

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA

Prototyp hybridních laminátů s vysokým radiačním stíněním

v rámci projektu

CZ.01.1.02/0.0/0.0/20_321/0024291

Výzkum a vývoj vysoce odolných hybridních laminátů

Záměrem projektu je prostřednictvím aktivit průmyslového výzkumu i experimentálního vývoje vyvinout vysoce odolné hybridní lamináty představujících kombinaci speciálních vlastností.



EVROPSKÁ UNIE

Evropský fond pro regionální rozvoj

OP Podnikání a inovace pro konkurenceschopnost



**MINISTERSTVO
PRŮMYSLU A OBCHODU**

Obsah

1. Cíle	3
2. Vývoj kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním (1. fáze řešení)	3
2.1. Teoretický výpočet lineárních koeficientů zeslabení – matematické modelování.....	3
2.2. Příprava kompozitní vrstvy	4
2.3. Stanovení lineárního součinitele zeslabení částicových kompozitů	22
2.4. Výsledky testování.....	22
2.5. Shrnutí	26
3. Optimalizace granulometrie Bi_2O_3 pro maximální plnění v kompozitní vrstvě (2. fáze řešení)	27
3.1. Metody pro úpravu granulometrie Bi_2O_3	27
3.2. Charakterizace.....	28
3.3. Vyhodnocení vlivu podmínek mletí na granulometrii a maximální stupeň plnění kompozitu Bi_2O_3	28
3.4. Aplikace upraveného plniva Bi_2O_3 v částicovém kompozitu	33
3.5. Shrnutí	38
4. Příprava prototypu hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním (3. fáze řešení)	39
4.1. Příprava hybridních laminátů se zvýšeným radiačním stíněním	39
4.2. Charakterizace – stanovení lineárního součinitele zeslabení	42
4.3. Výsledky testování.....	42
4.4. Shrnutí	43
5. Závěr	44

1. Cíle

Cílem průmyslového výzkumu a experimentálního vývoje bylo vyvinutí hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním. Míra radiačního stínění vyvíjených materiálů byla sledována na základě vyhodnocených parametrů **lineárního součinitele zeslabení μ (cm^{-1})**, který je definován jako absorpční schopnost materiálu vůči γ -záření o různých energiích nuklidů ^{241}Am (59 keV), ^{137}Cs (661 keV) a ^{60}Co (1173 keV a 1332 keV). Důležitým kritériem pro dosažení cílů projektu byla **aplikace netoxických a radioaktivních prvků prostých plniv s vysokou mírou radiačního stínění**.

2. Vývoj kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním (1. fáze řešení)

Cílem fáze 1 vývoje hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním je vývoj receptury kompozitní vrstvy, která plní v hybridním laminátu funkční složku, tj. část laminátu zodpovědnou za odolnost vůči radiačnímu záření. Cílem je posouzení vybraných anorganických plniv s různým chemickým složením a morfologií na základě stanovení lineárního součinitele zeslabení při interakci s výše uvedenými nuklidy ^{241}Am (59 keV), ^{137}Cs (661 keV) a ^{60}Co (1173 keV a 1332 keV).

2.1. Teoretický výpočet lineárních koeficientů zeslabení – matematické modelování

K matematickému modelování lineárních koeficientů zeslabení byl využit software umístěný na <https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1-t.html>. Výpočet je založen na známých lineárních součinitelích zeslabení prvků a jejich přepočty podle složení. Slouží k orientačnímu stanovení lineárních součinitelů zeslabení před přípravou vzorků a experimentálním stanovením experimentálních hodnot lineárních součinitelů zeslabení.

Tab. 1. Složení a vypočtené lineární součinitele zeslabení pro energie použitých zářičů ^{241}Am , ^{60}Co a ^{137}Cs

Složení (hm%)	UP	UPG	UPEG	UPGB	UPBS	UPEGBS	UPB2	UPBO	DSBO
C	0,7526	0,7897	0,7547	0,5015	0,4704	0,6286	0,4704	0,4704	0,2992
H	0,0086	0,0072	0,0085	0,0054	0,0054	0,0071	0,0054	0,0054	0,0034
O	0,2302	0,1952	0,2281	0,3052	0,2467	0,2366	0,2056	0,1825	0,1561
N	0,0030	0,0025	0,0030	0,0019	0,0019	0,0025	0,0019	0,0019	0,0012
Al		0,0250		0,0144					
B				0,0167					
Ba				0,0804	0,2207	0,0977			
S			0,0001		0,0515	0,0229			
Si		0,0250		0,0712					0,0028
Sb							0,3133		
Bi								0,3364	0,5350
Energie (keV)	Lineární koeficient zeslabení (cm^{-1})								
^{241}Am 59	0,1699	0,1741	0,1699	0,8618	2,0500	1,0040	2,2990	1,7830	2,7330
^{137}Cs 661	0,0778	0,0776	0,0778	0,0772	0,0769	0,0774	0,0762	0,0872	0,0928
^{60}Co 1173	0,0593	0,0591	0,0593	0,0585	0,0574	0,0585	0,0569	0,0596	0,0598
^{60}Co 1332	0,0555	0,0554	0,0555	0,0547	0,0538	0,0548	0,0533	0,0554	0,0553

2.2. Příprava kompozitní vrstvy

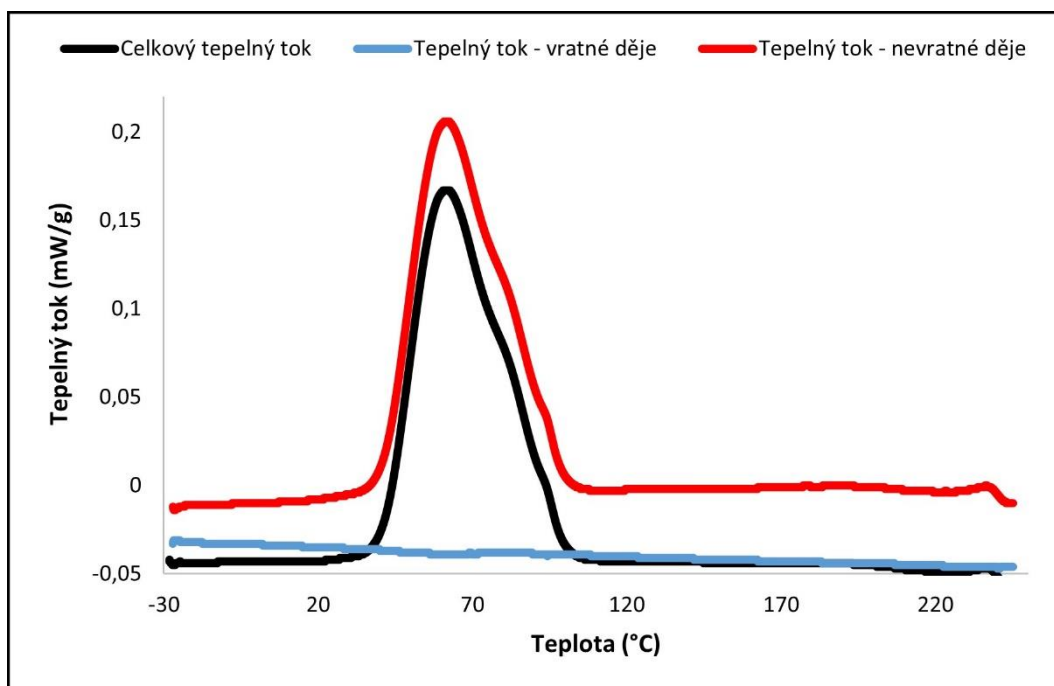
Částicové kompozity byly připraveny homogenizací vybraného plniva nebo plniva a aditiv pomocí hřídelové míchačky IKA RW16, poté následoval přídavek peroxidu Peroxan ME 50 a odlévání do silikonových forem. Zkušební tělesa částicových kompozitů byla připravena odléváním do silikonových forem o rozměrech tvarové dutiny 100×100×10 mm. Seznam jednotlivých částicových kompozitů je uveden v Tab. 2.

Tab. 2. Seznam prototypů kompozitů pro hybridní laminát se zvýšeným radiačním stíněním.

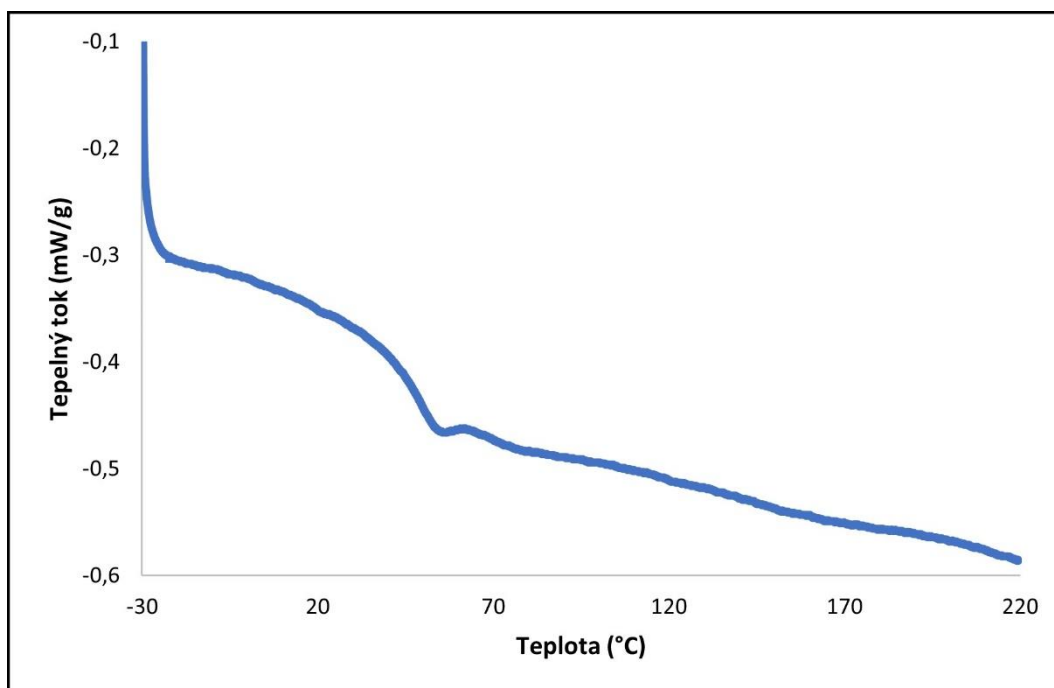
Vzorek	Popis
Základní vzorek (UP)	Pryskyřice Synolite 1100-P-1
UPG	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 20 phr mletého grafitu
UPEG	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 1 phr expandovaného grafitu
UPGB	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 60 phr mletého barnatého skla
UPBS	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 60 phr BaSO ₄
UPEGBS	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 20 phr BaSO ₄ + 0,5 phr expandovaného grafitu
UPB2	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 60 phr Sb ₂ O ₃
UPBO	Částicový kompozit – pryskyřice Synolite 1100-P-1 + 60 phr Bi ₂ O ₃
DSBO	Částicový kompozit – pryskyřice Poly DS-1629 + 150 phr Bi ₂ O ₃ + 1,5 phr pyrogenní siliky

Podmínky vytvrzování částicových kompozitů byly optimalizovány a pro jednotlivé vzorky ověřovány pomocí diferenciální kompenzační kalorimetrie (DSC). Na Obr. 1 je ilustrační křivka DSC měření vytvrzování vzorku UPBO v modulovaném módu (-30–250 °C, rychlost ohřevu 2,5 °C/min, perioda 60 s, amplituda 0,3 °C). Z křivky pro nevratné děje (červená), mezi něž proces vytvrzování patří, je patrný exotermní pík vytvrzování s maximální rychlostí při teplotě 61,6 °C. Na základě naměřených DSC dat byly nastaveny podmínky vytvrzování: T_{lab}/24 h + 70 °C/8 h dovytvrzení.

Nastavené podmínky vytvrzování byly ověřeny pomocí DSC měření vytvrzených vzorků. Příkladem je DSC křivka na 0 (-30–220 °C, rychlost ohřevu 3 °C/min), na které není pozorován exotermní pík, pouze teplota skelného přechodu $T_g = 48,8$ °C, která charakterizuje fázový přechod materiálu ze skelného stavu do stavu kaučukovitě-elastického.

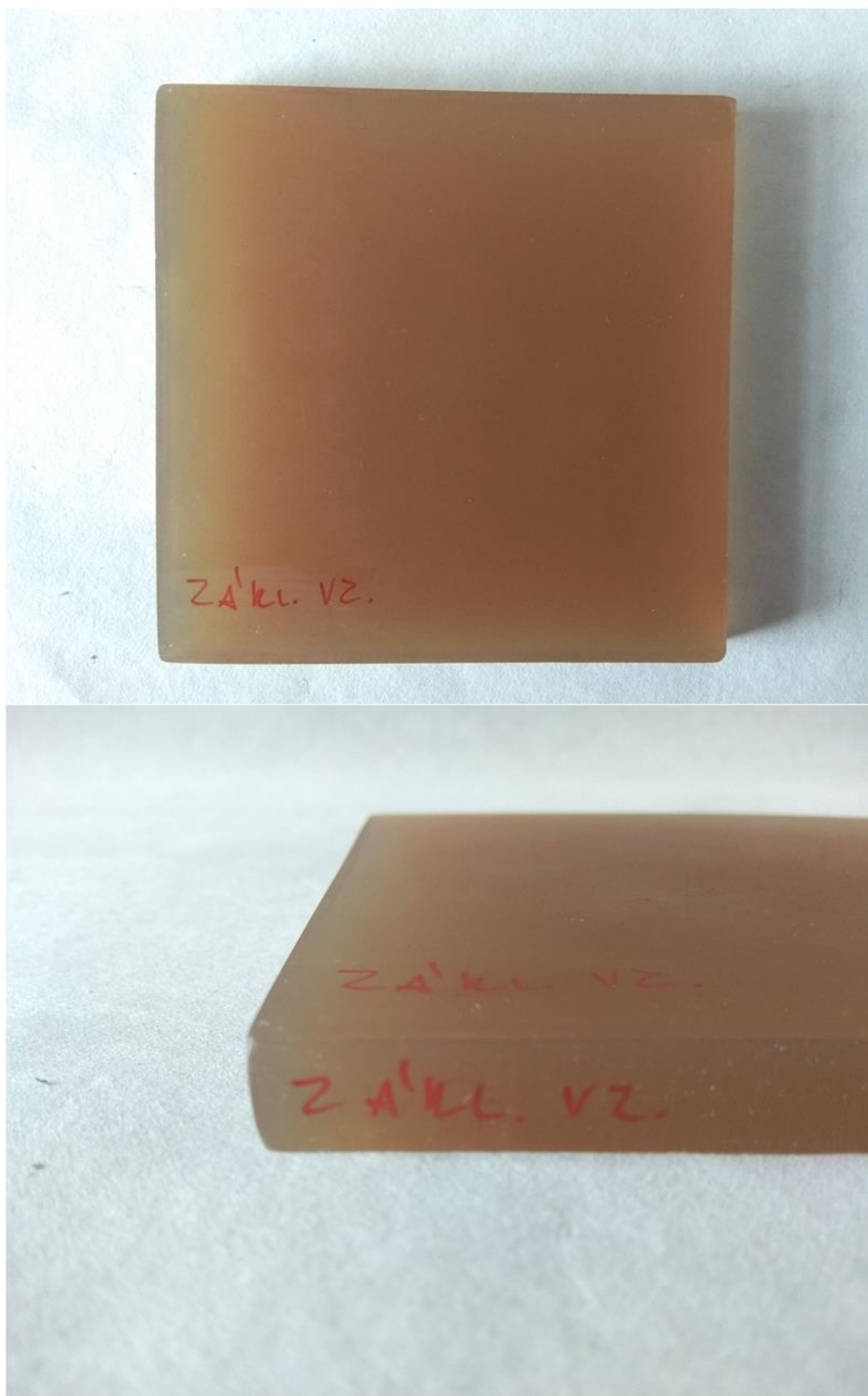


Obr. 1. MDSC křivka procesu vytvrzování částicového kompozitu UPBO.



DSC křivka vytvrzeného částicového kompozitu UPBO – vytvrzování $T_{lab}/24\text{ h} + 70\text{ °C}/8\text{ h}$ dovytvrzení.

Makroskopické snímky připravených vzorků částicových kompozitů pro stanovení lineárního součinitele zeslabení jsou zobrazeny na Obr. 2–Obr. 10.



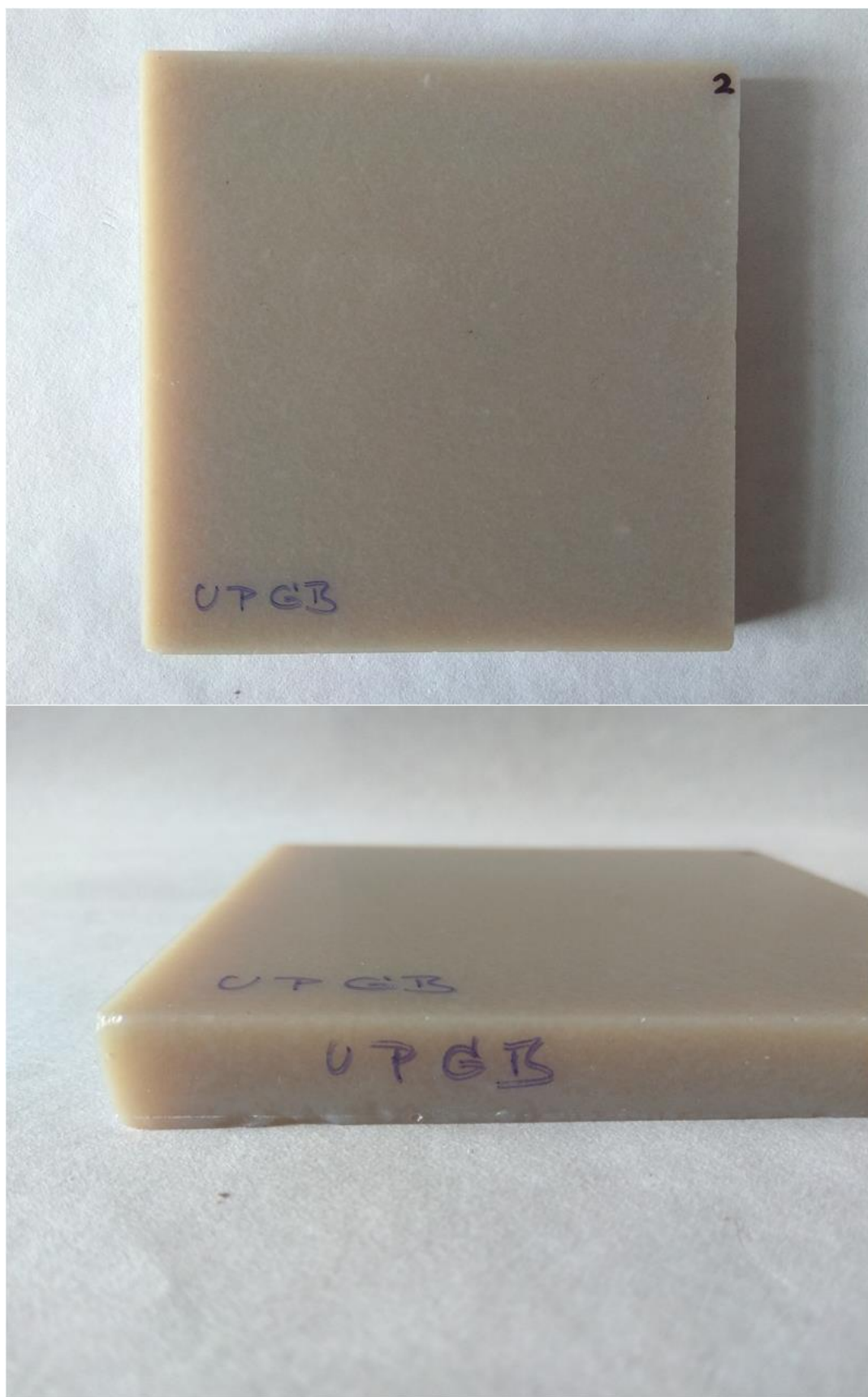
Obr. 2. Testovací základní referenční vzorek (pryskyřice Synolite 1100-P-1) pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



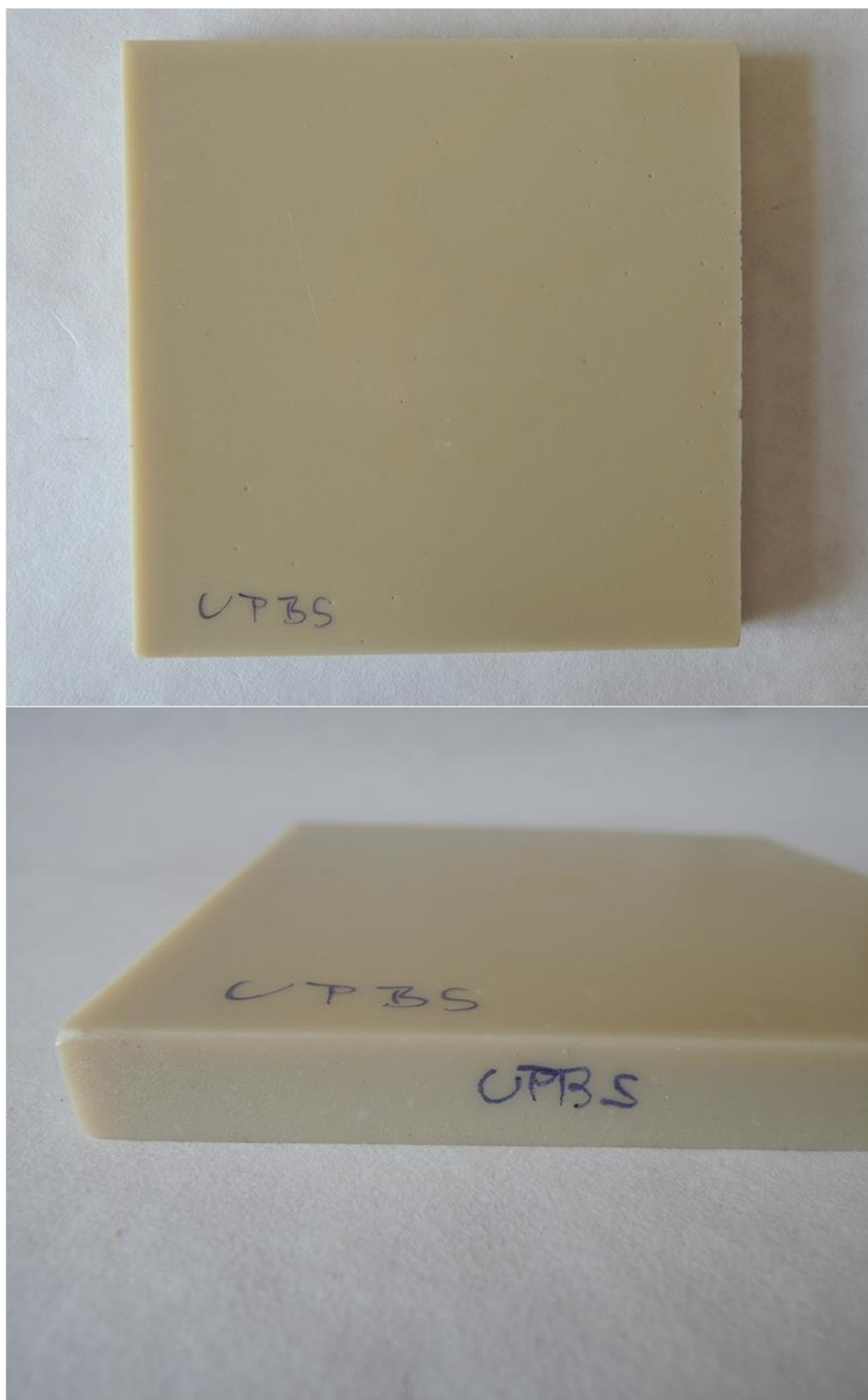
Obr. 3. Testovací vzorek částicového kompozitu UPG pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



