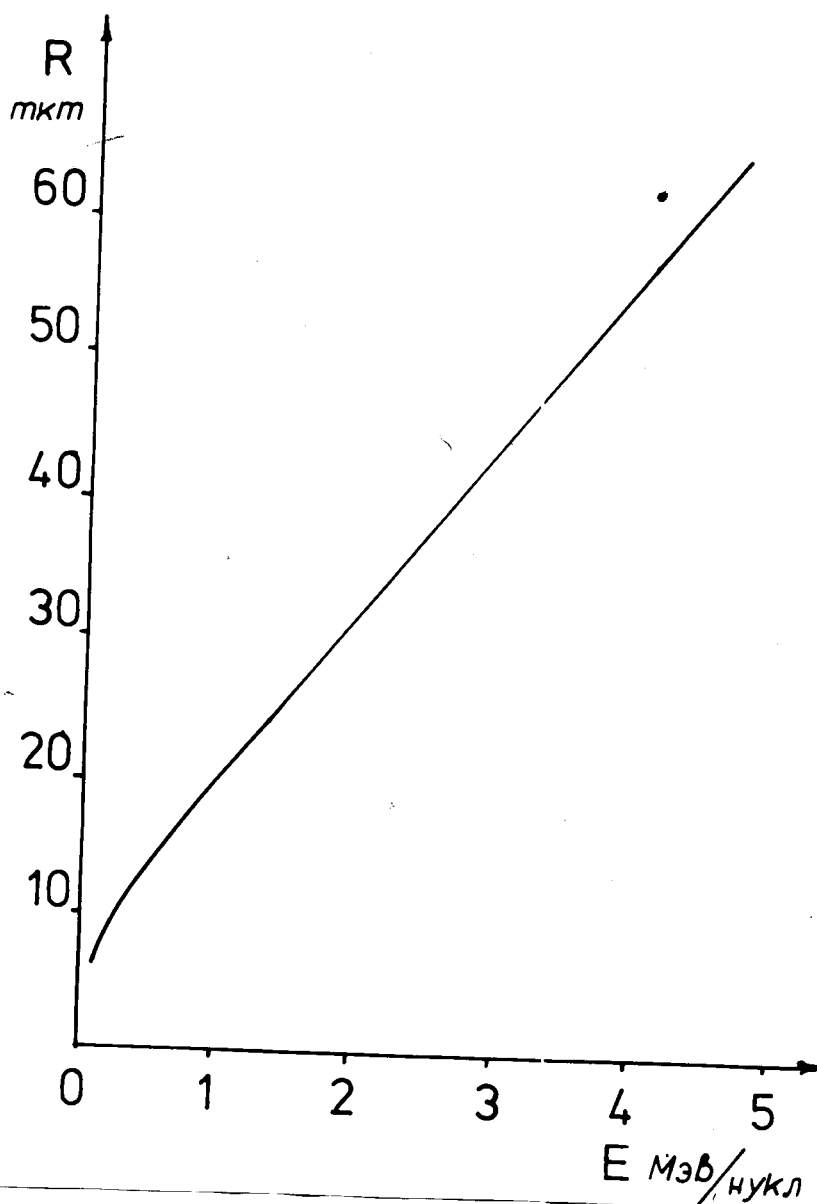


Рис.2

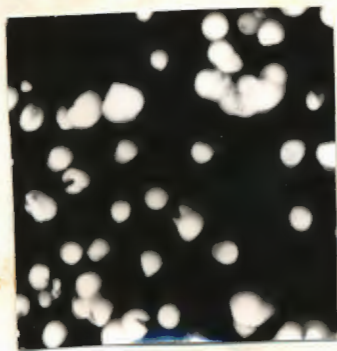
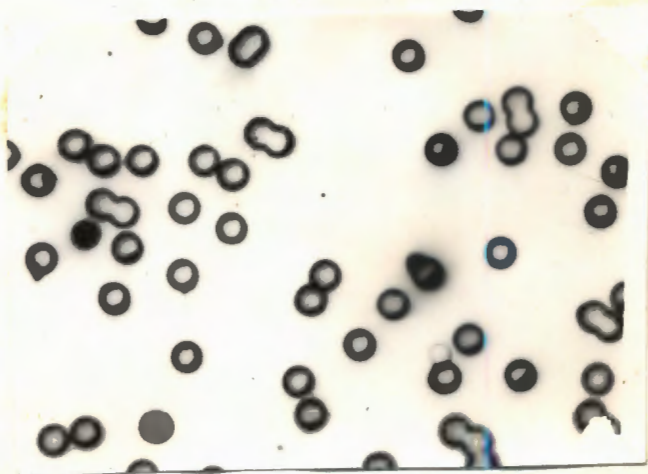