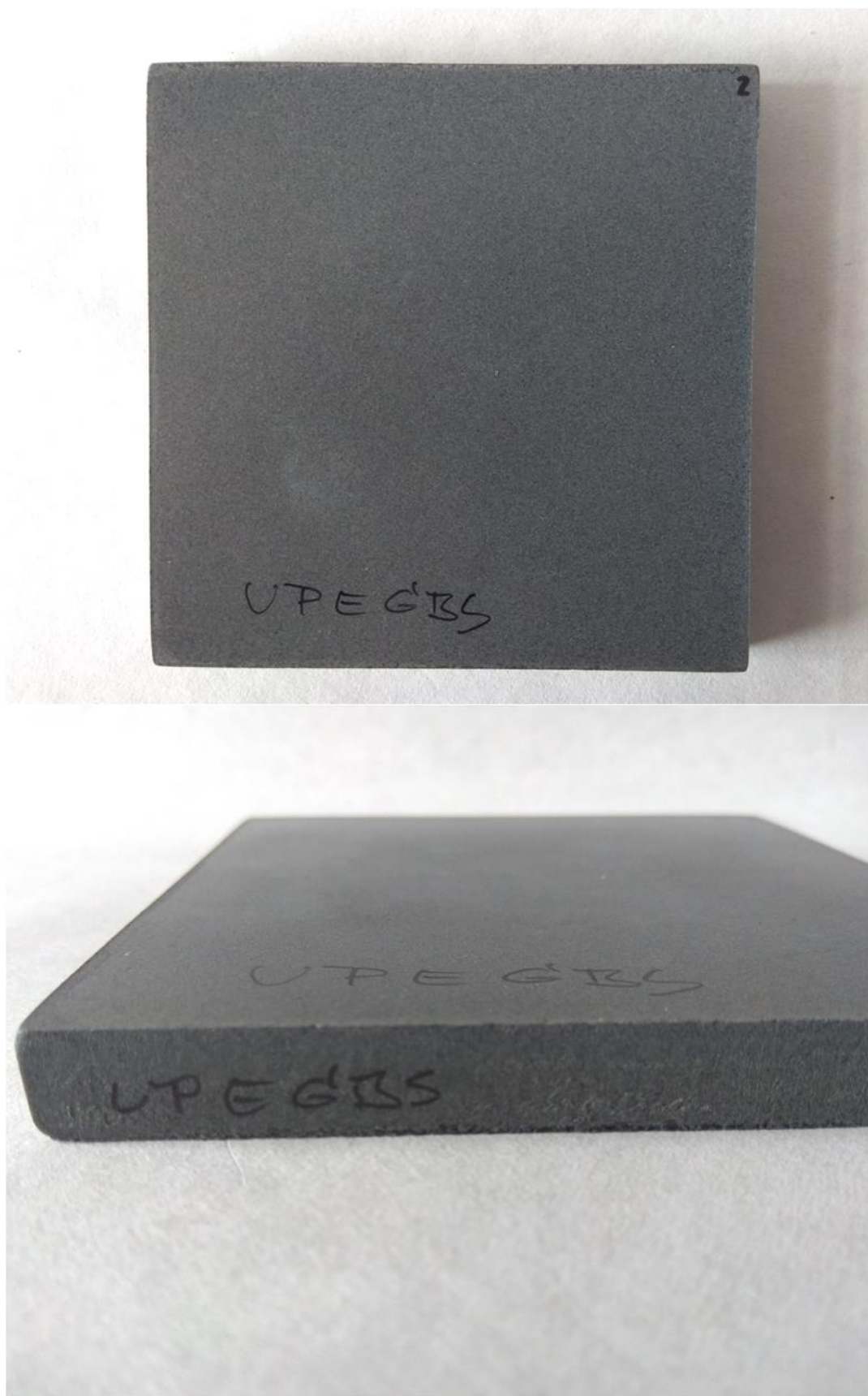
Obr. 4. Testovací vzorek částicového kompozitu UPEG pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



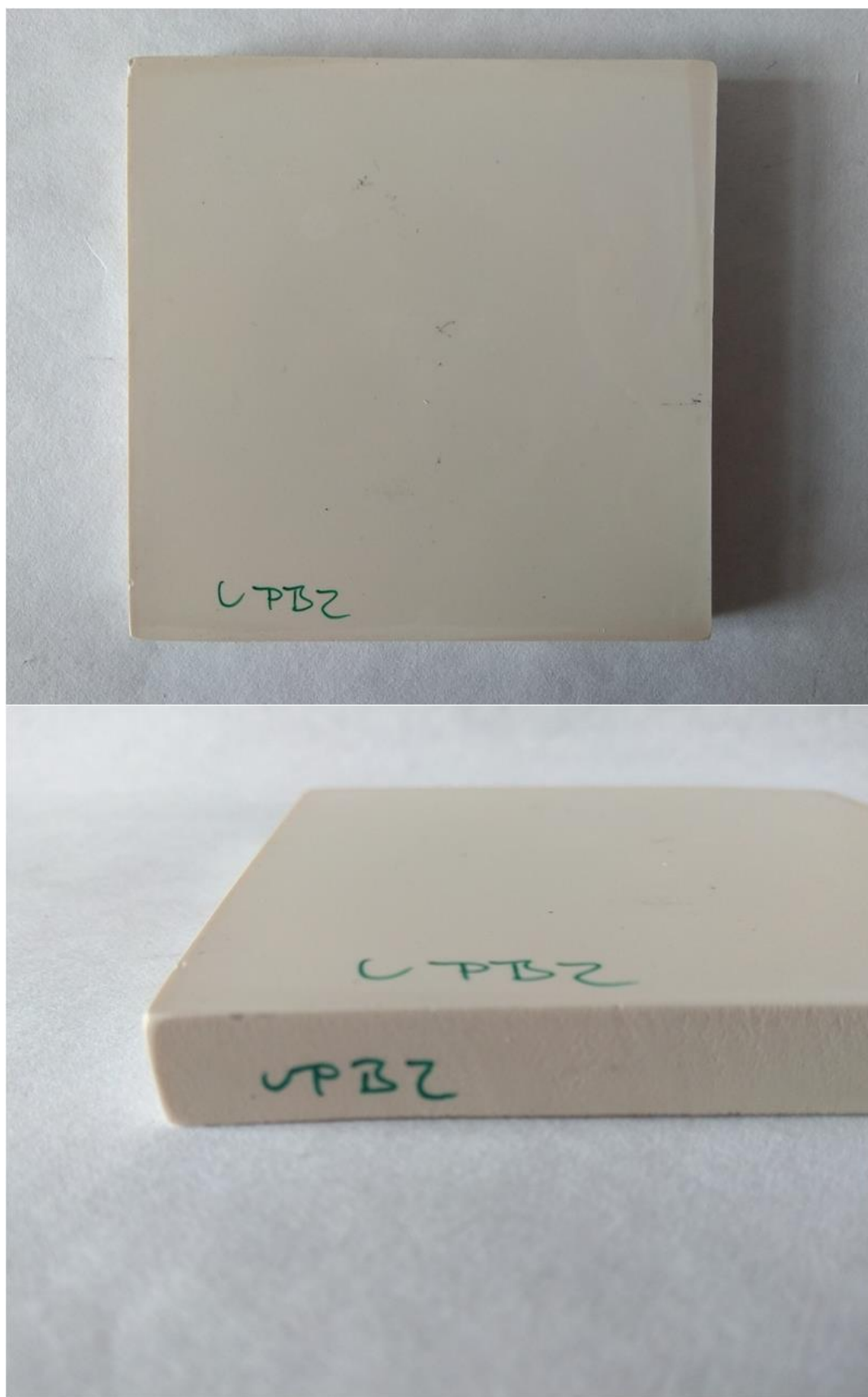
Obr. 5. Testovací vzorek částicového kompozitu UPGB pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



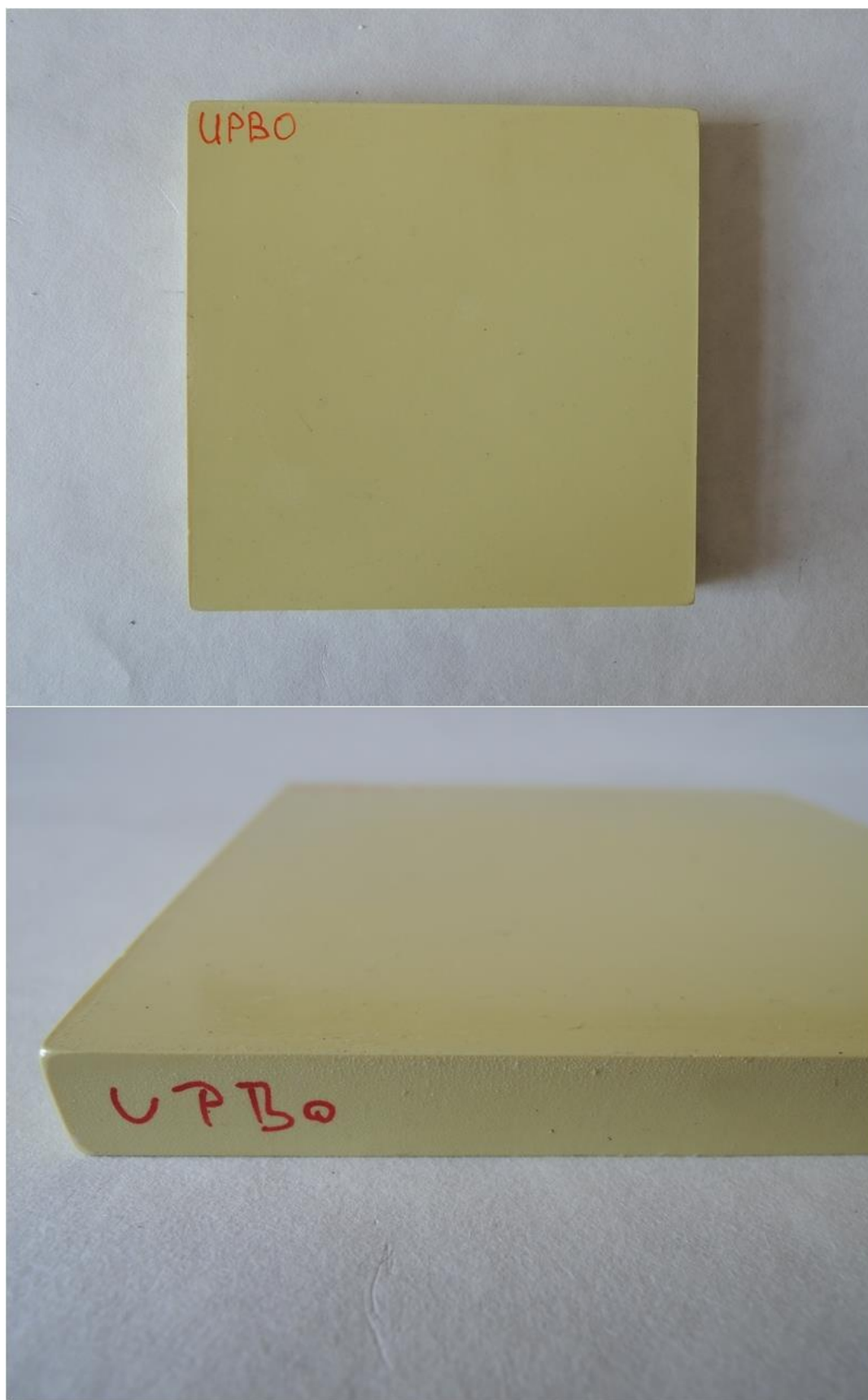
Obr. 6. Testovací vzorek částicového kompozitu UPBS pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



Obr. 7. Testovací vzorek částicového kompozitu UPEGBS pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



Obr. 8. Testovací vzorek částicového kompozitu UPB2 pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



Obr. 9. Testovací vzorek částicového kompozitu UPBO pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



Obr. 10. Testovací vzorek částicového kompozitu DSBO pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.

Pro vybrané vzorky částicových kompozitů byla pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM) pozorována morfologie lomové plochy pro vyhodnocení dispergace plniva v pryskyřici a morfologie kompozitu.

Vzorek srovnávací pryskyřice Synolite 1100-P-1 byl podroben křehkému lomu a na snímcích na Obr. 11 je vidět šíření typického křehkého lomu v několika směrech a rovinách. Pryskyřice neobsahuje plnivo, jedná se o homogenní strukturu vytvrzeného reaktoplastu.

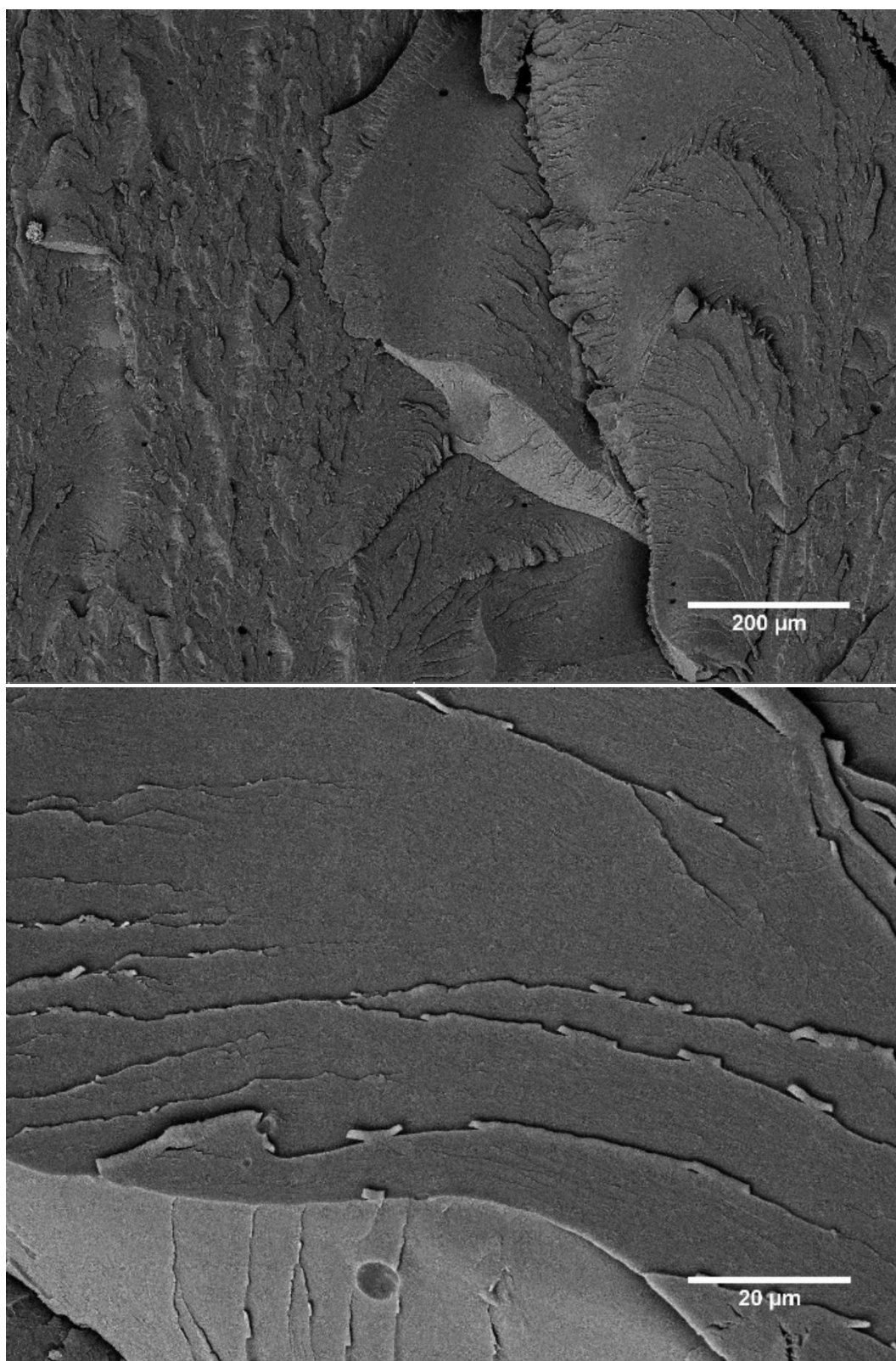
Na Obr. 12 je zobrazena morfologie pryskyřice plněné expandovaným grafitem (UPEG). Expandovaný grafit (EG) je s pryskyřicí výborně kompatibilní, což dokumentuje rovinné šíření lomu matricí i EG. Na fázovém rozhraní mezi plnivem a matricí je patrná výborná adheze a částečně lze pozorovat i penetraci matrice do pórů plniva. Vzhledem ke skutečnosti, že nedochází k exfoliaci EG v průběhu zpracování do kompozitu, a velikosti částic EG v řádu stovek mikrometrů, je výsledná struktura kompozitu spíše heterogenní.

Snímky vzorku s barnatým sklem (UPGB) jsou uvedeny na Obr. 13. Při nižším zvětšení jsou patrné oblasti bohaté na BG a oblasti bez BG. Může to být pravděpodobně způsobenou vysokou viskozitou při aplikaci BG a granulometrií skelných částic BG. Na snímku oblasti s BG při větším zvětšení jsou patrné částic BG, které jsou v celé oblasti aplikovány homogenně. Na snímku je patrná vzduchová bublina, což potvrzuje zvýšenou viskozitu při zpracování.

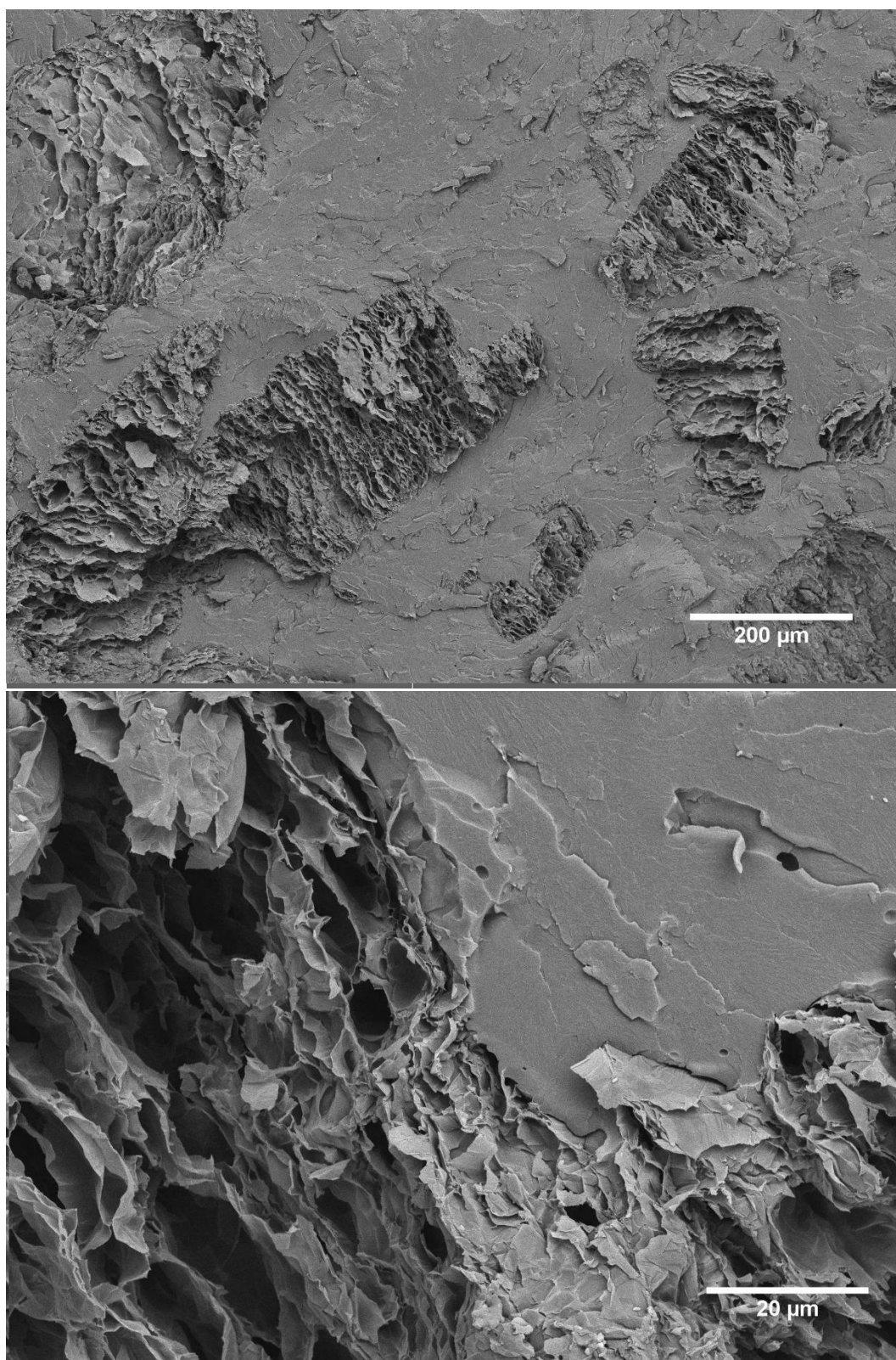
Vzorek se síranem barnatým (UPBS) je nasnímán SEM na Obr. 14, na kterém jsou patrné menší shluky v jinak poměrně homogenně dispergovaném plnivu síranu barnatém (BaSO_4) v kompozitu. Částice BaSO_4 mají velikost do 10 mikrometrů a jsou kompatibilní s matricí.

Na Obr. 15 jsou snímky vzorku UPEGBS, který obsahoval kombinaci plniv EG a BaSO_4 , jehož reologie je podobná předchozím s výjimkou absence shluků v případě BaSO_4 .

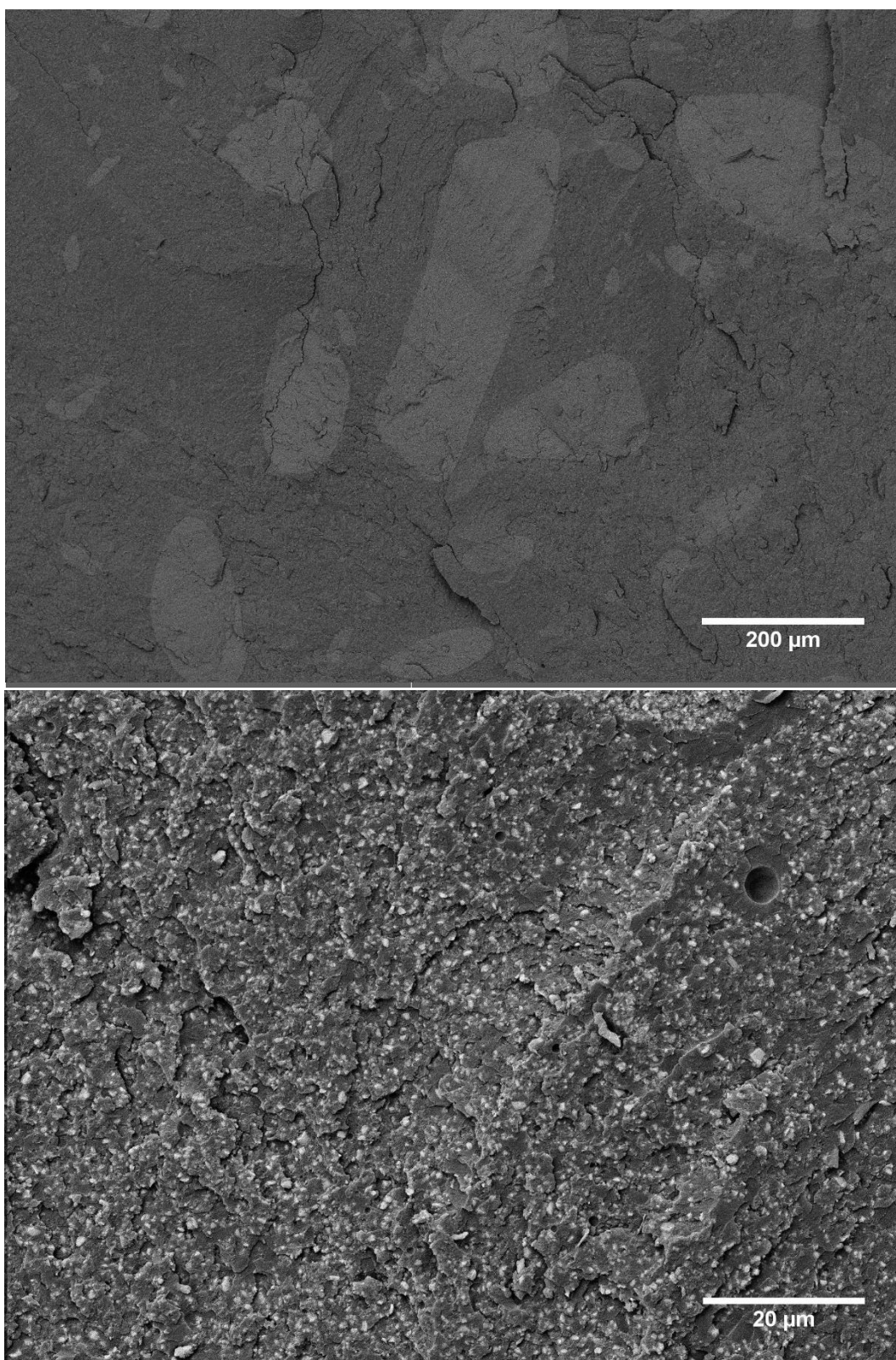
Morfologie kompozitu UPBO obsahující oxid bismutitý (Bi_2O_3) má snímky uvedené na Obr. 16, kde jsou v kompozitu patrné jehlicovité, poměrně dlouhé jehlicovité krystaly Bi_2O_3 . Na snímku je patrná orientace krystalů v jednom směru způsobená zpracováním. Lze pozorovat poměrně dobrou kompatibilitu plniva a matrice jak na porušených krystalech, které mají úhel blízký směru kolmému k lomu, tak i na krystalu, který leží v rovině lomu, rovněž místy je lom veden preferenčně matricí, a nikoliv rozhraním plniva (Bi_2O_3) a matrice.



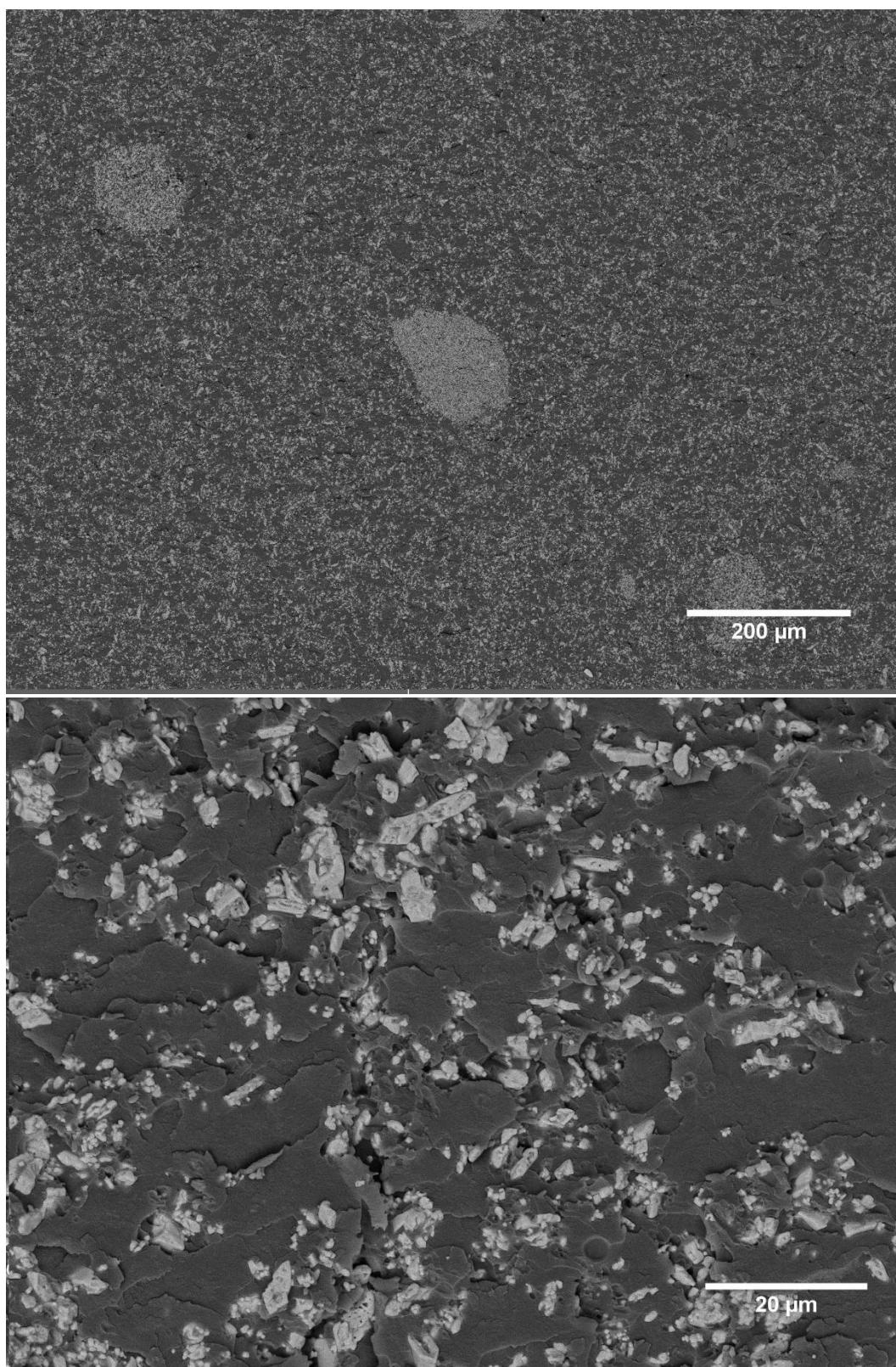
Obr. 11. SEM snímek lomové plochy základního vzorku (pryskyřice Synolite 1100-P-1), zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).



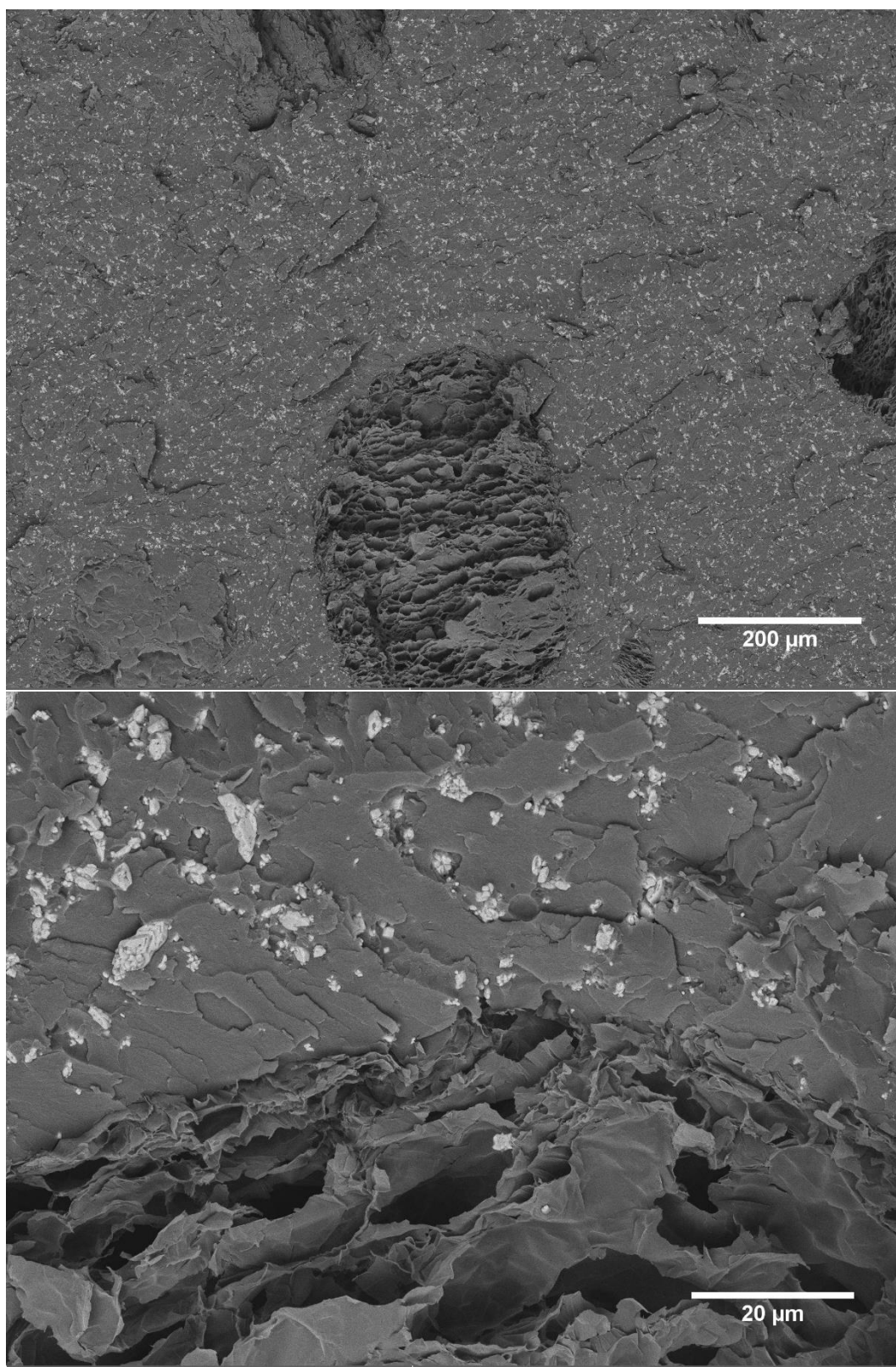
Obr. 12. SEM snímek lomové plochy vzorku UPEG, zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).



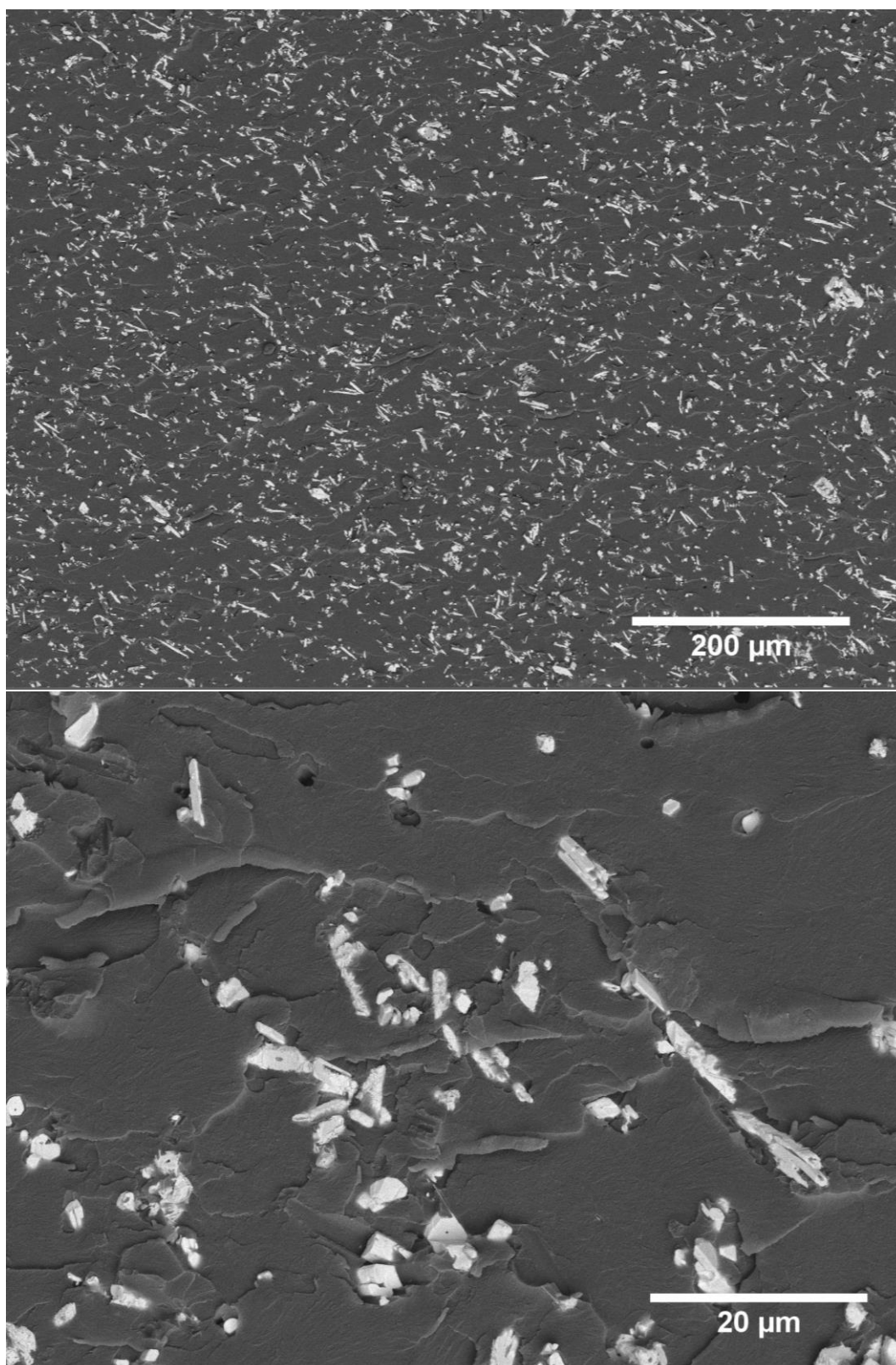
Obr. 13. SEM snímek lomové plochy vzorku UPGB, zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).



Obr. 14. SEM snímek lomové plochy vzorku UPBS, zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).



Obr. 15. SEM snímek lomové plochy vzorku UPEGBS, zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).



Obr. 16. SEM snímek lomové plochy vzorku UPBO, zvětšení 500× (nahore) a 5 000× (dole).

2.3. Stanovení lineárního součinitele zeslabení částicových kompozitů

Pro určení lineárního součinitele zeslabení μ byl použit analyzátor Ortec DSPEC 50 s HPGe detektorem Silena PCC 40 a třemi bodovými zdroji s radionuklidy ^{241}Am , ^{137}Cs a ^{60}Co . Uvedené zdroje byly umístěny do vzdálenosti 20 cm od čela detektoru (v ose detektoru) a postupně byla naměřena spektra s jednotlivými vzorky (vždy bylo kladeno současně 1 až 5 ks) spolu s nulovým vzorkem (tzn. nebyl vložen žádný vzorek). Jednotlivá spektra byla vyhodnocena a byly určeny čisté plochy píků pro jednotlivé radionuklidy. Ze stanovených hodnot byly určeny lineární součinitele zeslabení podle vztahu

$$I = I_0 \cdot e^{-x \cdot \mu},$$

kde I je počet změřených impulzů, I_0 je počet impulzů pro nulový vzorek a x je tloušťka stínění (cm). S ohledem na snížení nejistoty měření byl lineární součinitel zeslabení určen pomocí měření všech tloušťek daného vzorku s využitím lineární regrese.

Měření lineárního součinitele zeslabení bylo provedeno ve spolupráci s firmou NUVIA, a.s., Třebíč.

2.4. Výsledky testování

V Tab. 3 jsou shrnuta data z měření počtu impulzů pro vzorky kompozitních vrstev a různou tloušťku stínění pro jednotlivé radionuklidy s různou energií. Z grafického vyjádření naměřených dat (Obr. 17 Obr. 20) je patrná nejvyšší stínící schopnost vzorku SLVMB0 pro všechny testované radionuklidy, přičemž nárůst účinnosti stínění radiačního záření je v porovnání s ostatními vzorky kompozitů patrný zejména pro radionuklidy o vyšší energii – ^{137}Cs (661 keV), ^{60}Co (1173 keV) a ^{60}Co (1332 keV). Z výsledných hodnot lineárních součinitelů zeslabení (Tab. 4) je patrný nárůst radiačního stínění kompozitu SLVMB0 oproti referenčnímu vzorku o 4018 % (^{241}Am , 59 keV), 511 % (^{137}Cs , 661 keV), 418 % (^{60}Co , 1173 keV) a 404 % (^{60}Co , 1332 keV). Bi_2O_3 tak v porovnání s ostatními plnivý bylo shledáno nevhodnějším pro aplikaci do kompozitní vrstvy se zvýšenou odolností proti radiačnímu záření v hybridním kompozitním laminátu.

Tab. 3. Počet naměřených impulzů pro vzorky kompozitních vrstev a tloušťku stínění.

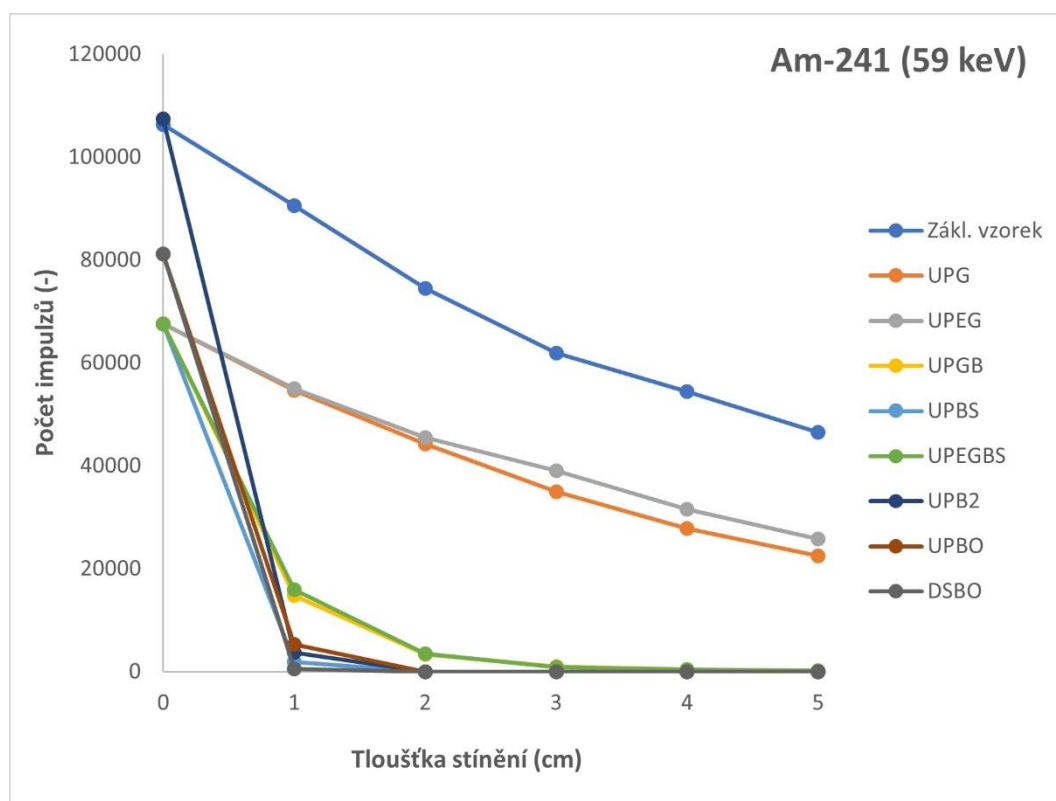
Vzorek	x (cm)	^{241}Am (59 keV)	^{137}Cs (661 keV)	^{60}Co (1173 keV)	^{60}Co (1332 keV)
Základní vzorek	0	106279	418662	199847	181629
	1	90559	383205	187347	170743
	2	74510	346130	173746	159483
	3	61897	314031	161334	148508
	4	54456	294922	153601	141753
	5	46445	269658	143409	132696
UPG	0	67611	357650	194161	176733
	1	54649	323573	181528	163638
	2	44245	292320	168720	152336
	3	34961	263438	154821	141802
	4	27865	237098	143387	131750
	5	22499	212185	131683	122123

Tab. 2. Počet naměřených impulzů pro vzorky kompozitních vrstev a tloušťku stínění – pokračování.

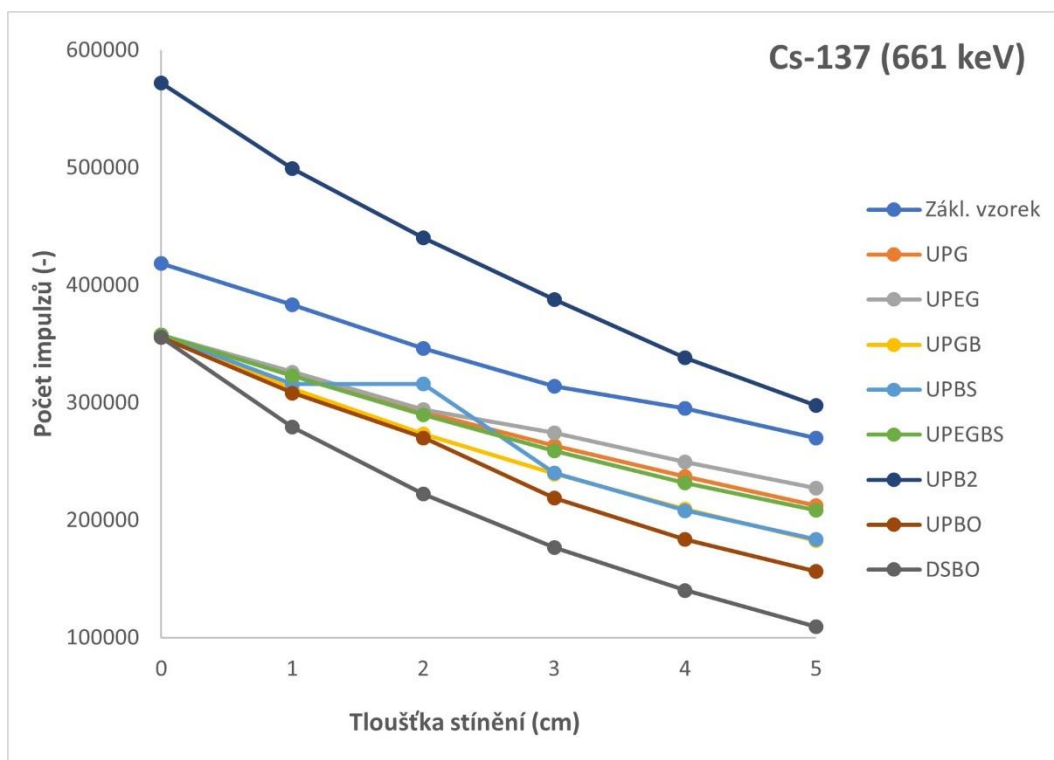
UPEG	0	67611	357650	194161	176733
	1	54937	326108	181036	166096
	2	45478	294325	169939	154644
	3	38983	274524	158973	146036
	4	31561	249763	147865	136168
	5	25767	227415	137749	128559
UPGB	0	67611	357650	194161	176733
	1	14768	312083	176214	159449
	2	3350	273588	160096	146272
	3	944	239409	143435	132184
	4	367	209325	129984	120625
	5	0	182935	117812	110181
UPBS	0	67611	357650	194161	176733
	1	1849	315782	178440	160697
	2	0	315782	178440	160697
	3	0	240102	145732	133170
	4	0	208202	131030	119746
	5	0	183486	118753	110929
UPEGBS	0	67611	357650	194161	176733
	1	15913	322817	181408	164852
	2	3517	289556	166988	152030
	3	836	259143	153257	140125
	4	399	231798	141503	130041
	5	185	208408	130293	120965
UPB2	0	107428	571953	287720	258993
	1	3737	499072	260203	236025
	2	0	440447	237126	217033
	3	0	387567	215849	198581
	4	0	338081	195915	181411
	5	0	297580	176355	165378
UPBO	0	81125	355717	201807	183043
	1	5236	308271	182273	166290
	2	0	270128	138141	128418
	3	0	219002	143948	133530
	4	0	183753	126585	120250
	5	0	156666	113811	107765

Tab. 2. Počet naměřených impulzů pro vzorky kompozitních vrstev a tloušťku stínění – pokračování.

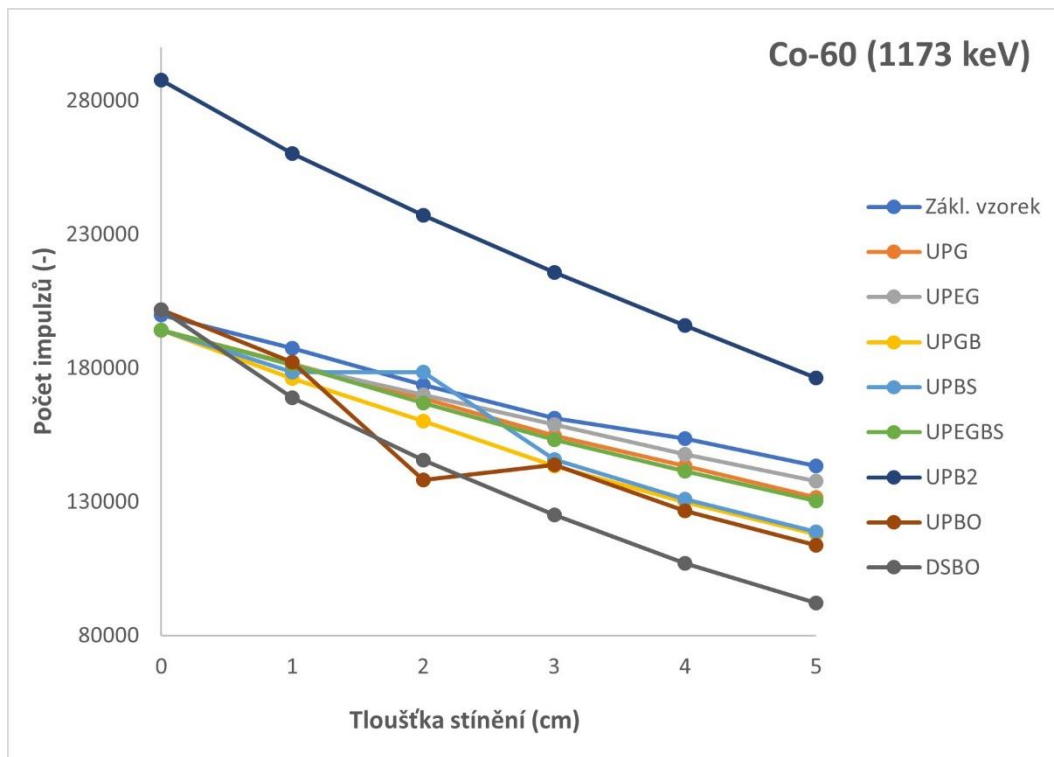
Vzorek	x (cm)	²⁴¹ Am (59 keV)	¹³⁷ Cs (661 keV)	⁶⁰ Co (1173 keV)	⁶⁰ Co (1332 keV)
		Impulzy	Impulzy	Impulzy	Impulzy
DSBO	0	81125	355717	201807	183043
	1	483	279210	168847	156094
	2	0	222229	145571	135731
	3	0	176708	125167	118873
	4	0	140332	106938	103077
	5	0	109522	92148	89603



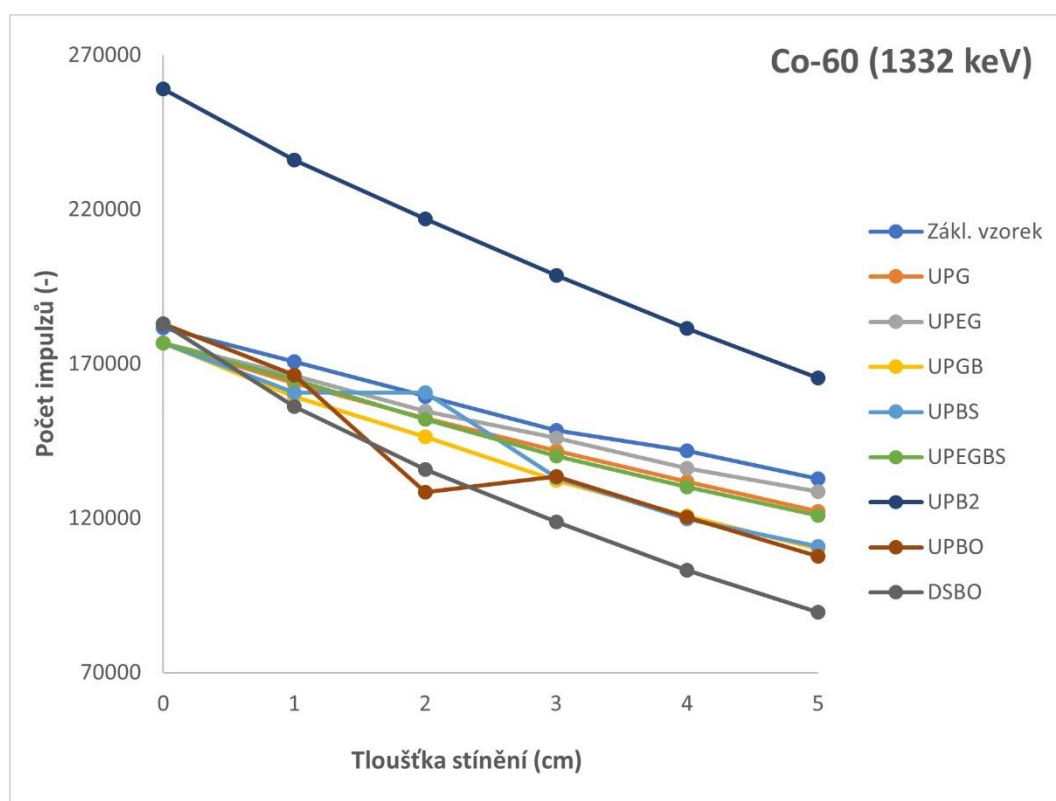
Obr. 17. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním vůči radionuklidu ²⁴¹Am (59 keV).