Рис. 3

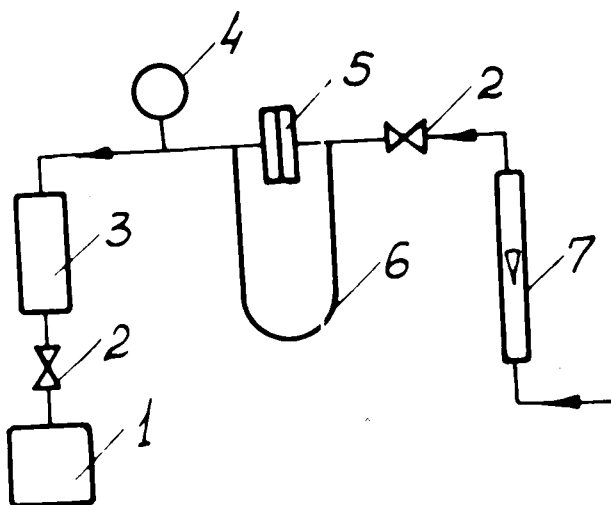


Рис. 4

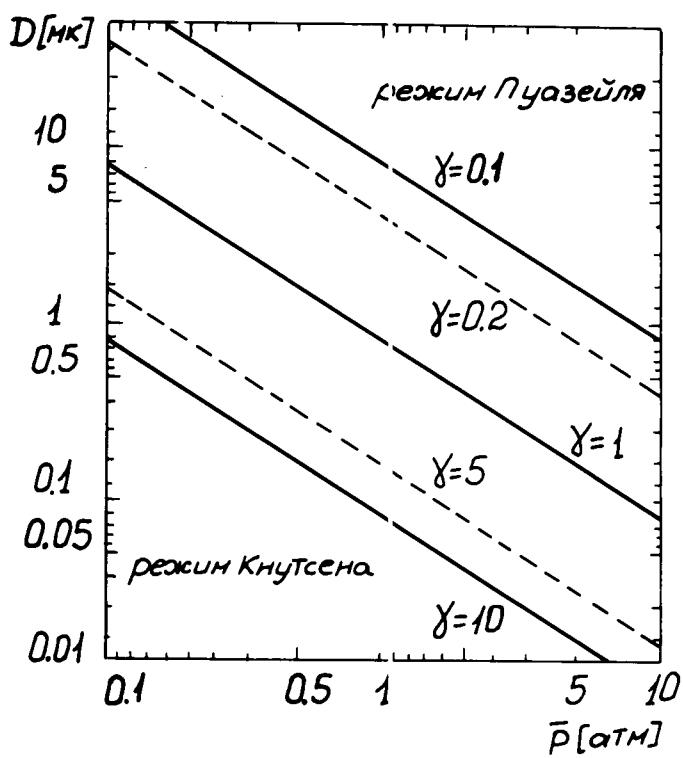


Рис. 5

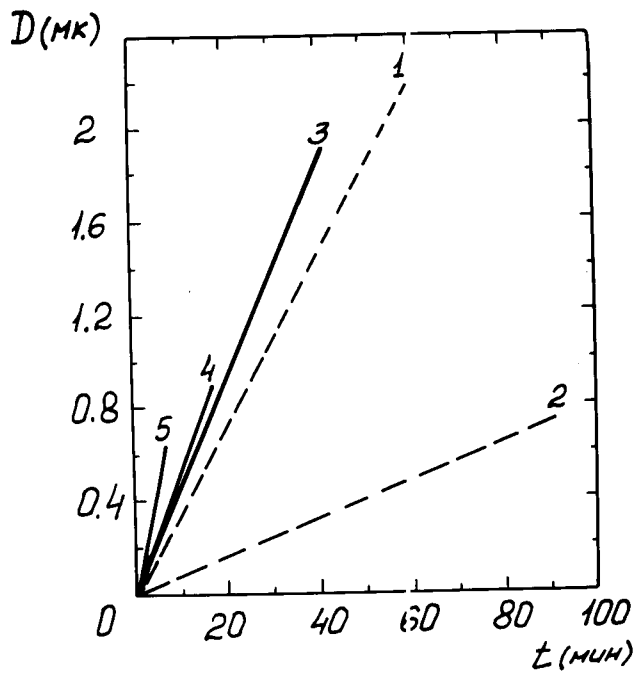


Рис. 6

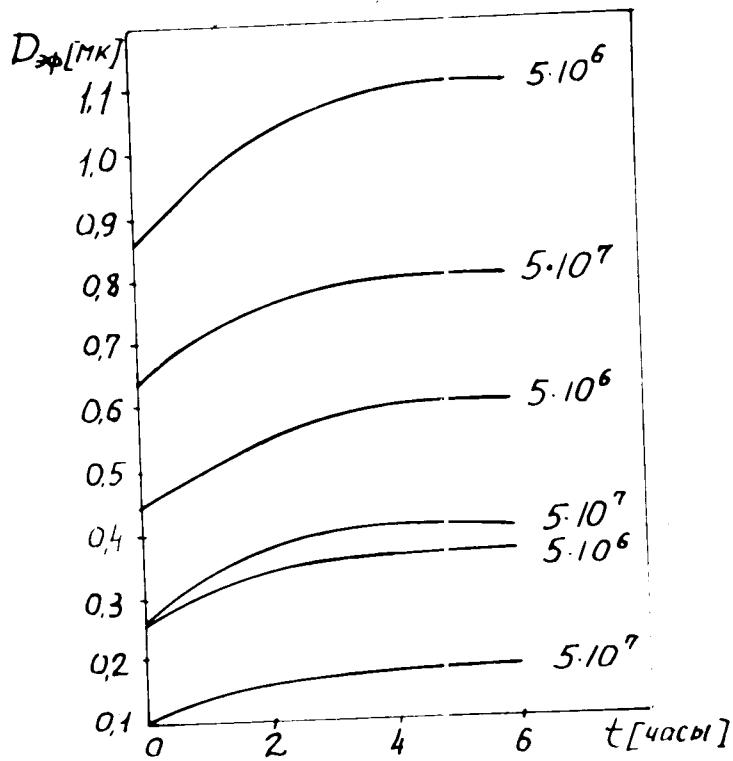


Рис. 7

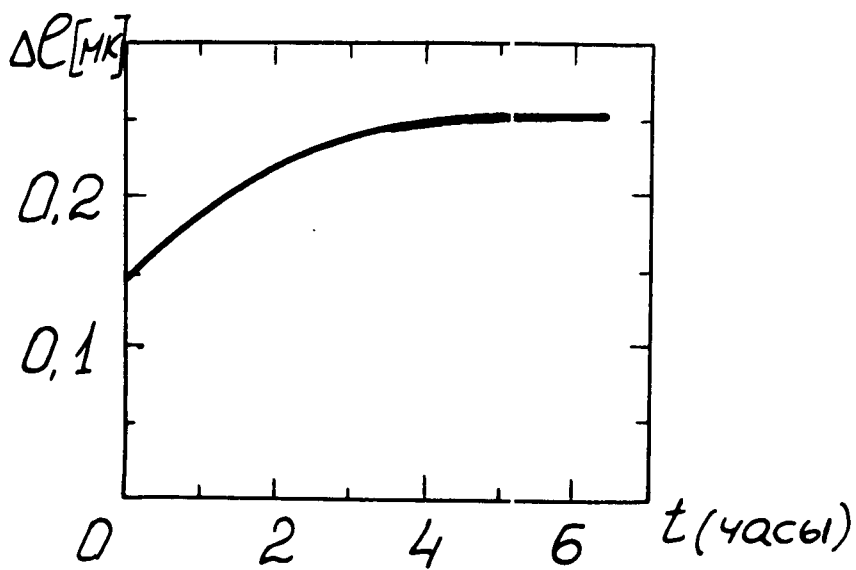


Рис. 8

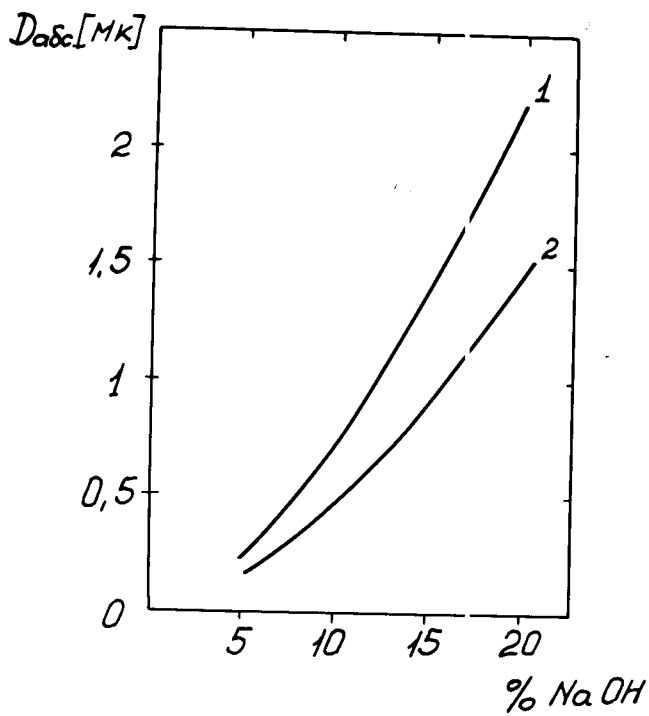


Рис. 9

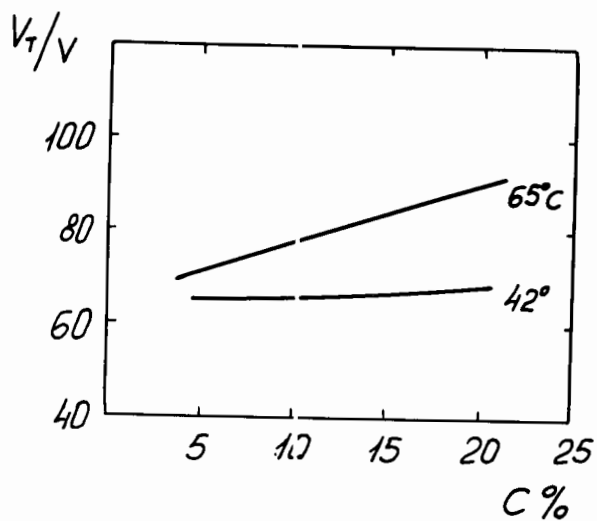


Fig. 10

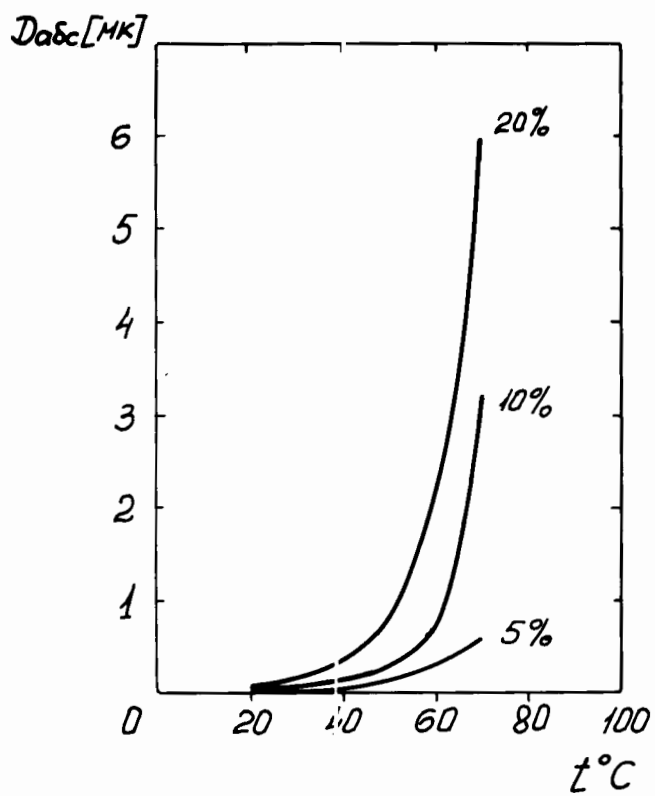


Fig. 11

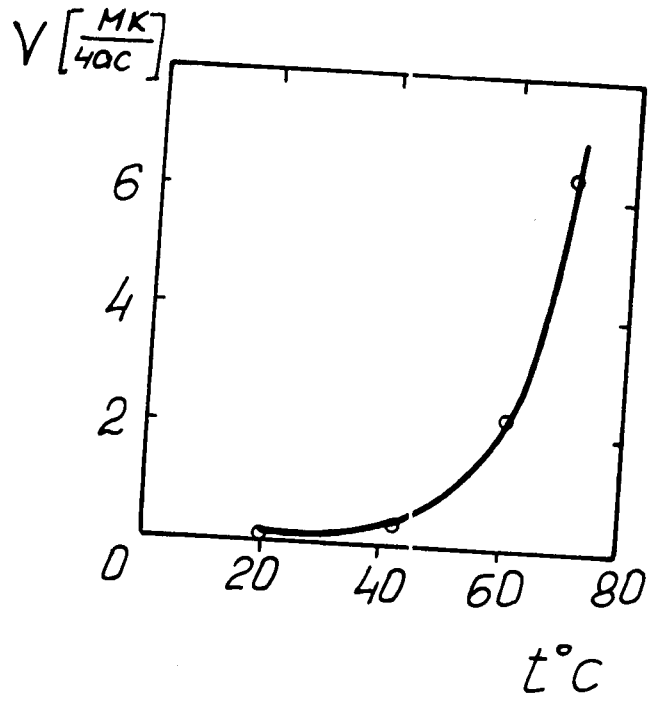


Рис. 12

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Тезисы докладов I Всесоюзной конференции по мембранным методам разделения смеси, 30.У. - I.VI.1973, Москва.