Obr. 18. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním vůči radionuklidu ^{137}Cs (661 keV).



Obr. 19. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním vůči radionuklidu ^{60}Co (1173 keV).



Obr. 20. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro kompozitní vrstvy se zvýšeným radiačním stíněním vůči radionuklidu ^{60}Co (1332 keV).

Tab. 4. Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení kompozitních vrstev.

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení (cm^{-1})			
	^{241}Am (59 keV)	^{137}Cs (661 keV)	^{60}Co (1173 keV)	^{60}Co (1332 keV)
UPEGbS	1,4296±0,0125	0,1076±0,0006	0,0786±0,0010	0,0761±0,0006
UPG	0,2187±0,0016	0,1029±0,0006	0,0756±0,0011	0,0738±0,0003
UPEG	0,1917±0,0027	0,0906±0,0011	0,0679±0,0004	0,0643±0,0005
UPGb	1,4514±0,0289	0,1341±0,0002	0,0998±0,0006	0,0955±0,0007
UPB2	3,3609±0,0536	0,1309±0,0006	0,0969±0,0005	0,0892±0,0004
UPBS	4,0426±0,1787	0,1369±0,0018	0,1005±0,0011	0,0945±0,0012
DSBO	5,1238±2,0220	0,2346±0,0011	0,1597±0,0020	0,1448±0,0016
UPBO	2,7486±0,0353	0,1592±0,0043	0,1152±0,0105	0,1055±0,0099
Základní vzorek	0,1706±0,0029	0,0901±0,0016	0,0674±0,0009	0,0635±0,0008

2.5. Shrnutí

Anorganické plnivo Bi_2O_3 bylo na základě nejvyšších hodnot lineárního součinitele zeslabení (vzorky DSBO, UPBO) vybráno jako nevhodnější plnivo pro další vývoj hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním. Ve 2. fázi řešení tak byla testována optimalizace receptury částicových kompozitů s obsahem Bi_2O_3 pro maximální stínění radiačního záření.

3. Optimalizace granulometrie Bi_2O_3 pro maximální plnění v kompozitní vrstvě (2. fáze řešení)

Cílem 2. fáze řešení bylo navýšení maximálního obsahu plniva Bi_2O_3 , které bylo vyhodnoceno ve fázi 1 jako nejvhodnější plnivo pro kompozitní vrstvu na základě stanovení lineárního koeficientu zeslabení. K tomuto účelu byla modifikována granulometrie prášku a stanoven maximální přípustný obsah Bi_2O_3 s ohledem na zpracovatelnost kompozitu a zvýšení radiačního stínění.

3.1. Metody pro úpravu granulometrie Bi_2O_3

Granulometrie funkčního plniva Bi_2O_3 byla optimalizována s cílem maximálního plnění v hybridním kompozitním laminátu. Pro dosažení maximální koncentrace Bi_2O_3 , které plní funkci stínění γ -záření, byla upravena granulometrie Bi_2O_3 prášku třemi experimentálními postupy:

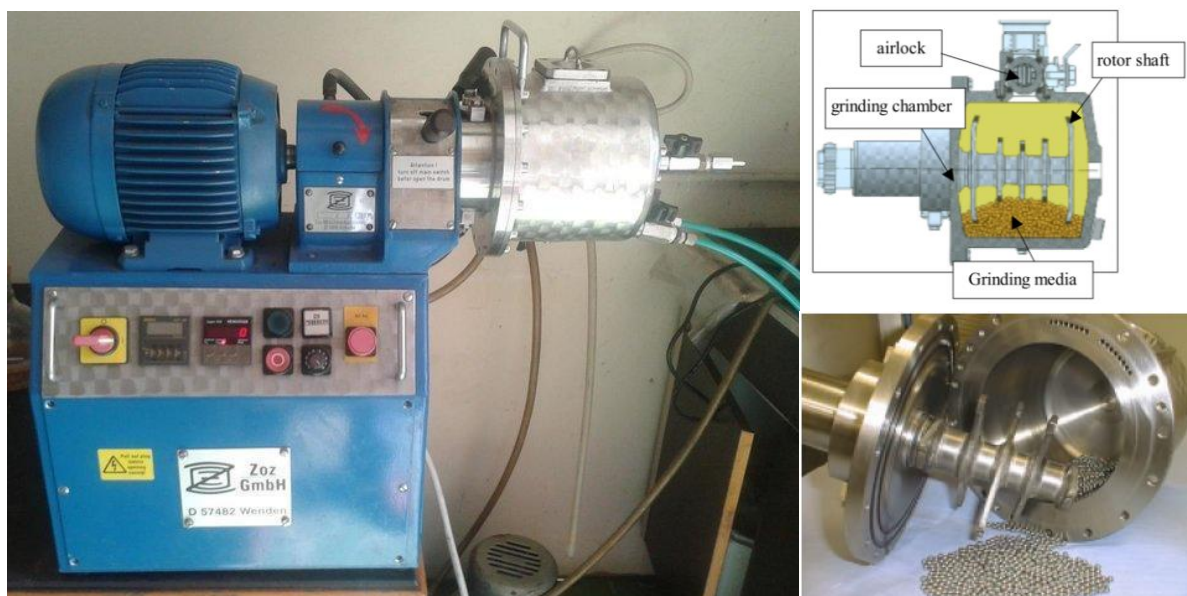
Metoda A: 100 g Bi_2O_3 bylo pomleto na jednopozicovém planetovém mlýně (Pulverisette 6, FRITSCH GmbH, Germany) ve 250 cm³ mlecí misce ze zirkoničité keramiky pomocí koulí ze slinutého korundu o průměru 15 mm s hmotnostním poměrem koule/prášek (ball-to-powder ratio, BPR) 1,65:1, 250 ot./min a doby mletí 10, 20 a 30 min.



Obr. 21. Planetový mlýn Pulverisette 6 (FRITSCH GmbH)

Metoda B: Cca 20 g Bi_2O_3 bylo pomleto v planetovém mlýně Fritsch v médiu isopropanolu (200ml) se ZrO_2 koulemi o průměru 5 mm a hmotnostním poměru koule/prášek 10/1 při rychlosti 280 ot./min po dobu 2h. Po mletí byl prášek ve formě suspenze odseparován od mlecích koulí a vysušen při 50 °C a poté 70 °C po dobu 12 h.

Metoda C: 100 g Bi_2O_3 bylo pomleto na horizontálním rotačním kulovém mlýnu (Simoloyer CM01; Zoz GmbH, Germany) pomocí nerezových koulí o průměru 4,7 mm s hmotnostním poměrem koulí a mletého prášku (ball-to-powder ratio, BPR) 10:1, 800 ot./min., doba mletí 30 min.



Obr. 22. Horizontální rotační kulový mlýn Simoloyer (Zoz GmbH)

3.2. Charakterizace

- a) Stanovení distribuce velikosti částic Bi_2O_3 laserovou difrakcí (DLS): Prášek Bi_2O_3 byl analyzován laserovou difrakcí na přístroji Horiba LA-950S ve vodném médiu. Prášek pomletý metodami (A) a (C) byl pro analýzu rozdispergován ve vodě pomocí ultrazvuku, u prášku pomletého metodou (B) byla dávkována přímo izopropanolová suspenze odebraná z komory mlýnu.
- b) Pozorování morfologie Bi_2O_3 částic pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM): Snímání bylo provedeno na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) (MIRA3-XMU, TESCAN, Czech Republic). Oxid bismutitý byl před SEM analýzou pokoven 15 nm vrstvou Au/Pd.
- c) Maximální plnění Bi_2O_3 bylo stanoveno experimentálně postupným přidáváním plniva do dosažení konzistence hraničící s limitem zpracovatelnosti pro testovanou aplikaci, konkrétně prosycení rohože nebo aplikace gel-coatu na formu. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 4.

3.3. Vyhodnocení vlivu podmínek mletí na granulometrii a maximální stupeň plnění kompozitu Bi_2O_3

Mletím byla na základě výsledků DLS analýzy získána bimodální distribuce velikosti částic (Obr. 23) pro všechny podmínky mletí (rozdílná doba mletí a intenzita mletí). Průměrná velikost částic je v případě frekvence rotoru 250 ot./min nezávislá na době mletí a pohybuje se v rámci směrodatné odchylky (Tab. 5). Frakce Bi_2O_3 s velikostí částic $>50 \mu\text{m}$ vzniká v systému v důsledku aglomerace Bi_2O_3 prášku vlivem vývinu tepla v důsledku mechanického tření. Proces mletí za zvýšených otáček rotoru (800 ot./min) vede k vyšší průměrné velikosti částic (Tab. 5), avšak současně k nižšímu obsahu aglomerátů, což se projevuje na hodnotě velikosti částic 90 % vzorku odečtené z kumulativní distribuční křivky (Obr. 24). Na základě výsledků DLS analýzy velikosti částic bylo pro optimalizaci vybrána metoda C mletí na rotačním kulovém mlýnu při 800 ot./min a době mletí 30 min.

Tab. 5. Průměrná velikost částic a velikost 10 % ($d_{10\%}$) a 90 % částic ($d_{90\%}$).

Vzorek	d_{avg} (μm)	$d_{10\%}$ (μm)	$d_{90\%}$ (μm)	L/D _{avg} (-)	Pozn.
Ref	12,9 ± 2,7	5,2	49,3	7,6	Referenční Bi ₂ O ₃
A-10	6,9 ± 3,0 ^{a)}	2,7 ^{a)}	13,2 ^{a)}	2,8	Metoda A, čas mletí 10 min
A-20	7,6 ± 4,0	2,3	148,1	3	Metoda A, čas mletí 20 min
A-30	6,4 ± 4,3	1,6	136,5	2,8	Metoda A, čas mletí 30 min
B-120	2,7 ± 2,5	0,7	7,9	4,9	Metoda B, čas mletí 120 min
C-30	11,2 ± 2,6	4,8	22,0	-	Metoda C, čas mletí 30 min

a) Hodnoty s velkou chybou způsobenou aplikací výpočtového modelu velikosti částic pro kulové částice

Původní prášek Bi₂O₃ měl podobu jehlicovitých krystalů s aspektním poměrem L/D = 7,6 a průměrnou velikostí částic 12,9 ± 2,7 μm a $d_{90\%}$ = 49,3 μm dle rentgenové difrakce (Tab. 1). Mletím metodami (A), (B) a (C) byla významně ovlivněna granulometrie, jak ukazují SEM snímky na Obr. 7 spolu s výsledky rentgenové difrakce v Tab. 1 – obecně dochází pro všechny metody k poklesu průměrné velikosti částic, u metody (A) při časech mletí 20 a 30 min však dochází ke zvýšenému výskytu aglomerátů, což je patrné zejména z hodnot $d_{90\%}$ (viz Tab. 5, Obr. 24).

Po mletí dle metody (B) je ve vzorku stále patrné značné zastoupení tyčinkovitých částic, které jsou nevhodné z hlediska reologického chování kompozitní pasty při aplikaci Bi₂O₃.

Metodou (C) byl pozorován také zvýšený výskyt aglomerátů, avšak dle uspokojivého $d_{90\%}$ = 22 μm a na základě největšího množství Bi₂O₃ aplikovatelného do pryskyřice po mletí touto metodikou bylo dále pracováno na optimalizaci metodiky (C) pro snížení obsahu aglomerátů.

V Tab. 6. jsou uvedeny výsledky sledování prvkového složení (at.%) vzorků Bi₂O₃ prášků pomocí metody prvkové analýzy SEM-EDX – analýza nepotvrdila přítomnost jiných prvků v minoritním, ani ve stopovém zastoupení.

Tab. 6. Výsledky EDX analýzy provedené při charakterizaci vzorků pomocí SEM.

Vzorek	C _{Bi} [at. %]	C _O [at. %]	Teoretická at. koncentrace O, odpovídající atomové koncentraci Bi
Ref	35±1	65±1	52,5
A-10	38±1	62±1	57
A-20	38±2	62±1	57
A-30	39±2	61±2	58,5
B-120	41±1	59±1	61,5
C-30	31±5	69±5	46,5

Pro úpravu granulometrie byla vybrána metoda (C), která byla pro velkoobjemové zpracování Bi₂O₃ prášku mírně modifikována pro optimalizaci výtěžnosti a efektivity procesu:

Dávky přibližně 500 g Bi₂O₃ byly pomleté na horizontálním rotačním kulovém mlýnu (Simoloyer CM01; Zoz GmbH, Germany) pomocí 2 kg nerezových koulí o průměru 4,7 mm s hmotnostním poměrem koulí a mletého prášku (ball-to-powder ratio, BPR) 4:1. Samotnému mletí při 800 ot./min po dobu 30 min předcházely dva kroky založené na krátkodobém mletí při nižších otáčkách (250 ot./min po dobu 5 min a 500 ot./min po dobu 5 min) pro potlačení aglomerace plniva v důsledku vysokého tření při vysokých otáčkách rotoru. Cílem uvedeného doplnění metodiky mletí bylo získání úzké až

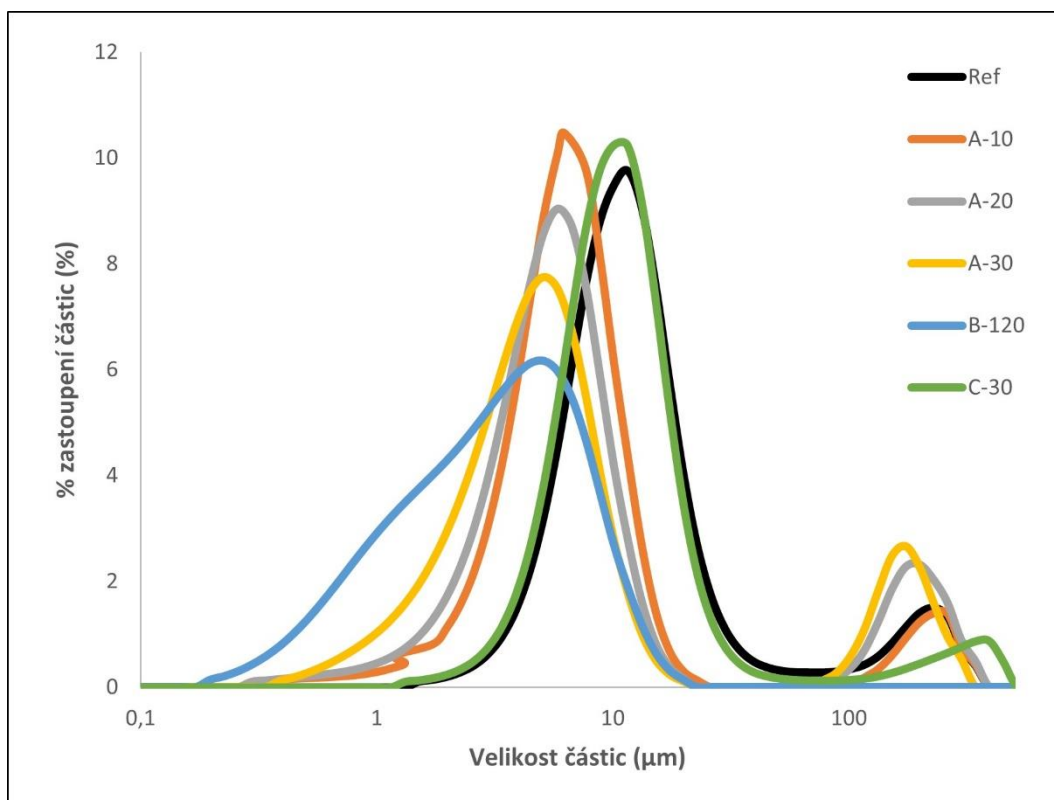
téměř uniformní distribuce velikosti částic před dosažením maximální frekvence mletí a potlačení aglomerace plniva. Případné vzniklé aglomeráty byly odstraněny pomocí vibračního síta AS 200 (Retsch, Germany) a síta 125 μm jako nadsítný podíl zanedbatelného výtěžku, který může být vrácen do další mlecí dávky (bezodpadové využití plniva).

Morfologie připravených plniv pro hybridní laminát se zvýšeným lineárním součinitelem zeslabení záření, tj. zvýšeným radiačním stíněním je prezentována na Obr. 25. Na snímcích je patrná velikost a tvar typických výchozích částic Bi_2O_3 – vzorek Ref a dále vzorky mleté jednotlivými metodami. Vzorky A-10, A-20 a B-120 obsahují původní jehličkovité krystaly, a proto nejsou z hlediska morfologie vhodné v důsledku zvyšování viskozity plněné pryskyřice. Tvar aproximovatelný kulovou morfologií mají vzorky A-30 a C-30. Z hlediska omezení vzrůstu viskozity při vysokých stupních plnění pryskyřice plnivem se jeví jako vhodnější metoda mletí C-30.

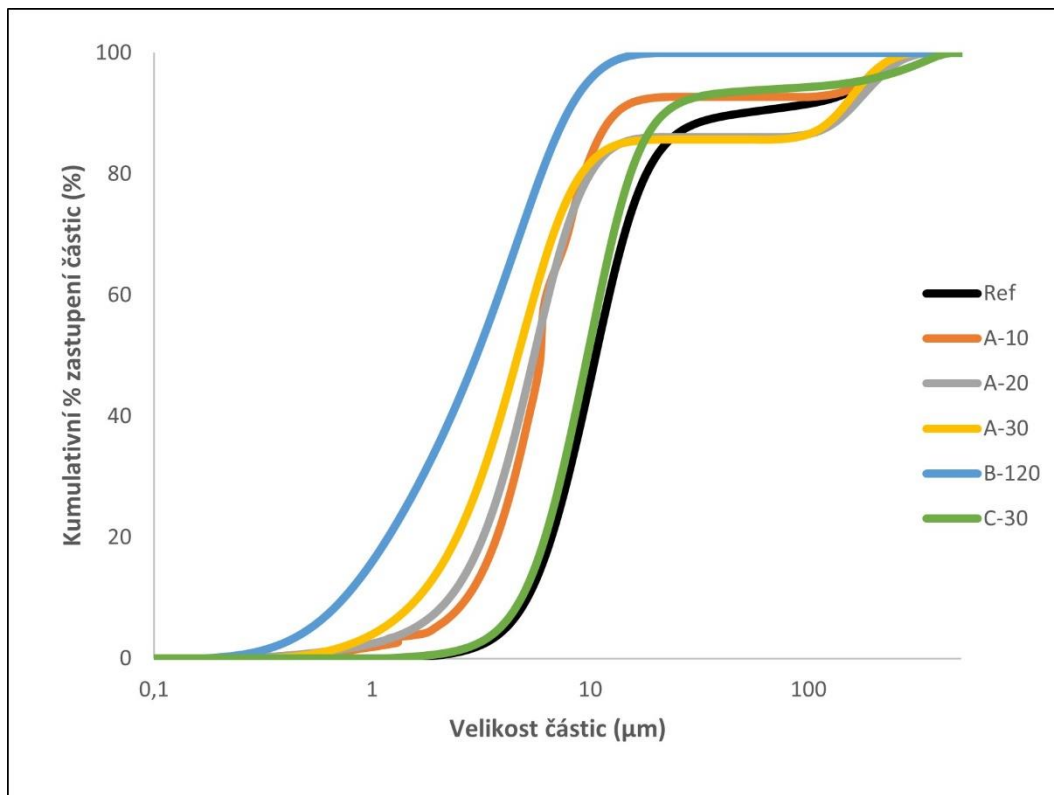
Z hodnot maximálního plnění pryskyřice pro přípravu hybridního laminátu (Tab. 7) je patrné, že nejvhodnější byl prášek Bi_2O_3 mletý zdokonalenou metodou (C) a následným síťováním. Vzorky částicových kompozitů SLVMB0 byly připraveny s využitím metody mletí Bi_2O_3 popsanou metodikou (C-30).

Tab. 7. Experimentálně stanovené maximální koncentrace Bi_2O_3 pro vzorky s vybranou granulometrií pro plnění pryskyřice Synolite 5410-P-1 s aditivou.

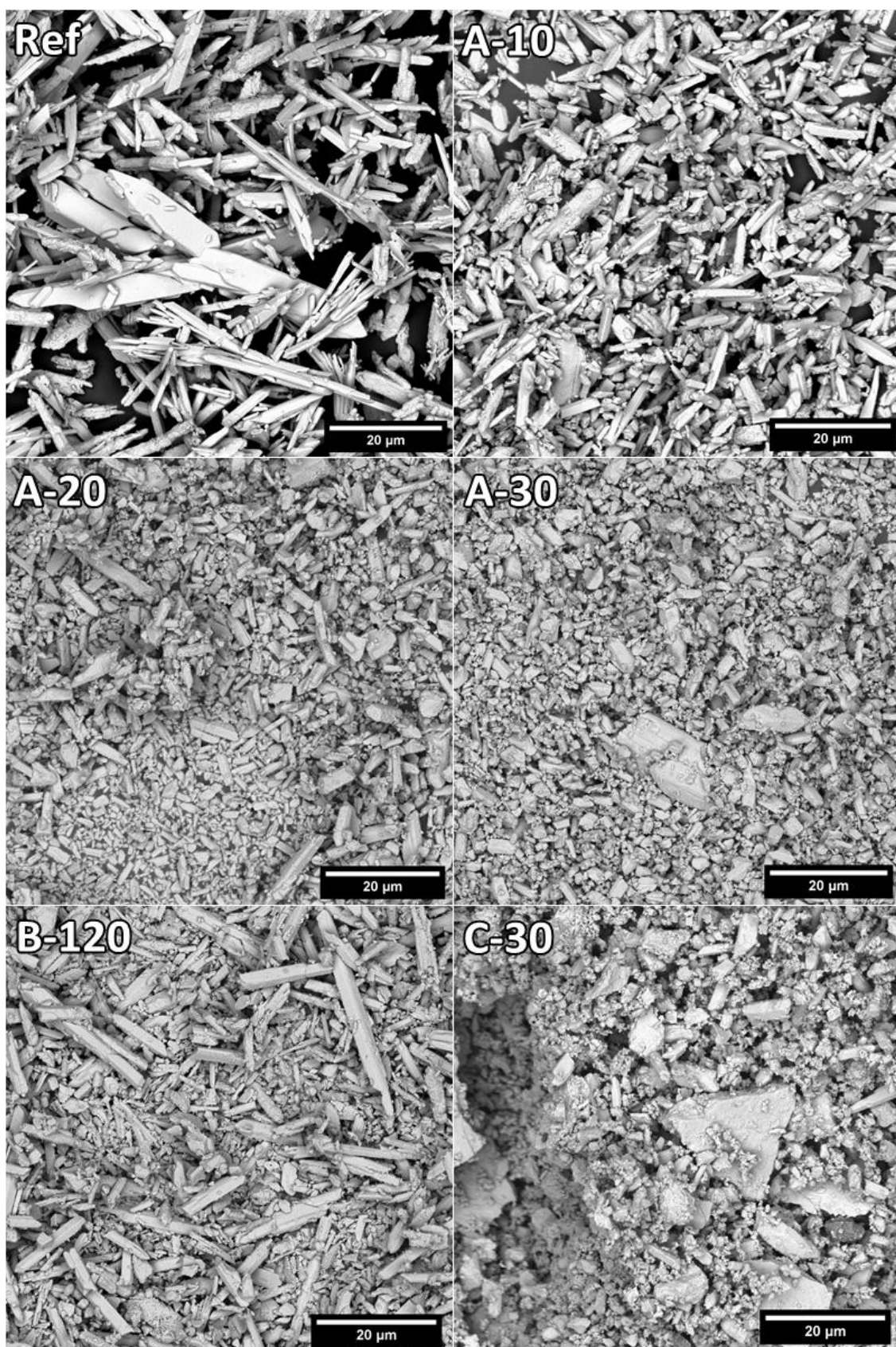
Vzorek	Maximální plnění pro konzistenci gel-coatu (phr)	Objemový zlomek Bi_2O_3 (-)	Maximální plnění pro konzistenci pryskyřice (phr)	Objemový zlomek Bi_2O_3 (-)
Ref	254,5	0,239	-	-
A-30	570	0,424	450	0,368
B-120	254,5	0,239	-	-
C-30	660	0,460	540	0,411



Obr. 23. Distribuce velikosti částic Bi_2O_3 po mletí metodou A, B a C.