2. В.С.Барашенков, В.А.Кузнецов, К.Н. Полянин, С.П.Третьякова, Г.Н.Флеров, Л.Е.Милюшев.
Депонированная публикация ОИЯИ БИ-14-7857 (1974).
3. Г.Н.Флеров, В.С.Барашенков, препринт ОИЯИ Р-14-7754, ОИЯИ, Дубна, 1974.
4. P.B.Price et al., Patent USA 3,303,085; (7.2.1967)
5. M.Monin, PNCF 68-R19, Clermont (1968)
6. J.Fain et al. Rad.Research 57,379-389 (1974)
7. R.Katz, E.Kobetich, Phys.Rev. v170,391 (1968). Rad.Effects v.3,169(1970)
8. W.T.Crawford et al. Nature 220, 1313(1968);
United States Patent 3, 612, 871(1971)
W.Engel, et al. 12th Internat confer cosmic rays, Hobart Tasmania, Australia, v 7, P.2913(1971)
9. E.V.Benton, USNRDL-TR-68-14, (1968)
10. Nucleopore. Specifications and physical properties.
Form SPP 10M 5/73, Nucleopore Corporation, Pleasanton, Calif., US
11. Я.М.Венрик, В.И.Черемных, В.И.Романенко, С.П.Третьякова.
Авторское свидетельство № 373675 (21.12.1972). Б.У. №14. 1973г
С.А.Морозова, О.А.Орлова, В.И.Черемных, Л.А.Радищева,
С.П.Третьякова.
Авторское свидетельство № 382356 (21.2.1973). Б.У. №22. 1973
12. В.В.Карнак, С.В.Виноградова. Гетероцепные полимеры. Изв.АН СССР, (1958);
13. A.Bernas et al. Proc. 8th Intern. Conf. on Nuclear Photography and Solid State Track Detectors v.1, p.300, 1972

14. П.Козлов, Г.И.Брагинский. Химия и технология полимерных пленок, М. (1965)
15. Batelle Memorial Institute, Colombos, Radiation-effects state of the art, 1965-1966, REIC Report 42 (1966)
16. M.Adzumi; Bull.Chem.Soc.of Jap.12, 292 (1937)
17. С.Дэшман. Научные основы вакуумной техники, гл.II, Инлит, М.,(1950)
18. K.Spurny et al. Collection Czechoslovak Chemic. Communications v.33, no.11, 3679 (1968)