Obr. 24. Kumulativní distribuce velikosti částic Bi_2O_3 po mletí metodou A, B a C.



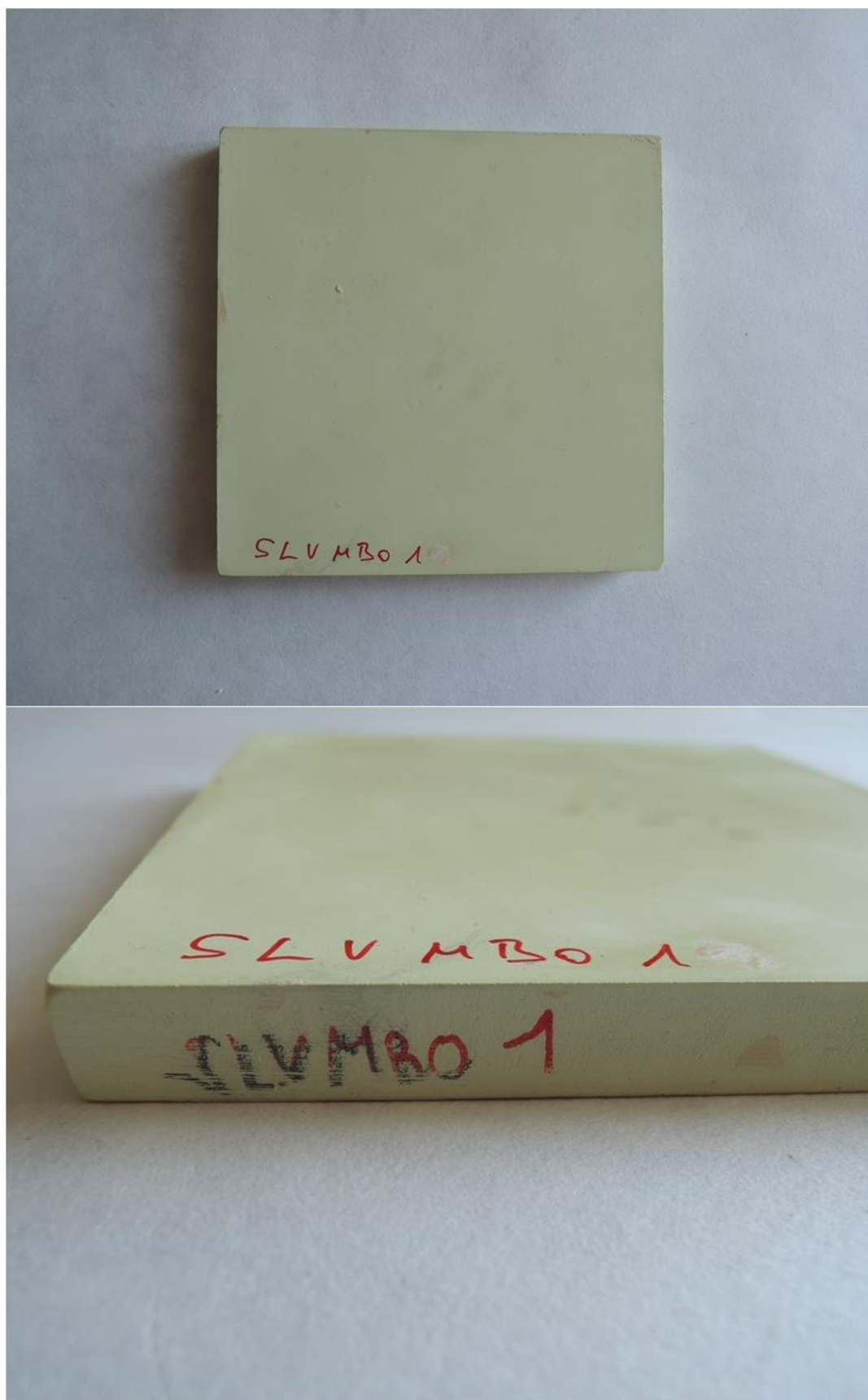
Obr. 25. SEM snímky částic Bi_2O_3 před mletím (Ref) a po mletí jednotlivými metodami A-C.

3.4. Aplikace upraveného plniva Bi_2O_3 v částicovém kompozitu

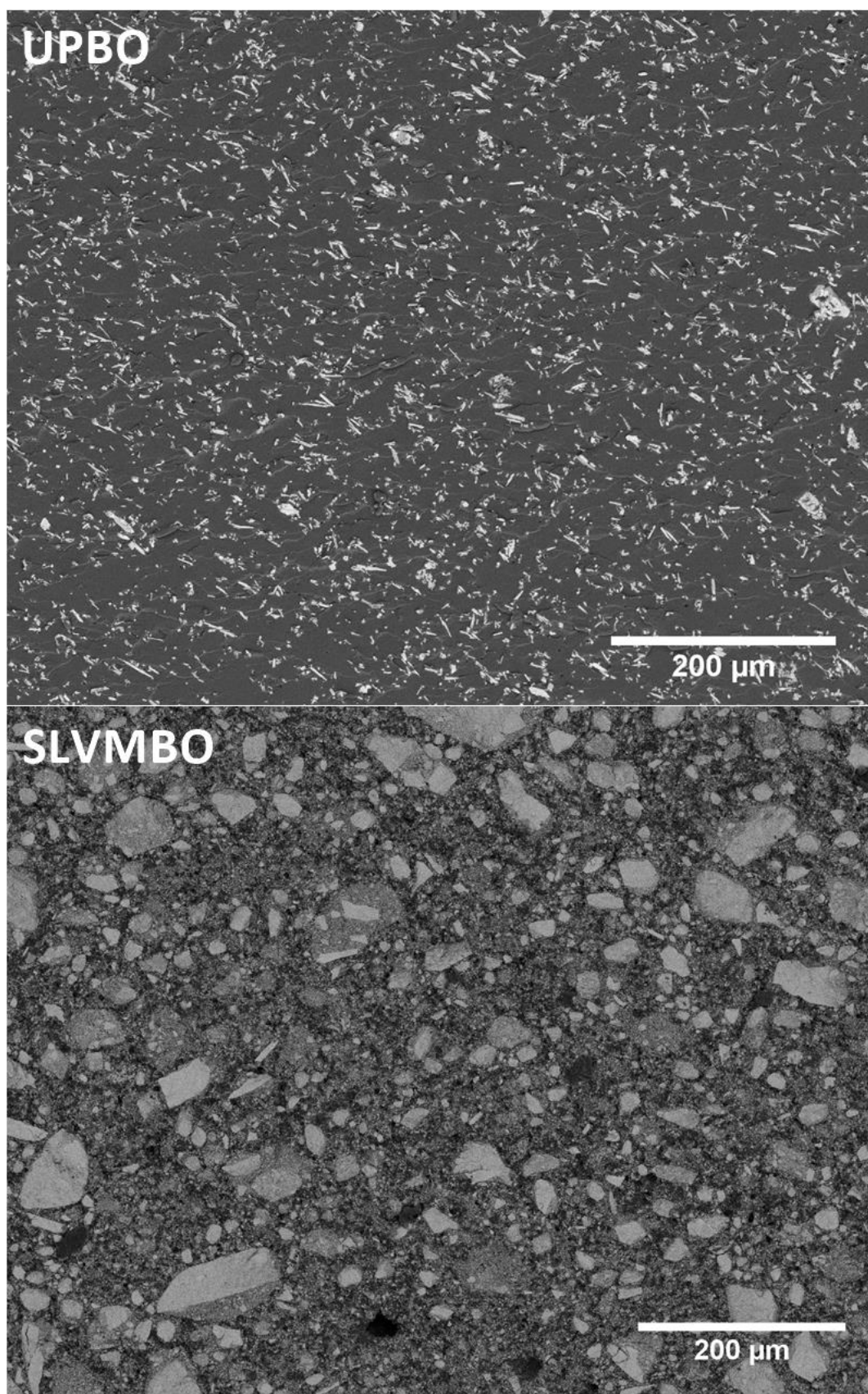
Plnivo Bi_2O_3 s modifikovanou granulometrií a distribucí velikosti částic dle metody C-30 (viz kap. 3.1.) bylo aplikováno do matrice Synolite 5410-P-1 v koncentraci 660 phr, která byla stanovena testováním maximálního plnění plniva v pryskyřici (vzorek SLVMBO, Obr. 26).

Vliv použité metodiky C-30 pro modifikaci granulometrie Bi_2O_3 byl také sledován zobrazením morfologie lomové plochy vzorku SLVMBO, která byla porovnána s částicovým kompozitem UPBO s obsahem 60 phr Bi_2O_3 . Srovnání obou vzorků částicových kompozitů je na Obr. 27 a Obr. 28. Při zvětšení 500 $\times$ (Obr. 27) je patrný vyšší obsah Bi_2O_3 ve vzorku SLVMBO a plnivo detekované pomocí zpětně odražených elektronů má menší velikost částic, což koreluje s hodnotou $d_{90} = 22 \mu\text{m}$ pro upravený Bi_2O_3 vs. $d_{90} = 49,3 \mu\text{m}$ pro původní Bi_2O_3 (viz Tab. 5). Částice Bi_2O_3 ve vzorku SLVMBO s velikostí cca 100 μm byly při zvětšení 5 000 $\times$ identifikovány jako aglomeráty primárních částic o velikosti cca 10–20 μm . Aspektní poměr Bi_2O_3 po procesu mletí klesl, což je patrné nejen z dat laserové difrakce (Tab. 5), ale také z morfologie částic pozorované SEM (Obr. 28) – částice neupraveného Bi_2O_3 mají tyčinkovitý tvar ve srovnání s kulovitými částicemi pomletého Bi_2O_3 . Na SEM snímku na Obr. 28 je stále patrné minoritní zastoupení částic Bi_2O_3 s původní tyčinkovitou strukturou. V důsledku snížení aspektního poměru (velikosti částic Bi_2O_3) došlo ke snížení viskozity výsledného kompozitu, nejlepší výsledky poskytla metoda C-30.

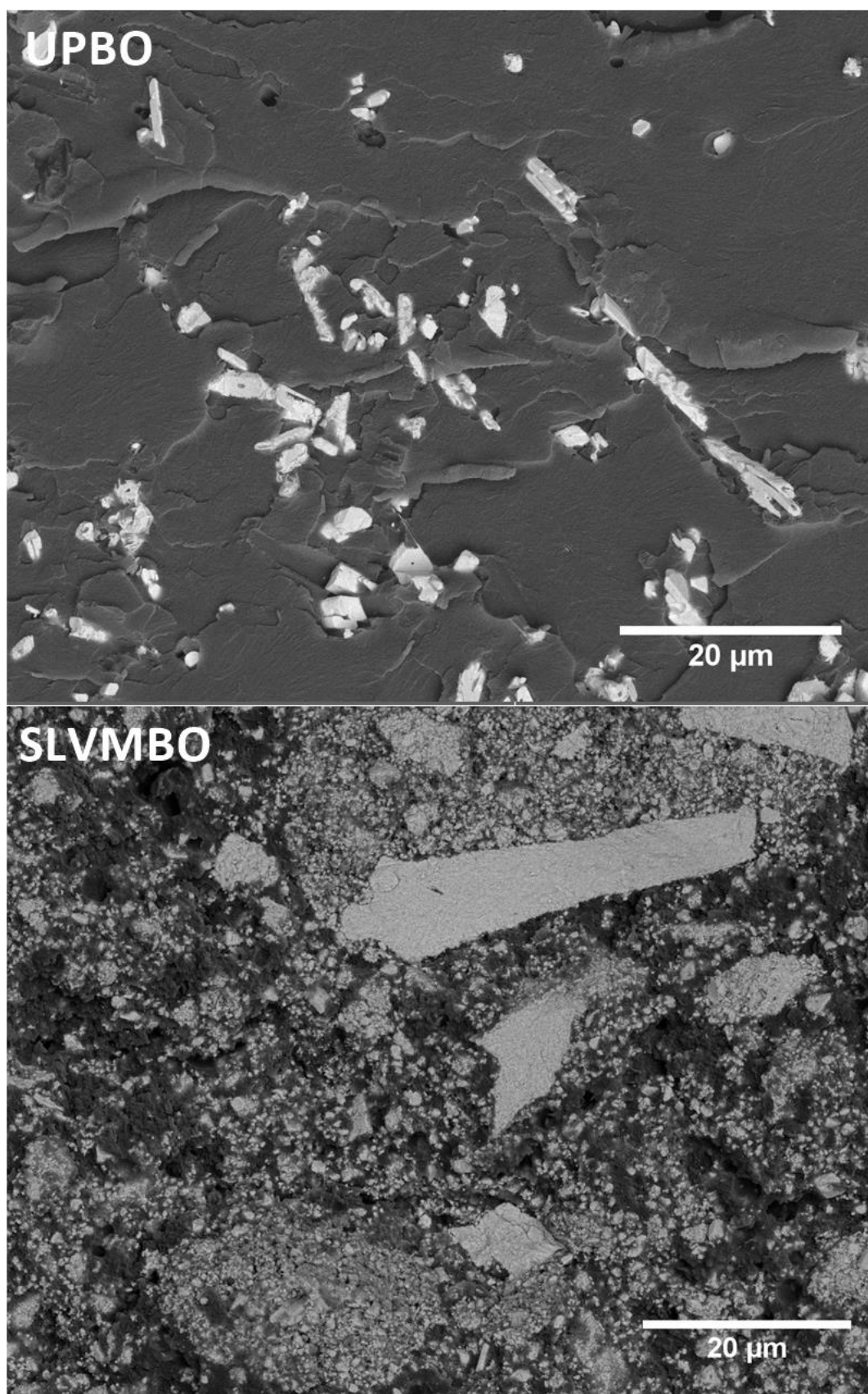
Míra radiačního stínění optimalizovaného vzorku SLVMBO byla posouzena na základě vyhodnocení lineárního součinitele zeslabení z grafické závislosti počtu impulzů na tloušťce stínění (Obr. 29), jak je popsáno v kap. 2.3. Z naměřených výsledků je patrný nárůst lineárního součinitele zeslabení nejen v porovnání se základním vzorkem, ale i vzorkem UPBO, tedy vzorkem s nižším obsahem neupraveného Bi_2O_3 – viz Tab. 9. Změna distribuce velikosti částic Bi_2O_3 mletím tak byla prokázána jako nezbytný krok pro vyšší plnění pryskyřice a vyšší hodnoty lineárního součinitele zeslabení.



Obr. 26. Testovací vzorek částicového kompozitu SLVMBO pro stanovení lineárního součinitele zeslabení.



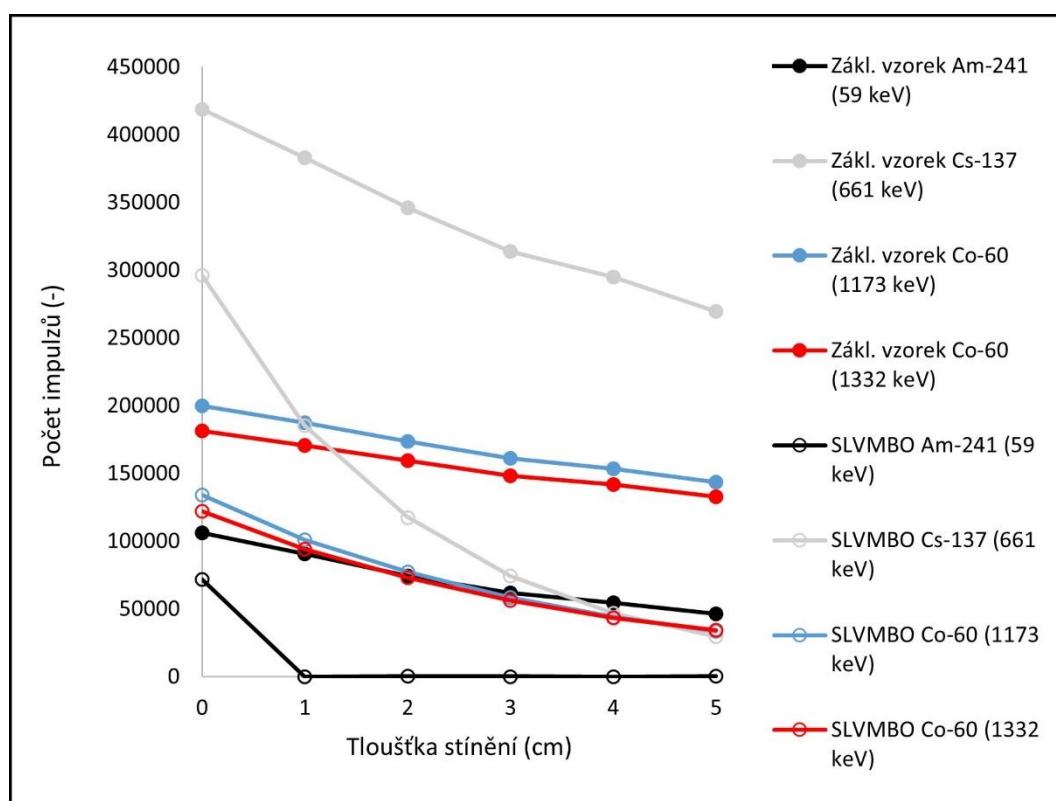
Obr. 27. SEM snímek lomové plochy částicového kompozitu UPBO a SLVMBO – zvětšení 500x.



Obr. 28. SEM snímek lomové plochy částicového kompozitu UPBO a SLVMBO – zvětšení 5 000x.

Tab. 8. Počet naměřených impulzů pro vzorky kompozitních vrstev a tloušťku stínění.

Vzorek	x (cm)	²⁴¹ Am (59 keV)	¹³⁷ Cs (661 keV)	⁶⁰ Co (1173 keV)	⁶⁰ Co (1332 keV)
		Impulzy	Impulzy	Impulzy	Impulzy
SLVMBO	0	71896	296117	134275	122021
	1	77	185179	101015	94088
	2	278	117574	77369	73029
	3	171	74279	58313	56424
	4	101	46866	44034	43560
	5	248	29790	33672	34193
Základní vzorek	0	106279	418662	199847	181629
	1	90559	383205	187347	170743
	2	74510	346130	173746	159483
	3	61897	314031	161334	148508
	4	54456	294922	153601	141753
	5	46445	269658	143409	132696



Obr. 29. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro základní vzorek a kompozitní vrstvu SLVMBO s maximálním dosaženým radiačním stíněním vůči testovaným radionuklidům.

Tab. 9. Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení kompozitních vrstev.

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení (cm ⁻¹)			
	²⁴¹ Am (59 keV)	¹³⁷ Cs (661 keV)	⁶⁰ Co (1173 keV)	⁶⁰ Co (1332 keV)
Základní vzorek	0,1706±0,0029	0,0901±0,0016	0,0674±0,0009	0,0635±0,0008
UPBO	2,7486±0,0353	0,1592±0,0043	0,1152±0,0105	0,1055±0,0099
SLVMBO	6,8314±2,4304	0,4625±0,0015	0,2779±0,0010	0,2567±0,0007

3.5. Shrnutí

Výběrem vhodné metody mletí a její optimalizací bylo, díky změně morfologie a aspektního poměru plniva, dosaženo nárůstu maximálního objemu plnění pryskyřice plnivem Bi₂O₃ z původních 254,5 phr na 660 phr, čímž došlo ke zvýšení stínění radiačního záření částicového kompozitu, což bylo potvrzeno nárůstem lineárního součinitele zeslabení vzorku SLVMBO o 4018 % (²⁴¹Am, 59 keV), 513 % (¹³⁷Cs, 661 keV), 412 % (⁶⁰Co, 1173 keV) a 404 % (⁶⁰Co, 1332 keV) v porovnání se základním vzorkem referenční pryskyřice.

4. Příprava prototypu hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním (3. fáze řešení)

Cílem třetí fáze vývoje hybridního laminátu se zvýšeným radiačním stíněním byla aplikace poznatků z fáze 1 a 2 při přípravě hybridního laminátu. Konkrétně šlo o aplikaci vhodného plniva na základě hodnot lineárního součinitele zeslabení (fáze 1) o vhodné granulometrii a maximálním obsahu v kompozitní vrstvě (fáze 2).

4.1. Příprava hybridních laminátů se zvýšeným radiačním stíněním

Lamináty byly připraveny ručním kladením a následným dělením na požadovaný rozměr. Na podložní polypropylenovou desku byl nejprve nanesen gel-coat Arctic 9351 H a provedeno zgelovatění gel-coatu. V případě laminátu L10 byla na vrstvu gel-coatu nanесena obdobným způsobem stínící vrstva z pryskyřice Synolite 5410-P-1 s příslušnými plnivy, např. 660 phr mletého Bi_2O_3 . Následovalo kladení lamin z práškové skleněné rohože $300 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$, která byla vždy prosycena pryskyřicí Synolite 1100-P-1, nebo Synolite 5410-P-1 s plnivy, např. 660 phr mletého Bi_2O_3 v případě laminátu L10.

Tab. 10. Seznam prototypů hybridních laminátů se zvýšeným radiačním stíněním.

Vzorek	Popis
AS	Referenční laminát Pohledová vrstva gel-coatu Arctic 9351 H 4× lamina skleněné rohože prosycená pryskyřicí Synolite 1100-P-1
L10	Laminát s radiačním stíněním Pohledová vrstva gel-coatu Arctic 9351 H Stínící kompozitní vrstva z vysoce plněné pryskyřice mletým Bi_2O_3 (660 phr) 3× lamina skleněné rohože prosycených pryskyřicí plněnou Bi_2O_3



Obr. 30. Vzorek referenčního hybridního laminátu AS.



Obr. 31. Vzorek hybridního laminátu L10 – Prototyp hybridních laminátů s radiačním cloněním.

4.2. Charakterizace – stanovení lineárního součinitele zeslabení

Pro určení lineárního součinitele zeslabení μ byl použit analyzátor Ortec DSPEC 50 s HPGe detektorem Silena PCC 40 a třemi bodovými zdroji s radionuklidy Am-241, Cs-137 a Co-60. Uvedené zdroje byly umístěny do vzdálenosti 20 cm od čela detektoru (v ose detektoru) a postupně byla naměřena spektra s jednotlivými vzorky (vždy bylo kladeno současně 1 až 5 ks) spolu s nulovým vzorkem (tzn. nebyl vložen žádný vzorek). Jednotlivá spektra byla vyhodnocena a byly určeny čisté plochy píků pro jednotlivé radionuklidy. Ze stanovených hodnot byly určeny lineární součinitele zeslabení podle vztahu

$$I = I_0 \cdot e^{-x \cdot \mu},$$

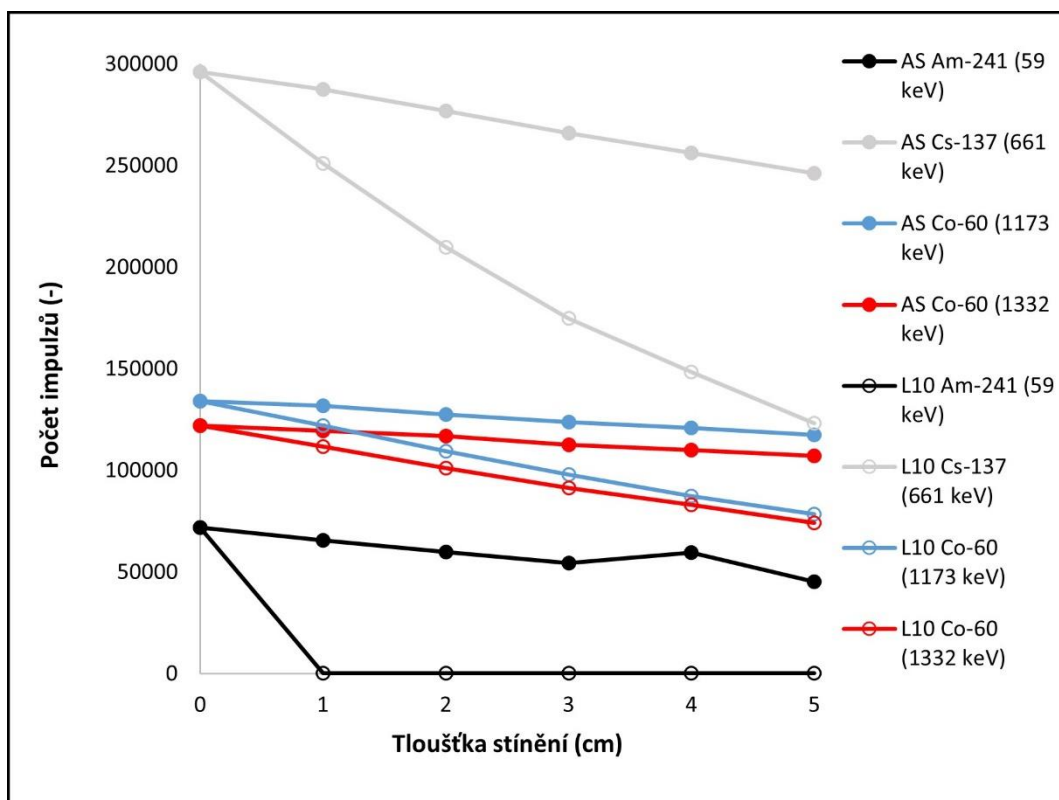
kde I je počet změřených impulzů, I_0 je počet impulzů pro nulový vzorek a x je tloušťka stínění (cm). S ohledem na snížení nejistoty měření byl lineární součinitel zeslabení určen pomocí měření všech tloušťek daného vzorku s využitím lineární regrese.

4.3. Výsledky testování

V Tab. 11 jsou shrnuta data z měření počtu impulzů pro vzorky hybridních laminátů a různou tloušťku stínění pro jednotlivé radionuklidy s různou energií. Z grafického vyjádření naměřených dat je patrný nárůst radiačního stínění vzorku hybridního laminátu L10 v porovnání s referenčním hybridním laminátem AS. Z hodnot lineárních součinitelů zeslabení (Tab. 12) je pak patrný nárůst radiačního stínění o 5730 % (^{241}Am , 59 keV), 484 % (^{137}Cs , 661 keV), 400 % (^{60}Co , 1173 keV) a 379 % (^{60}Co , 1332 keV).

Tab. 11. Počet naměřených impulzů pro vzorky hybridních laminátů a tloušťku stínění.

Vzorek	x (cm)	^{241}Am (59 keV)	^{137}Cs (661 keV)	^{60}Co (1173 keV)	^{60}Co (1332 keV)
		Impulzy	Impulzy	Impulzy	Impulzy
AS	0	71896	296117	134275	122021
	1	65603	287633	131839	119617
	2	60024	276883	127532	116899
	3	54511	266070	123695	112692
	4	59555	256322	120973	109983
	5	45201	246363	117499	107115
L10	0	71896	296117	134275	122021
	1	356	251216	122022	111839
	2	220	209816	109514	101071
	3	209	174917	97994	91318
	4	257	148509	87525	82999
	5	176	123157	78557	74149



Obr. 32. Závislost počtu impulzů na tloušťce stínění pro hybridní lamináty se zvýšeným radiačním stíněním vůči radionuklidu ^{241}Am (59 keV), ^{137}Cs (661 keV), ^{60}Co (1173 keV), ^{60}Co (1332 keV).

Tab. 12. Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení hybridních laminátů.

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení (cm^{-1})			
	^{241}Am (59 keV)	^{137}Cs (661 keV)	^{60}Co (1173 keV)	^{60}Co (1332 keV)
AS	0,0925±0,0003	0,0359±0,0061	0,0264±0,0006	0,0256±0,0007
L10	5,3019±0,5418	0,1736±0,0011	0,1057±0,0011	0,0971±0,0012

4.4. Shrnutí

Aplikací kompozitní vrstvy, založené na receptuře SLVMB0, bylo v hybridním laminátu dosaženo nárůstu radiačního stínění o 5730 % (^{241}Am , 59 keV), 484 % (^{137}Cs , 661 keV), 400 % (^{60}Co , 1173 keV) a 379 % (^{60}Co , 1332 keV) v porovnání s referenčním hybridním laminátem.

5. Závěr

V rámci projektu byl vyvinut materiál – speciálně plněná pryskyřice Synolite – pro výrobu hybridních laminátů se zvýšeným radiačním stíněním o nejméně 400 % pro všechny testované energie použitých radionuklidových zářičů v energetickém rozsahu od 59 keV do 1332 keV ve srovnání s výchozí pryskyřicí.

Dále byl z vyvinutého speciálního kompozitního materiálu zhotoven prototyp hybridního laminátu s vysokým radiačním stíněním, který vykazoval po aplikaci gelcoatu a výztuží do laminátu o tloušťce 4 mm zvýšené radiační stínění o nejméně 379 % pro všechny testované v energetickém rozsahu od 59 keV do 1332 keV ve srovnání s výchozím laminátem stejné tloušťky a složení.

Výsledkem jsou dva prototypy:

183 702 Prototyp - kompozitní materiál pro přípravu hybridního laminátu s radiačním cloněním

VaV ID: 183702

Citace: KUČERA, F.; POLÁČEK, P.; PETRUŠ, J.: SLVMBO; Prototyp - kompozitní materiál pro přípravu hybridního laminátu s radiačním cloněním. CEITEC, B1.15. (prototyp)

Autor, garant VUT: Mgr. František Kučera, Ph.D. (2314)

Správce údajů o výsledku: Mgr. František Kučera, Ph.D. (2314)

Vykazováno do RIV: ANO

Podíly útvarů:

Útvar	Podíl v %
RG-2-03 - Pokročilé polymerní materiály a kompozit	100
ÚCHM - Ústav chemie materiálů	0

Podíly autorů:

Autor	Podíl v %
Kučera František, Mgr., Ph.D.	40
Poláček Petr, Ing., Ph.D.	30
Petrůš Josef, Ing., Ph.D.	30

181 490 Prototyp hybridních laminátů s radiačním cloněním (hlavní výsledek – indikátor 1,00, označení prototypu L10)

VaV ID: 181490

Citace: KUČERA, F.; POLÁČEK, P.; PETRUŠ, J.: L10; Prototyp hybridních laminátů s radiačním cloněním. CEITEC, B1.15. (prototyp)

Autor, garant VUT: Mgr. František Kučera, Ph.D. (2314)

Správce údajů o výsledku: Mgr. František Kučera, Ph.D. (2314)

Vykazováno do RIV: ANO

Podíly útvarů:

Útvar	Podíl v %
RG-2-03 - Pokročilé polymerní materiály a kompozit	100
ÚCHM - Ústav chemie materiálů	0

Podíly autorů:

Autor	Podíl v %
Kučera František, Mgr., Ph.D.	40
Poláček Petr, Ing., Ph.D.	30
Petrůš Josef, Ing., Ph.D.	30

CEITEC VUT v Brně 31. 5. 2023

Mgr. František Kučera, Ph.D.

Ing. Josef. Petruš, Ph.D.

Ing. Petr. Poláček, Ph.D.

Příloha 1: Výpis dat modelování lineárního součinitele zeslabení vzorku DSBO

XCOM: DSBO

Constituents (Atomic Number : Fraction by Weight)

Z=1 : 0.003408
 Z=6 : 0.299890
 Z=7 : 0.001203
 Z=8 : 0.156460
 Z=14 : 0.002806
 Z=83 : 0.536233

	PHOTON ENERGY (MeV)	SCATTERING		PHOTO- ELECTRIC ABSORPTION (cm ² /g)	PAIR PRODUCTION IN NUCLEAR FIELD (cm ² /g)	PAIR PRODUCTION IN ELECTRON FIELD (cm ² /g)	TOTAL ATTENUATION	
		COHERENT (cm ² /g)	INCOHER. (cm ² /g)				WITH COHERENT SCATT. (cm ² /g)	WITHOUT COHERENT SCATT. (cm ² /g)
	1.000E-03	7.377E+00	7.217E-03	4.300E+03	0.000E+00	0.000E+00	4.308E+03	4.300E+03
	1.500E-03	7.041E+00	1.420E-02	1.771E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.778E+03	1.771E+03
	1.839E-03	6.789E+00	1.933E-02	1.111E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.118E+03	1.111E+03
14 K	1.839E-03	6.789E+00	1.933E-02	1.119E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.126E+03	1.119E+03
	2.000E-03	6.667E+00	2.179E-02	9.237E+02	0.000E+00	0.000E+00	9.304E+02	9.238E+02
	2.580E-03	6.230E+00	3.048E-02	5.077E+02	0.000E+00	0.000E+00	5.140E+02	5.077E+02
83 M5	2.580E-03	6.230E+00	3.048E-02	1.049E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.055E+03	1.049E+03
	2.633E-03	6.190E+00	3.125E-02	1.063E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.069E+03	1.063E+03
	2.688E-03	6.149E+00	3.204E-02	1.078E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.084E+03	1.078E+03
83 M4	2.688E-03	6.149E+00	3.204E-02	1.467E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.473E+03	1.467E+03
	3.000E-03	5.919E+00	3.641E-02	1.159E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.165E+03	1.159E+03
	3.177E-03	5.796E+00	3.877E-02	9.993E+02	0.000E+00	0.000E+00	1.005E+03	9.994E+02
83 M3	3.177E-03	5.796E+00	3.877E-02	1.146E+03	0.000E+00	0.000E+00	1.152E+03	1.146E+03
	3.427E-03	5.642E+00	4.200E-02	9.501E+02	0.000E+00	0.000E+00	9.557E+02	9.501E+02
	3.696E-03	5.444E+00	4.525E-02	7.875E+02	0.000E+00	0.000E+00	7.930E+02	7.875E+02
83 M2	3.696E-03	5.444E+00	4.525E-02	8.324E+02	0.000E+00	0.000E+00	8.379E+02	8.325E+02
	3.845E-03	5.318E+00	4.694E-02	7.570E+02	0.000E+00	0.000E+00	7.623E+02	7.570E+02
	3.999E-03	5.251E+00	4.871E-02	6.885E+02	0.000E+00	0.000E+00	6.938E+02	6.885E+02

83 M1	3.999E-03	5.251E+00	4.871E-02	7.175E+02	0.000E+00	0.000E+00	7.228E+02	7.176E+02
	4.000E-03	5.251E+00	4.872E-02	7.171E+02	0.000E+00	0.000E+00	7.224E+02	7.171E+02
	5.000E-03	4.671E+00	5.851E-02	4.156E+02	0.000E+00	0.000E+00	4.204E+02	4.157E+02
	6.000E-03	4.176E+00	6.632E-02	2.642E+02	0.000E+00	0.000E+00	2.684E+02	2.643E+02
	8.000E-03	3.389E+00	7.812E-02	1.275E+02	0.000E+00	0.000E+00	1.309E+02	1.275E+02
	1.000E-02	2.807E+00	8.689E-02	7.178E+01	0.000E+00	0.000E+00	7.467E+01	7.186E+01
83 L3	1.342E-02	2.104E+00	9.774E-02	3.335E+01	0.000E+00	0.000E+00	3.555E+01	3.345E+01
	1.500E-02	1.862E+00	1.016E-01	6.078E+01	0.000E+00	0.000E+00	6.274E+01	6.088E+01
	1.571E-02	1.767E+00	1.032E-01	5.369E+01	0.000E+00	0.000E+00	5.556E+01	5.379E+01
83 L2	1.571E-02	1.767E+00	1.032E-01	7.456E+01	0.000E+00	0.000E+00	7.643E+01	7.467E+01
	1.605E-02	1.725E+00	1.039E-01	7.090E+01	0.000E+00	0.000E+00	7.273E+01	7.101E+01
	1.639E-02	1.682E+00	1.046E-01	6.742E+01	0.000E+00	0.000E+00	6.921E+01	6.753E+01
83 L1	1.639E-02	1.682E+00	1.046E-01	7.789E+01	0.000E+00	0.000E+00	7.967E+01	7.799E+01
	2.000E-02	1.316E+00	1.108E-01	4.686E+01	0.000E+00	0.000E+00	4.828E+01	4.697E+01
	3.000E-02	7.728E-01	1.208E-01	1.615E+01	0.000E+00	0.000E+00	1.704E+01	1.627E+01
	4.000E-02	5.158E-01	1.252E-01	7.483E+00	0.000E+00	0.000E+00	8.124E+00	7.608E+00
	5.000E-02	3.669E-01	1.267E-01	4.091E+00	0.000E+00	0.000E+00	4.585E+00	4.218E+00
	5.900E-02	2.820E-01	1.267E-01	2.606E+00	0.000E+00	0.000E+00	3.015E+00	2.733E+00
	6.000E-02	2.745E-01	1.267E-01	2.489E+00	0.000E+00	0.000E+00	2.891E+00	2.616E+00
	8.000E-02	1.723E-01	1.247E-01	1.132E+00	0.000E+00	0.000E+00	1.429E+00	1.256E+00
	9.053E-02	1.404E-01	1.231E-01	8.055E-01	0.000E+00	0.000E+00	1.069E+00	9.286E-01
	9.053E-02	1.404E-01	1.231E-01	3.767E+00	0.000E+00	0.000E+00	4.031E+00	3.890E+00
83 K	1.000E-01	1.190E-01	1.216E-01	2.907E+00	0.000E+00	0.000E+00	3.148E+00	3.029E+00
	1.500E-01	5.866E-02	1.129E-01	1.008E+00	0.000E+00	0.000E+00	1.180E+00	1.121E+00
	2.000E-01	3.497E-02	1.051E-01	4.715E-01	0.000E+00	0.000E+00	6.117E-01	5.767E-01
	3.000E-01	1.668E-02	9.282E-02	1.637E-01	0.000E+00	0.000E+00	2.732E-01	2.565E-01
	4.000E-01	9.754E-03	8.379E-02	7.931E-02	0.000E+00	0.000E+00	1.729E-01	1.631E-01
	5.000E-01	6.388E-03	7.686E-02	4.627E-02	0.000E+00	0.000E+00	1.295E-01	1.231E-01
	6.000E-01	4.504E-03	7.130E-02	3.032E-02	0.000E+00	0.000E+00	1.061E-01	1.016E-01
	6.610E-01	3.738E-03	6.840E-02	2.439E-02	0.000E+00	0.000E+00	9.653E-02	9.280E-02
	8.000E-01	2.582E-03	6.283E-02	1.612E-02	0.000E+00	0.000E+00	8.153E-02	7.895E-02
	1.000E+00	1.671E-03	5.658E-02	1.016E-02	0.000E+00	0.000E+00	6.842E-02	6.675E-02
	1.022E+00	1.602E-03	5.599E-02	9.728E-03	0.000E+00	0.000E+00	6.732E-02	6.572E-02
	1.173E+00	1.223E-03	5.232E-02	7.415E-03	7.822E-05	0.000E+00	6.103E-02	5.981E-02
	1.250E+00	1.079E-03	5.066E-02	6.563E-03	2.152E-04	0.000E+00	5.852E-02	5.744E-02
	1.332E+00	9.519E-04	4.903E-02	5.821E-03	4.321E-04	0.000E+00	5.624E-02	5.528E-02
	1.500E+00	7.533E-04	4.608E-02	4.675E-03	1.036E-03	0.000E+00	5.254E-02	5.179E-02
	2.000E+00	4.263E-04	3.935E-02	2.827E-03	3.157E-03	0.000E+00	4.576E-02	4.533E-02
	2.044E+00	4.083E-04	3.886E-02	2.725E-03	3.344E-03	0.000E+00	4.534E-02	4.493E-02
	3.000E+00	1.905E-04	3.098E-02	1.477E-03	6.986E-03	1.083E-05	3.964E-02	3.945E-02
	4.000E+00	1.073E-04	2.585E-02	9.668E-04	1.010E-02	4.417E-05	3.706E-02	3.695E-02

Příloha 2: Protokoly měření lineárního součinitele zeslabení měřené firmou NUVIA a.s.

PROTOKOL O MĚŘENÍ LINEÁRNÍHO SOUČinitele ZESLABENÍ



Použitý přístroj:

Analyzátor:	ORTEC DSPEC 50	Detektor:	SILENA PCC 40
Sériové č.:	11322606	Výrobní č.:	DI 864

Referenční etalony:

Nuklid	Výrobní číslo	Ref. datum	Ref. aktivita	Datum	Aktivita
Am-241	100309-1099022	15.12.2018	326,3 kBq	14.7.2022	324,4 kBq
Cs-137	261112-1273167	1.11.2017	354,1 kBq	14.7.2022	317,7 kBq
Co-60	030818-1605012	15.12.2018	337,8 kBq	14.7.2022	210,9 kBq

Metoda vyhodnocení:

Pro určení lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé vzorky byl použit HPGe detektor a tři bodové zdroje s radionuklidy Am-241, Cs-137 a Co-60. Tyto zdroje byly umístěny do vzdálenosti 20 cm od čela detektoru (v ose detektoru) a postupně byla naměřena spektra s jednotlivými vzorky (vždy byly kladeny současně 1 až 5 ks) spolu s nulovým vzorkem (tzn. kdy nebyl vložen žádný vzorek).

Jednotlivá spektra byla vyhodnocena a určily se čisté plochy peaků pro jednotlivé radionuklidy. Tyto jsou uvedeny v Tabulce 1. Z těchto hodnot je poté možné určit součinitel zeslabení μ ze vztahu

$$I = I_0 e^{-x\mu},$$

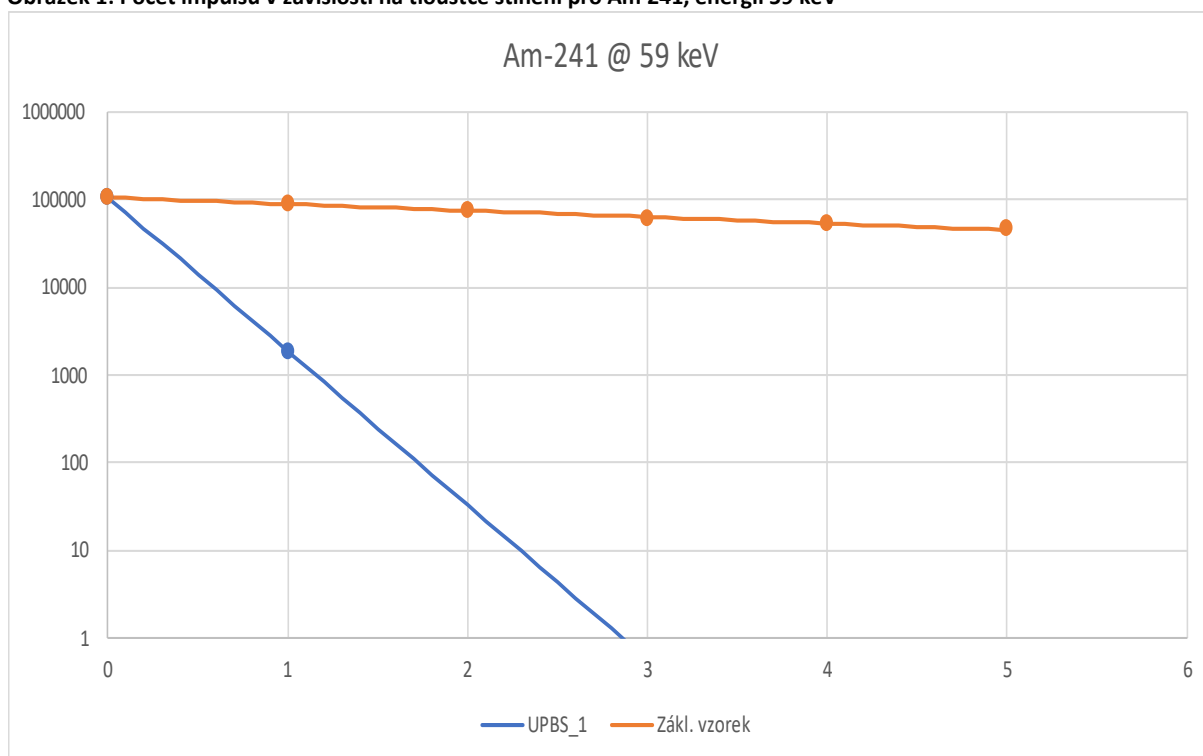
kde I je počet změřených impulzů, I_0 je počet impulzů pro nulový vzorek a x je tloušťka stínění (v cm). S ohledem na případné nejistoty měření je vhodné lineární součinitel zeslabení určit pomocí měření všech tloušťek daného vzorku a využití lineární regrese. Takto určené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 2. Porovnání měřených počtů impulzů a ideálního průběhu určeného pomocí spočteného lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé energie je uvedeno v obrázcích 1 až 8.

S ohledem na velký stínicí efekt vzorku UPBS pro energii 59 keV byl tento vzorek změřen dvakrát.

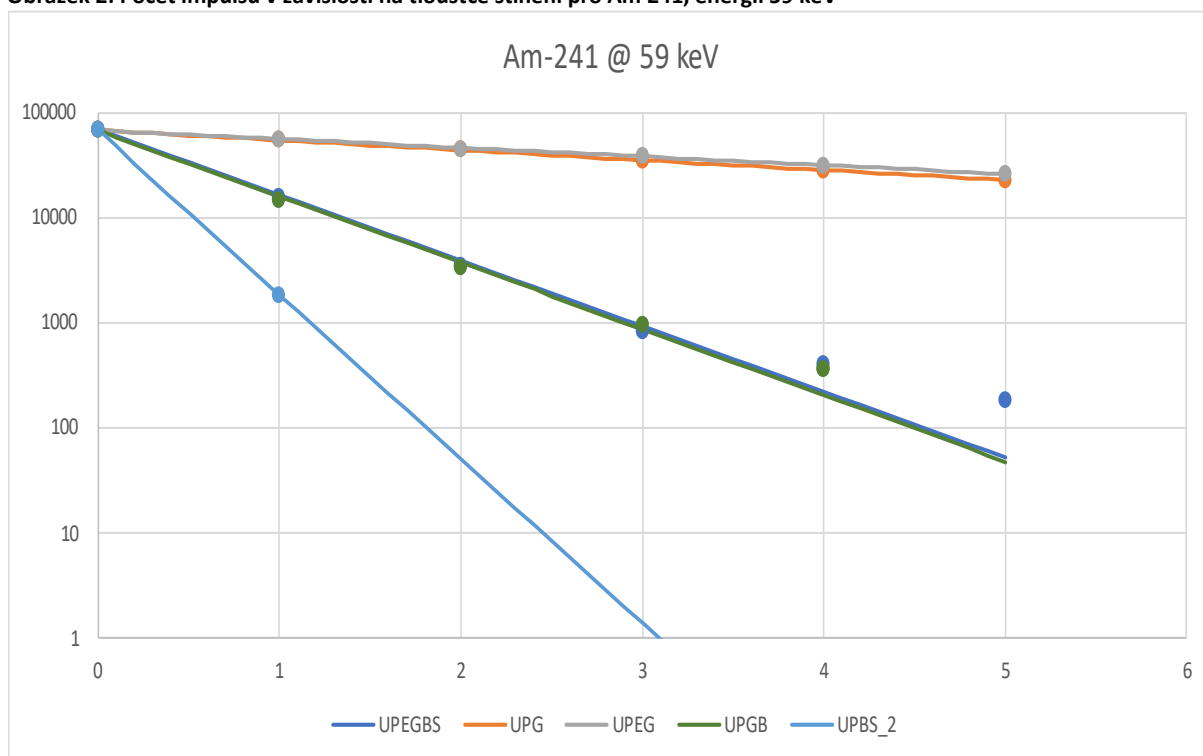
Výsledky:**Tabulka 1: Počet naměřených impulsů (čistá plocha peaků) pro daný vzorek a tloušťku stínění**

Vzorek	Tloušťka stínění [cm]	Am-241 @ 59 keV		Cs-137@ 661 keV		Co-60 @ 1173 keV		Co-60 @ 1332 keV	
		Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]
UPEGBS	0	67611	0.5	357650	0.2	194161	0.2	176733	0.2
	1	15913	1.2	322817	0.2	181408	0.2	164852	0.2
	2	3517	4.4	289556	0.2	166988	0.3	152030	0.3
	3	836	17	259143	0.2	153257	0.3	140125	0.3
	4	399	34.8	231798	0.2	141503	0.3	130041	0.3
	5	185	74.1	208408	0.2	130293	0.3	120965	0.3
UPG	0	67611	0.5	357650	0.2	194161	0.2	176733	0.2
	1	54649	0.5	323573	0.2	181528	0.2	163638	0.3
	2	44245	0.6	292320	0.2	168720	0.3	152336	0.3
	3	34961	0.7	263438	0.2	154821	0.3	141802	0.3
	4	27865	0.8	237098	0.2	143387	0.3	131750	0.3
	5	22499	1	212185	0.2	131683	0.3	122123	0.3
UPEG	0	67611	0.5	357650	0.2	194161	0.2	176733	0.2
	1	54937	0.5	326108	0.2	181036	0.2	166096	0.2
	2	45478	0.6	294325	0.2	169939	0.3	154644	0.3
	3	38983	0.7	274524	0.2	158973	0.3	146036	0.3
	4	31561	0.8	249763	0.2	147865	0.3	136168	0.3
	5	25767	0.9	227415	0.2	137749	0.3	128559	0.3
UPGB	0	67611	0.5	357650	0.2	194161	0.2	176733	0.2
	1	14768	1.3	312083	0.2	176214	0.2	159449	0.3
	2	3350	4.6	273588	0.2	160096	0.3	146272	0.3
	3	944	15	239409	0.2	143435	0.3	132184	0.3
	4	367	37.5	209325	0.2	129984	0.3	120625	0.3
	5	0	0	182935	0.2	117812	0.3	110181	0.3
UPBS_1	0	106279	0.4	418662	0.2	199847	0.2	181629	0.2
	1	1867	17	361796	0.2	179851	0.2	164088	0.2
	2	0	0	313019	0.2	161530	0.3	149185	0.3
	3	0	0	277545	0.2	147501	0.3	135589	0.3
	4	0	0	242821	0.2	134209	0.3	125206	0.3
	5	0	0	214958	0.2	121978	0.3	114460	0.3
UPBS_2	0	67611	0.5	-	-	-	-	-	-
	1	1849	8	-	-	-	-	-	-
Zákl. vzorek	0	106279	0.4	418662	0.2	199847	0.2	181629	0.2
	1	90559	0.5	383205	0.2	187347	0.2	170743	0.2
	2	74510	0.6	346130	0.2	173746	0.2	159483	0.3
	3	61897	0.7	314031	0.2	161334	0.3	148508	0.3
	4	54456	0.8	294922	0.2	153601	0.3	141753	0.3
	5	46445	0.9	269658	0.2	143409	0.3	132696	0.3

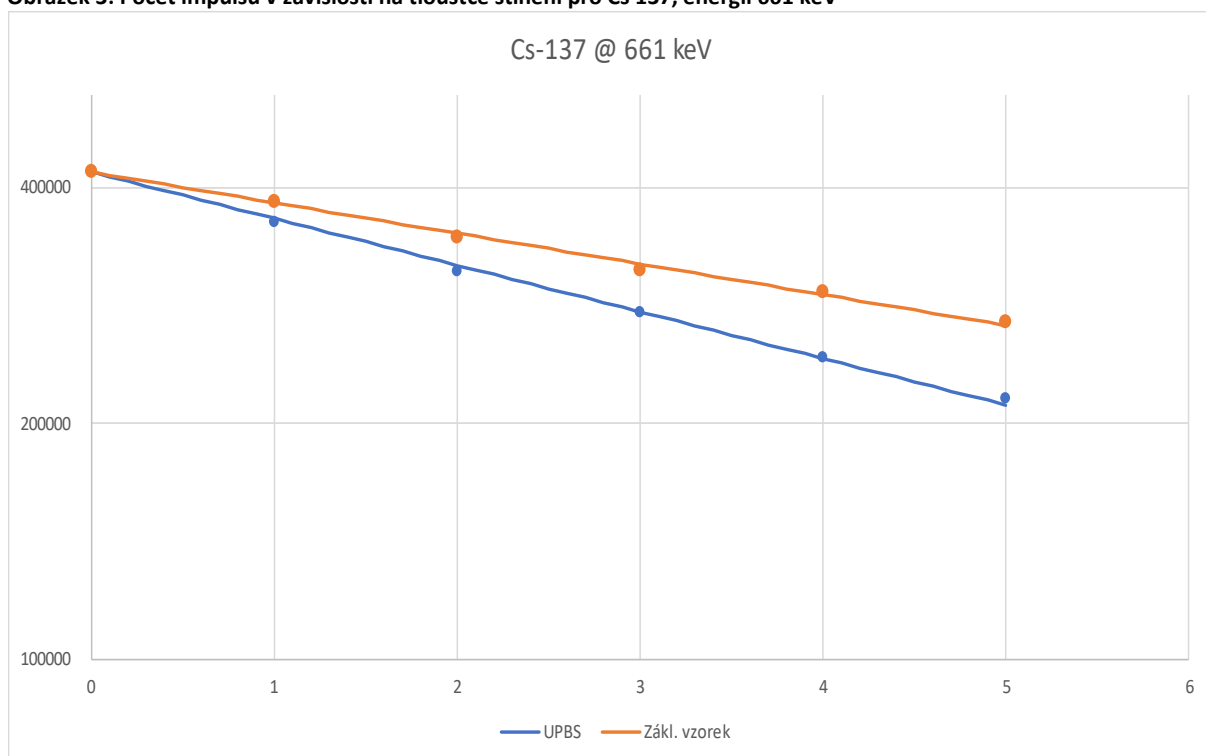
Obrázek 1: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Am 241, energii 59 keV



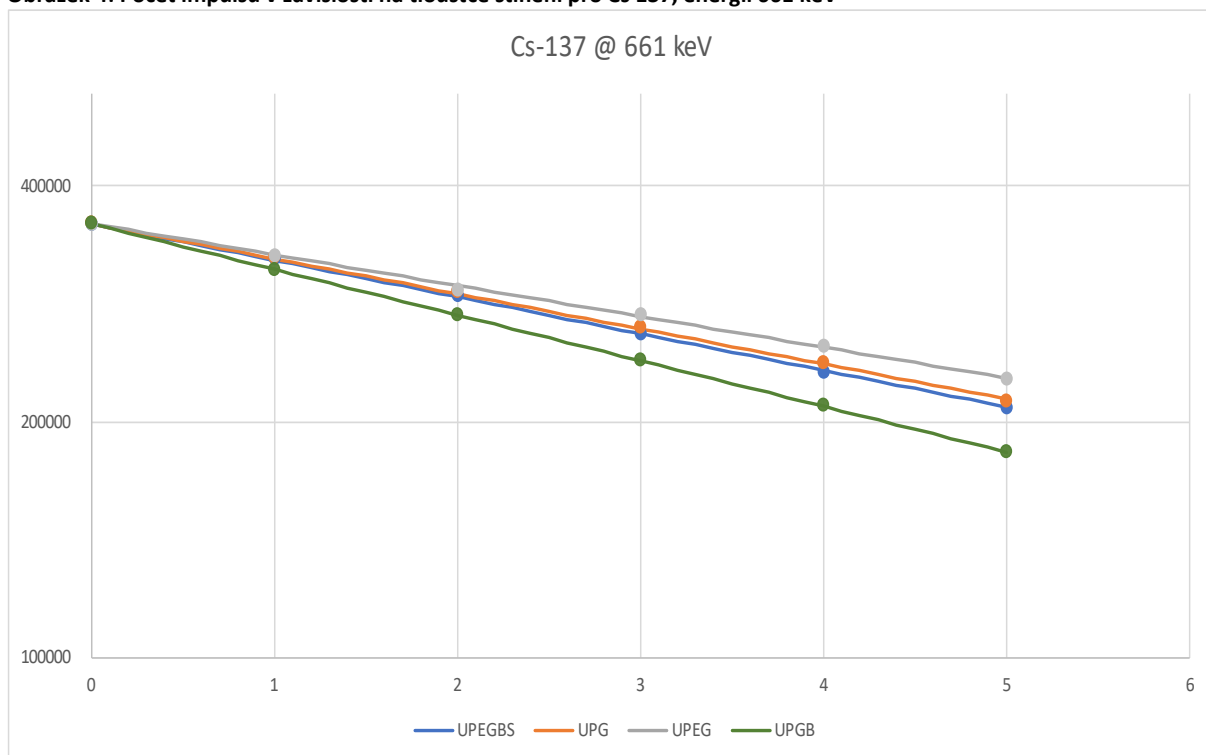
Obrázek 2: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Am 241, energii 59 keV



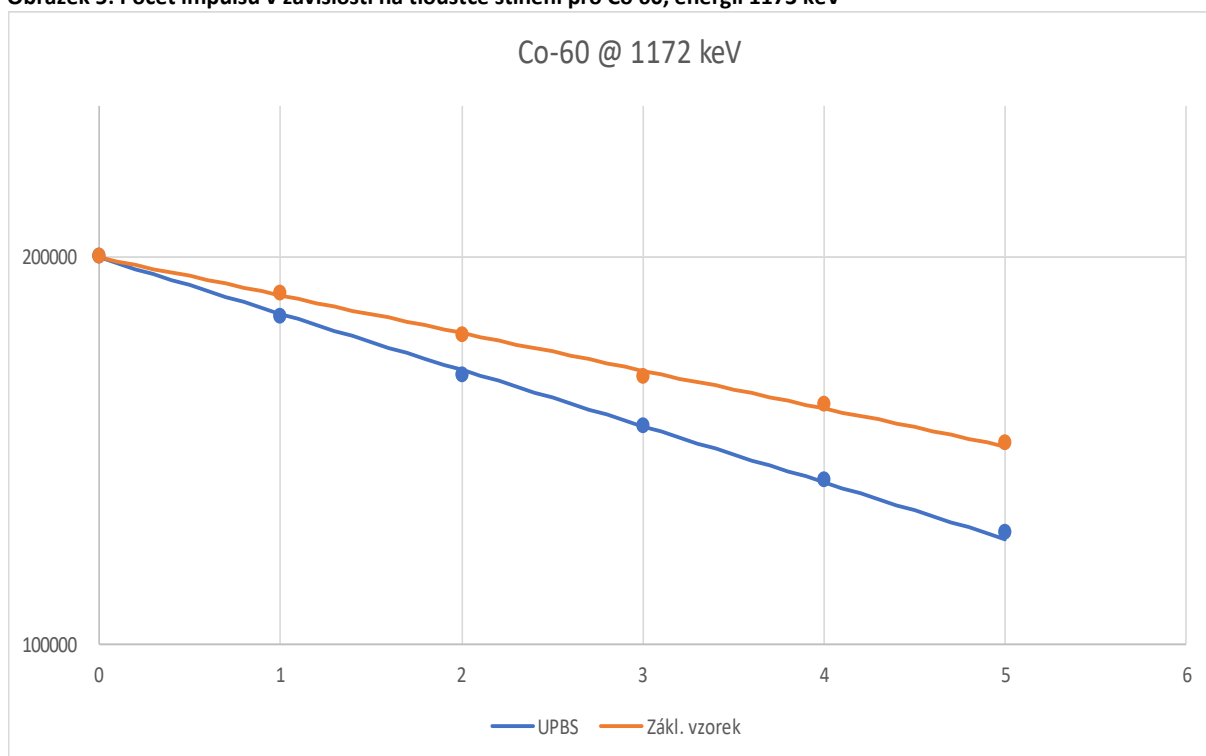
Obrázek 3: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Cs 137, energii 661 keV



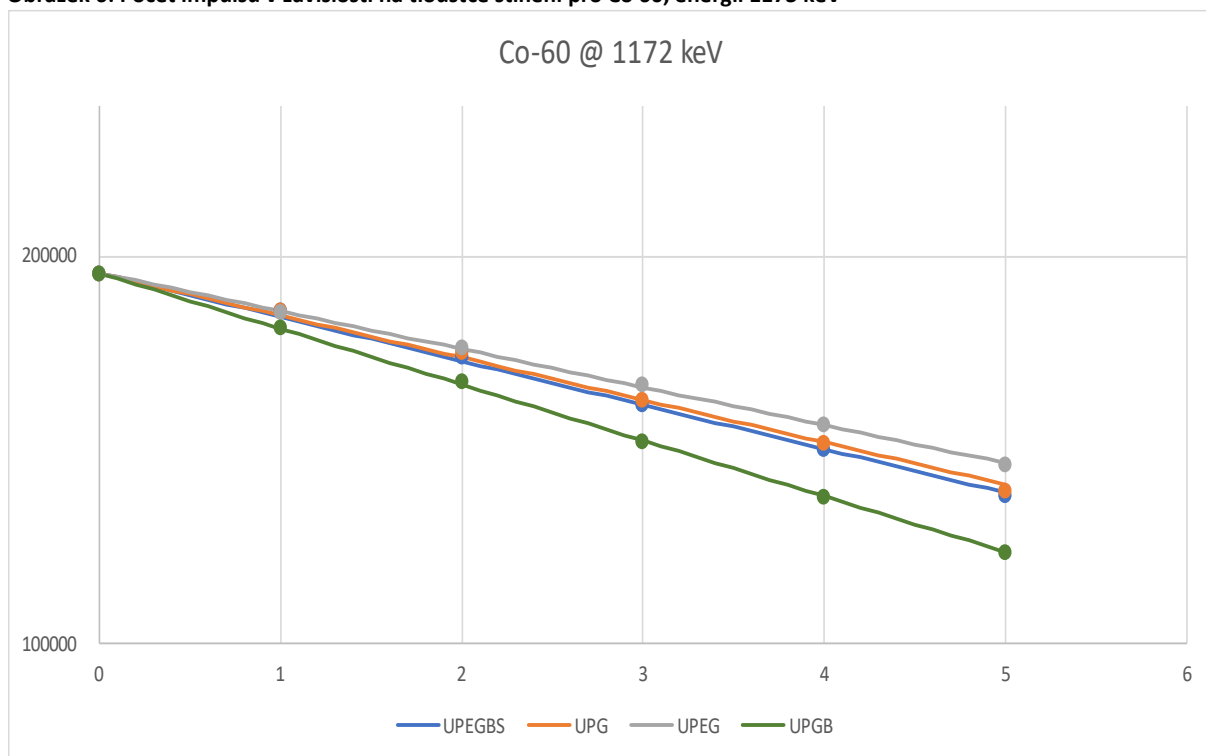
Obrázek 4: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Cs 137, energii 661 keV



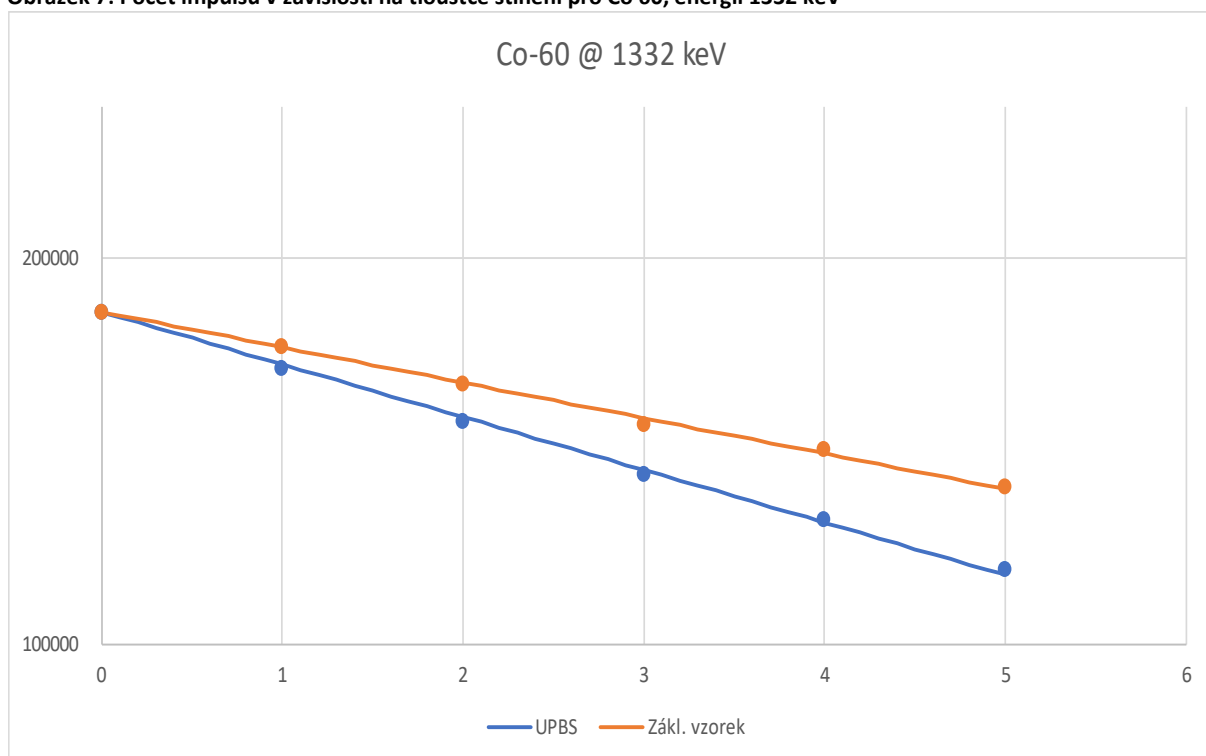
Obrázek 5: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1173 keV



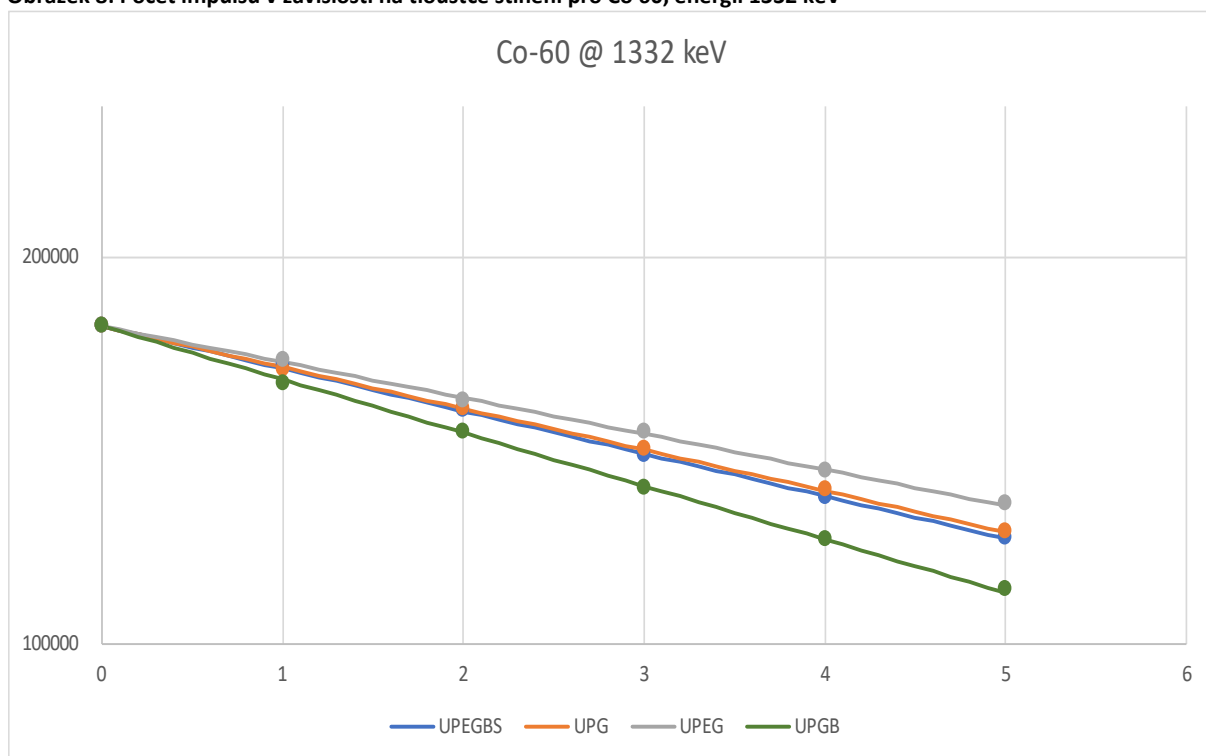
Obrázek 6: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1173 keV



Obrázek 7: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1332 keV



Obrázek 8: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1332 keV



Tabulka 2: Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení pro jednotlivé vzorky

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení [cm ⁻¹]			
	Am 241, 59 keV	Cs 137, 661 keV	Co 60, 1173 keV	Co 60, 1332 keV
UPEGBS	1.4296 ± 0.0125	0.10755 ± 0.00057	0.078616 ± 0.001	0.07614 ± 0.00058
UPG	0.21866 ± 0.00158	0.1029 ± 0.00059	0.075658 ± 0.00114	0.073802 ± 0.00028
UPEG	0.19167 ± 0.0027	0.090624 ± 0.00112	0.067955 ± 0.0004	0.064338 ± 0.00049
UPGB	1.4514 ± 0.0289	0.13405 ± 0.0002	0.099765 ± 0.0006	0.095522 ± 0.0007
UPBS_1	4.0426 ± 0.17865	0.13691 ± 0.00182	0.10052 ± 0.0011	0.094465 ± 0.0012
UPBS_2	3.6021 ± 0.081	-	-	-
Zákl. vzorek	0.17058 ± 0.00295	0.090147 ± 0.00159	0.067428 ± 0.00099	0.063529 ± 0.00084

Datum: 21.7. 2022

Jméno: Ing. Tomáš Grísa, Ph.D.

Gruša

PROTOKOL O MĚŘENÍ LINEÁRNÍHO SOUČinitele ZESLABENÍ



Použitý přístroj:

Analyzátor:	ORTEC DSPEC 50	Detektor:	SILENA PCC 40
Sériové č.:	11322606	Výrobní č.:	DI 864

Referenční etalony:

Nuklid	Výrobní číslo	Ref. datum	Ref. aktivita	Datum	Aktivita
Am-241	100309-1099022	15.12.2018	326,3 kBq	4. 10. 2022	324,3 kBq
Cs-137	011211-1273101	30.1.2019	349,2 kBq	4. 10. 2022	320,8 kBq
Co-60	030818-1605012	15.12.2018	337,8 kBq	4. 10. 2022	204,8 kBq

Metoda vyhodnocení:

Pro určení lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé vzorky byl použit HPGe detektor a tři bodové zdroje s radionuklidy Am-241, Cs-137 a Co-60. Tyto zdroje byly umístěny do vzdálenosti 20 cm od čela detektoru (v ose detektoru) a postupně byla naměřena spektra s jednotlivými vzorky (vždy byly kladeny současně 1 až 5 ks) spolu s nulovým vzorkem (tzn. kdy nebyl vložen žádný vzorek).

Jednotlivá spektra byla vyhodnocena a určily se čisté plochy peaků pro jednotlivé radionuklidy. Tyto jsou uvedeny v Tabulce 1. Z těchto hodnot je poté možné určit součinitel zeslabení μ ze vztahu

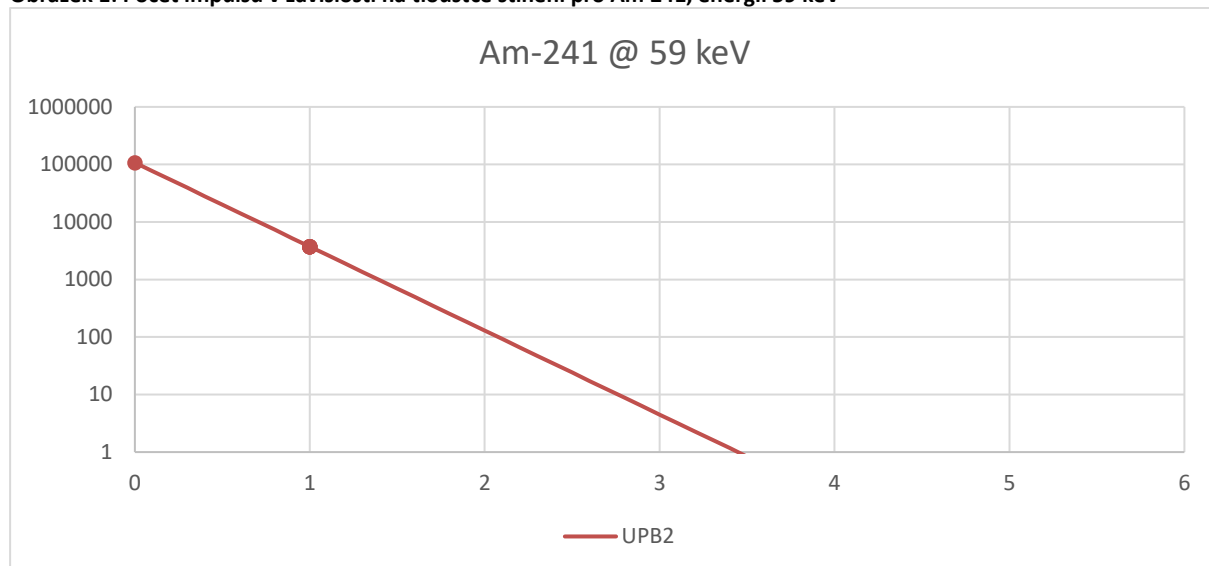
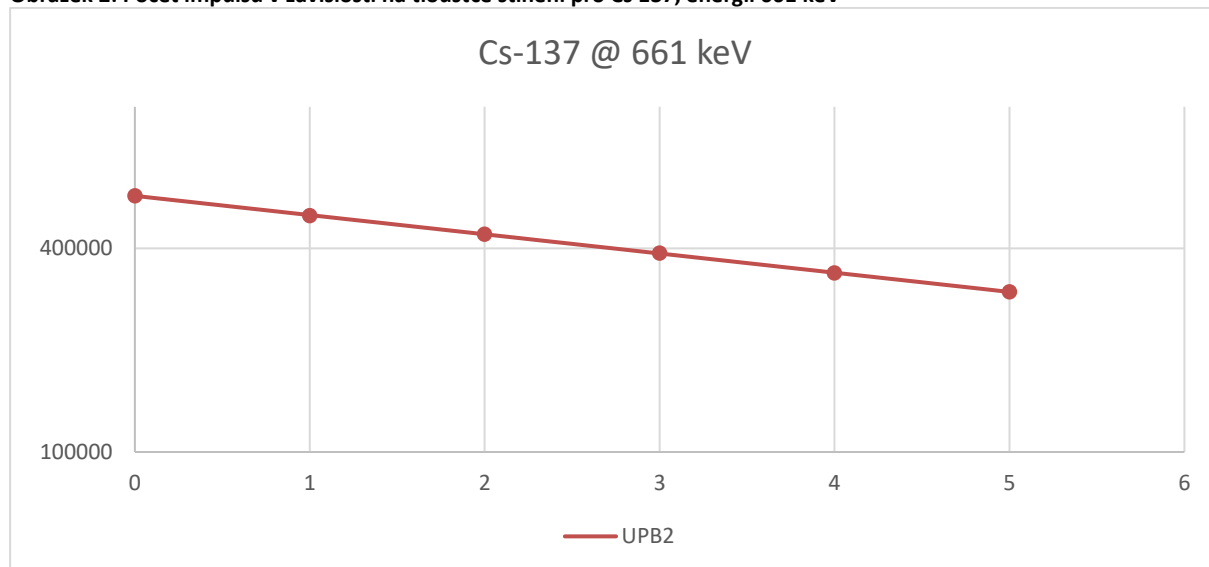
$$I = I_0 e^{-x\mu},$$

kde I je počet změřených impulzů, I_0 je počet impulzů pro nulový vzorek a x je tloušťka stínění (v cm). S ohledem na případné nejistoty měření je vhodné lineární součinitel zeslabení určit pomocí měření všech tloušťek daného vzorku a využití lineární regrese. Takto určené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 2. Porovnání měřených počtů impulzů a ideálního průběhu určeného pomocí spočteného lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé energie je uvedeno v obrázcích 1 až 4.

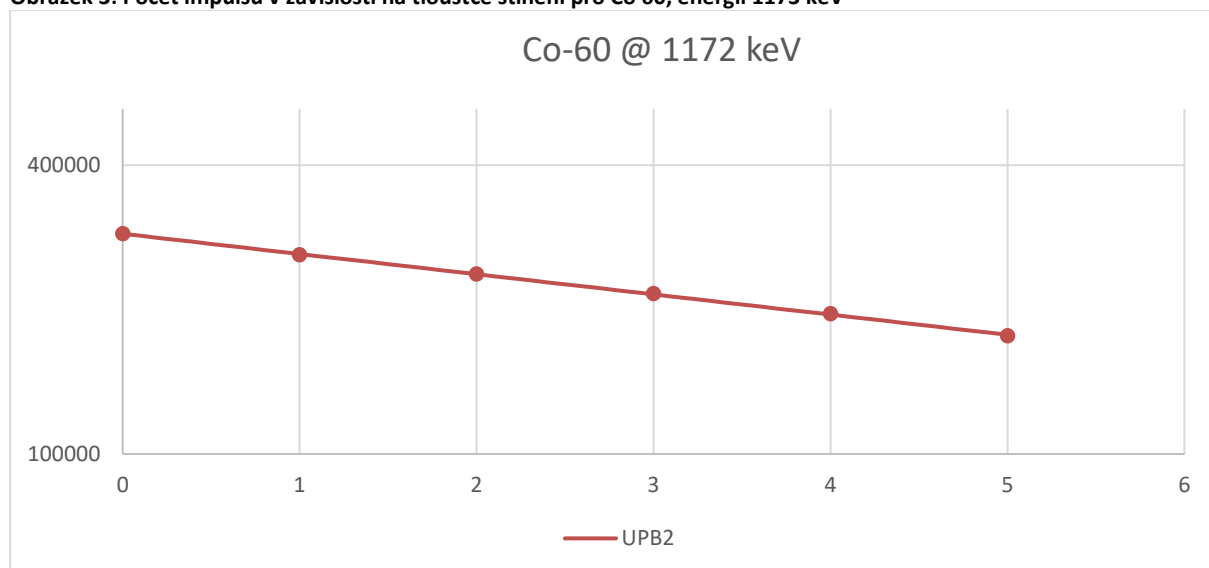
Výsledky:

Tabulka 1: Počet naměřených impulsů (čistá plocha peaků) pro daný vzorek a tloušťku stínění

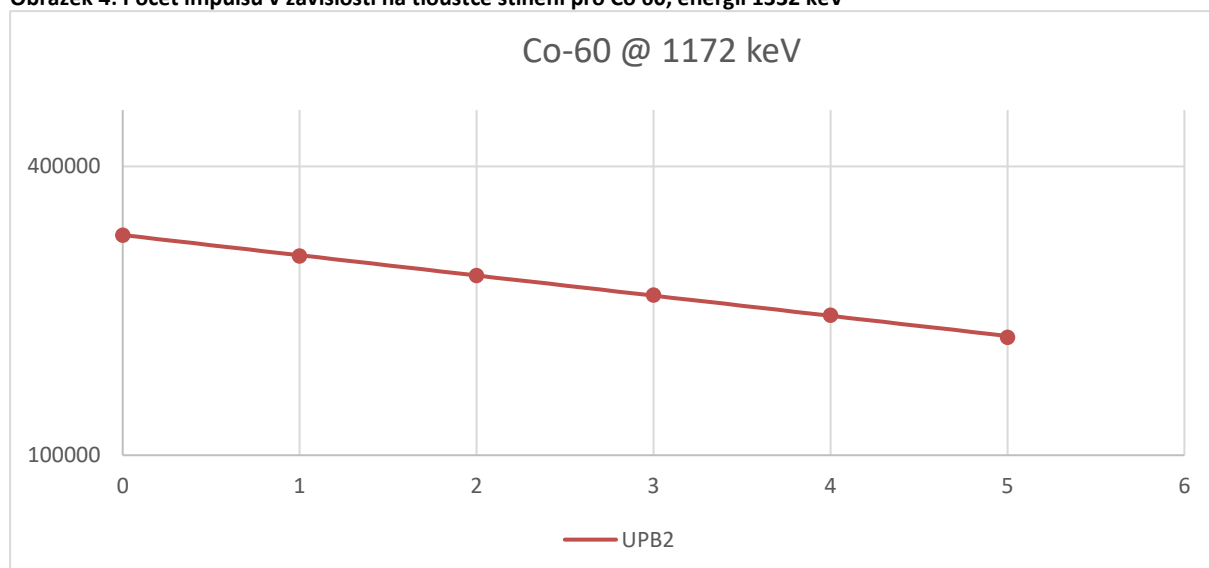
Vzorek	Tloušťka stínění [cm]	Am-241 @ 59 keV		Cs-137 @ 661 keV		Co-60 @ 1173 keV		Co-60 @ 1332 keV	
		Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]
UPB2	0	107428	0.4	571953	0.1	287720	0.2	258993	0.2
	1	3737	5.4	499072	0.1	260203	0.2	236025	0.2
	2	0	0	440447	0.2	237126	0.2	217033	0.2
	3	0	0	387567	0.2	215849	0.2	198581	0.2
	4	0	0	338081	0.2	195915	0.2	181411	0.2
	5	0	0	297580	0.2	176355	0.2	165378	0.2

Obrazek 1: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Am 241, energii 59 keV

Obrazek 2: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Cs 137, energii 661 keV


Obrázek 3: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1173 keV



Obrázek 4: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1332 keV



Tabulka 2: Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení pro jednotlivé vzorky

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení [cm ⁻¹]			
	Am 241, 59 keV	Cs 137, 661 keV	Co 60, 1173 keV	Co 60, 1332 keV
UPB2	3.3609 ± 0.0536	0.13091 ± 0.00056	0.09691 ± 0.00049	0.08924 ± 0.00037

Datum: 6. 10. 2022

Jméno: Ing. Tomáš Grísa, Ph.D.

PROTOKOL O MĚŘENÍ LINEÁRNÍHO SOUČinitele ZESLABENÍ



Použitý přístroj:

Analyzátor:	ORTEC DSPEC 50	Detektor:	SILENA PCC 40
Sériové č.:	11322606	Výrobní č.:	DI 864

Referenční etalony:

Nuklid	Výrobní číslo	Ref. datum	Ref. aktivita	Datum	Aktivita
Am-241	100309-1099022	15.12.2018	326.3 kBq	29.03.2023	324.1 kBq
Cs-137	261112-1273167	1.11.2017	354.1 kBq	29.03.2023	312.6 kBq
Co-60	030818-1605012	15.12.2018	337.8 kBq	29.03.2023	192.2 kBq

Metoda vyhodnocení:

Pro určení lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé vzorky byl použit HPGe detektor a tři bodové zdroje s radionuklidy Am-241, Cs-137 a Co-60. Tyto zdroje byly umístěny do vzdálenosti 20 cm od čela detektoru (v ose detektoru) a postupně byla naměřena spektra s jednotlivými vzorky (vždy byly kladeny současně 1 až 5 ks) spolu s nulovým vzorkem (tzn. kdy nebyl vložen žádný vzorek).

Jednotlivá spektra byla vyhodnocena a určily se čisté plochy peaků pro jednotlivé radionuklidy. Tyto jsou uvedeny v Tabulce 1. Z těchto hodnot je poté možné určit součinitel zeslabení μ ze vztahu

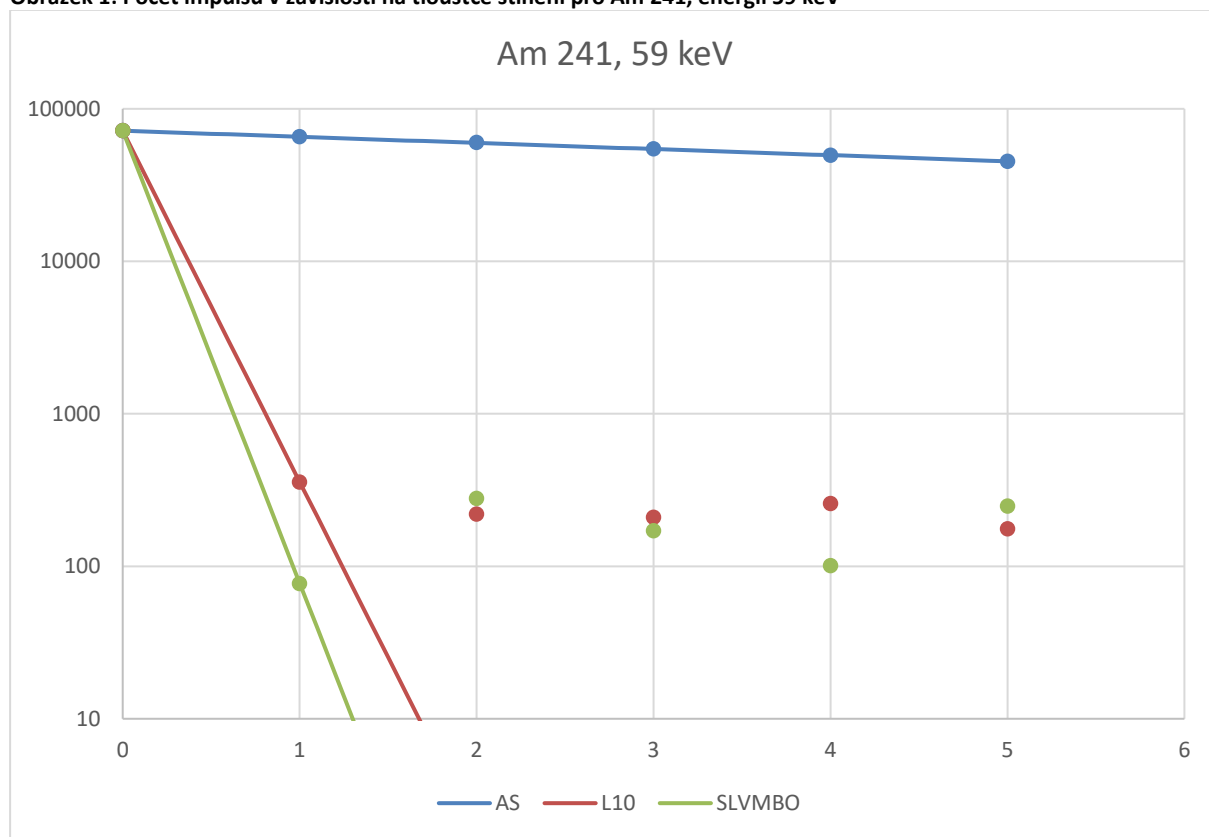
$$I = I_0 e^{-x\mu},$$

kde I je počet změřených impulzů, I_0 je počet impulzů pro nulový vzorek a x je tloušťka stínění (v cm). S ohledem na případné nejistoty měření je vhodné lineární součinitel zeslabení určit pomocí měření všech tloušťek daného vzorku a využití lineární regrese. Takto určené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 2. Porovnání měřených počtů impulzů a ideálního průběhu určeného pomocí spočteného lineárního součinitele zeslabení pro jednotlivé energie je uvedeno v obrázcích 1 až 4.

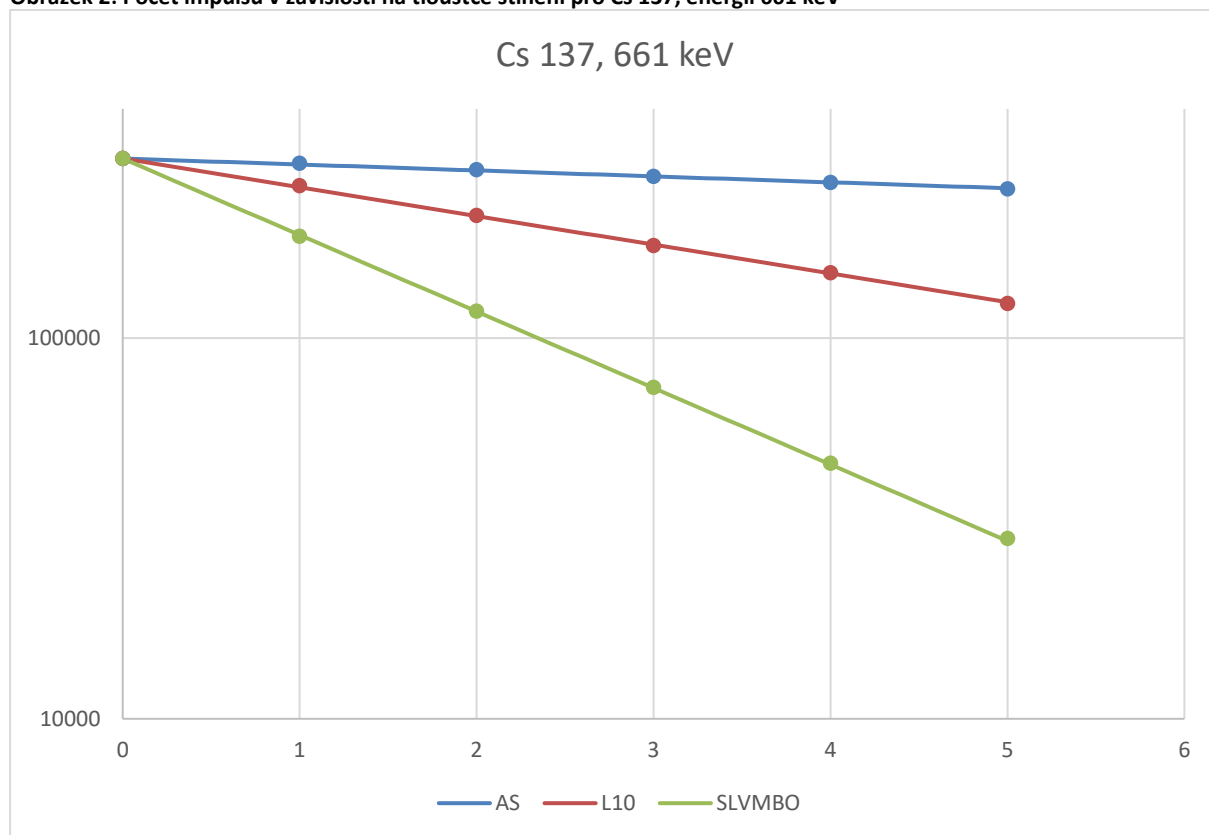
Výsledky:**Tabulka 1: Počet naměřených impulsů (čistá plocha peaků) pro daný vzorek a tloušťku stínění**

Vzorek	Tloušťka stínění [cm]	Am-241 @ 59 keV		Cs-137@ 661 keV		Co-60 @ 1173 keV		Co-60 @ 1332 keV	
		Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]	Impulzy	Nejistota [%]
AS	0	71896	0.5	296117	0.2	134275	0.3	122021	0.3
	1	65603	0.6	287633	0.2	131839	0.3	119617	0.3
	2	60024	0.6	276883	0.2	127532	0.3	116899	0.3
	3	54511	0.6	266070	0.2	123695	0.3	112692	0.3
	4	49555	0.7	256322	0.2	120973	0.3	109983	0.3
	5	45201	0.7	246363	0.2	117499	0.3	107115	0.3
L10	0	71896	0.5	296117	0.2	134275	0.3	122021	0.3
	1	356	63.7	251216	0.2	122022	0.3	111839	0.3
	2	220	97.1	209816	0.2	109514	0.3	101071	0.3
	3	209	98.2	174917	0.3	97994	0.3	91318	0.3
	4	257	76.5	148509	0.3	87525	0.4	82999	0.4
	5	176	107.8	123157	0.3	78557	0.4	74149	0.4
SLVMBO	0	71896	0.5	296117	0.2	134275	0.3	122021	0.3
	1	77	267.8	185179	0.2	101015	0.3	94088	0.3
	2	278	67.2	117574	0.3	77369	0.4	73029	0.4
	3	171	98.4	74279	0.4	58313	0.4	56424	0.4
	4	101	153.4	46866	0.5	44034	0.5	43560	0.5
	5	248	56.6	29790	0.7	33672	0.6	34196	0.5

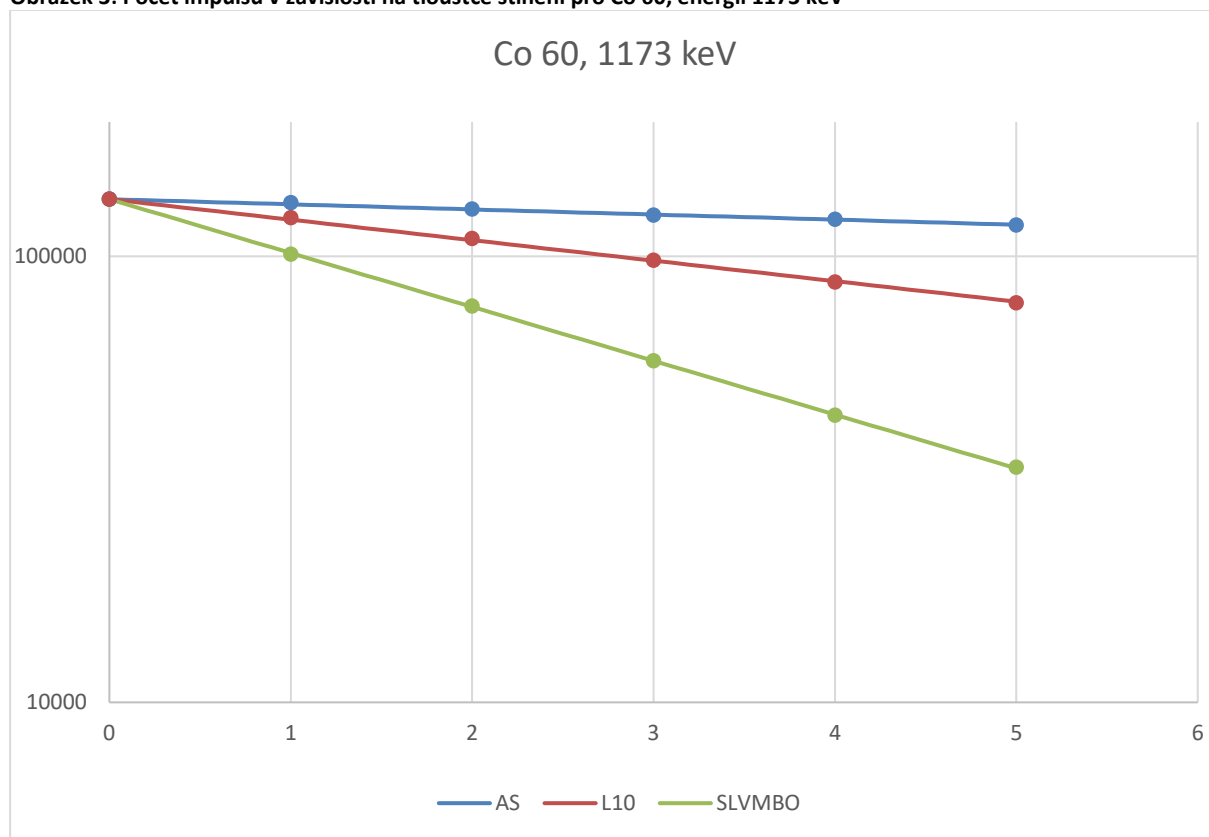
Obrázek 1: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Am 241, energii 59 keV



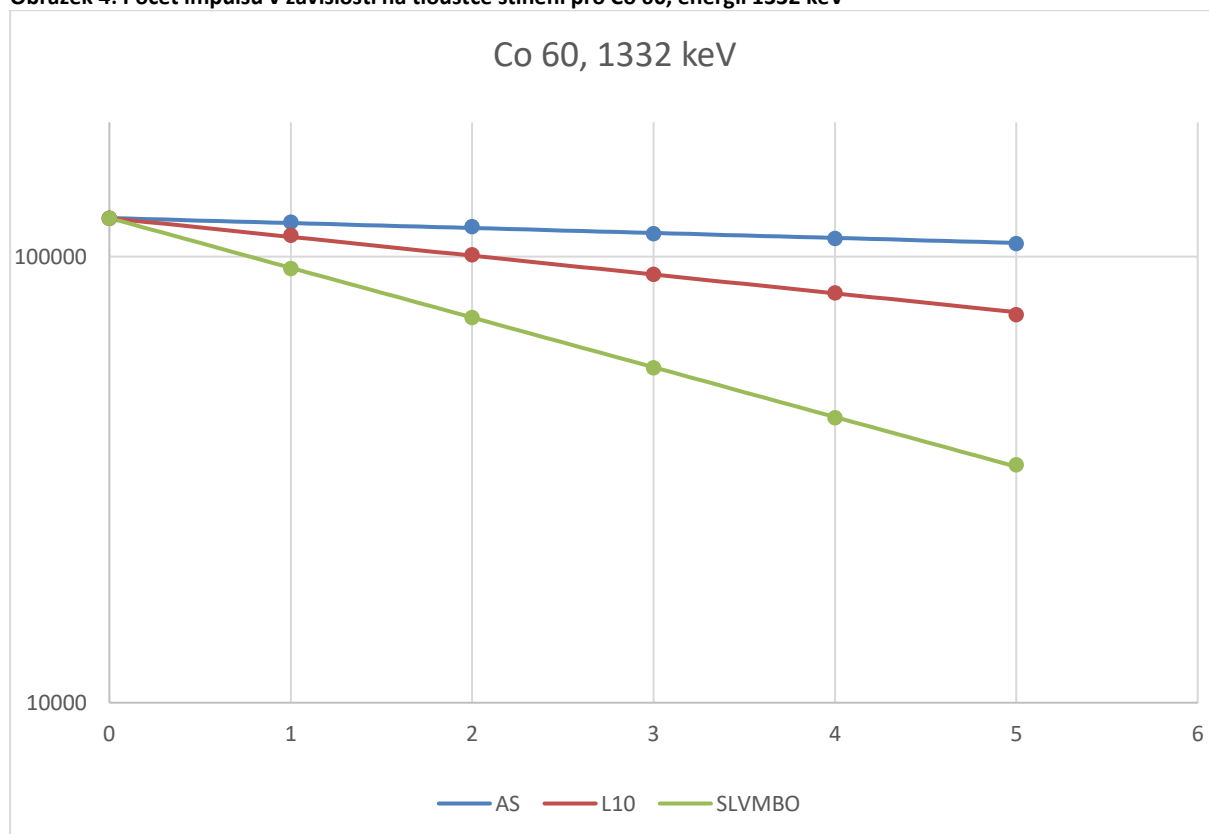
Obrázek 2: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Cs 137, energii 661 keV



Obrázek 3: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1173 keV



Obrázek 4: Počet impulsů v závislosti na tloušťce stínění pro Co 60, energii 1332 keV



Tabulka 2: Hodnoty lineárních součinitelů zeslabení pro jednotlivé vzorky

Vzorek	Lineární součinitel zeslabení [cm ⁻¹]			
	Am 241, 59 keV	Cs 137, 661 keV	Co 60, 1173 keV	Co 60, 1332 keV
AS	0.09246 ± 0.00037293	0.03594 ± 0.00061192	0.02637 ± 0.00057748	0.02560 ± 0.00068965
L10	5.30190 ± 0.54176	0.17364 ± 0.0011493	0.10572 ± 0.0011357	0.09708 ± 0.0011598
SLVMBO	6.83140 ± 2.4304	0.46251 ± 0.0014708	0.27798 ± 0.0010246	0.25669 ±0.00067612

Datum: 4. 4. 2023

Jméno: Ing. Tomáš Grísa, Ph.D.