

反应堆堆腔用中子屏蔽材料耐热性能研究

刘晓强¹ 邓志华² 毛 飞¹ 石秀强¹

1(上海核工程研究设计院有限公司 上海 200233)

2(中国工程物理研究院 化工材料研究所 绵阳 621900)

摘要 针对第三代核电厂反应堆堆腔耐高温中子屏蔽需求,由于当前国内外的材料均无法满足设计要求,急需开发一种耐高温的中子屏蔽材料。本文以耐高温的苯基硅树脂及苯基含氢硅油为基体材料,以碳化硼粉末为中子吸收体,制备出一种耐高温中子屏蔽复合材料并着重探讨了复合材料的耐热性能及不同苯基含量的影响。热重分析(Thermal Gravimetric Analysis, TGA)研究表明:随着苯基含量的升高,复合材料的热失重逐渐减小,5%失重率时的温度高达487℃;利用热老化烘箱经300℃条件下500h的耐热试验,材料失重率低于10%,说明该材料具有较好的耐高温性能,为核能等辐射屏蔽领域提供了一种耐热性能优异的中子屏蔽材料,有望得到进一步的工程应用。

关键词 中子屏蔽材料, 耐高温, 反应堆堆腔, 苯基硅树脂

中图分类号 TL34

DOI: 10.11889/j.0253-3219.2021.hjs.44.080602

Investigation on the heat resistance of neutron shielding materials for reactor cavity

LIU Xiaoqiang¹ DENG Zhihua² MAO Fei¹ SHI Xiuqiang¹

1(Shanghai Nuclear Engineering Research and Design Institute Co., Ltd., Shanghai 200233, China)

2(Institute of Chemical Materials, Chinese Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

Abstract [Background] High temperature neutron shielding of the reactor cavity in the third generation nuclear power plant requires a high temperature resistant shielding material, but there is no suitable material that meets the design requirements in the market. [Purpose] This study aims to develop a high temperature resistant neutron shielding material for the needs of nuclear engineering, and investigate its heat resistance. [Methods] First of all, high temperature resistant phenyl silicone resin and phenyl hydrogen silicone oil were used as matrix materials, and boron carbide powder was taken as neutron absorber. A high temperature neutron shielding composite was prepared by the matrix materials and boron carbide powder. Then, the heat resistance of the composite and the effect of different phenyl content were investigated in details. The thermal weight loss and off-gases mechanisms of the neutron shielding material were studied by thermogravimetric analysis combined with gas chromatography and mass spectrometry (TGA-GCMS) method. The long-term thermal aging behavior of the materials was explored by thermal aging oven, and the outgassing environment of the material was measured at ~500℃. [Results] Thermo gravimetric analysis (TGA) results show that the thermal weight loss of the composite decreased gradually with the increase of

国家科技重大专项-大型先进压水堆及高温气冷堆核电站项目(No.2018ZX06001001)及国防科工局核能开发项目-柔性辐射屏蔽材料关键技术及应用性能研究

第一作者: 刘晓强, 男, 1983年出生, 2009年毕业于中国科学院大学, 现为高级工程师, 研究领域为核能腐蚀与防护、非金属材料等设计与研究

收稿日期: 2021-03-30, 修回日期: 2021-06-05

Supported by National Science and Technology Major Projects - Large Advanced Pressurized Water Reactor and High-temperature Gas Cooled Reactor Nuclear Power Plant Project (No.2018ZX06001001) and the Nuclear Energy Development Project of the State Administration of Science, Technology and Industry for National Defense - Key Technology and Application Performance of Flexible Radiation Shielding Materials

First author: LIU Xiaoqiang, male, born in 1983, graduated from University of Chinese Academy of Sciences in 2009, senior engineer, focusing on nuclear corrosion and protection as well as non-metallic materials research and design

Received date: 2021-03-30, revised date: 2021-06-05

phenyl content, and the 5% weight lost decomposition point is at the high temperature of 487 °C. After 500 h thermal aging at 300 °C, the total weight loss of the composite is less than 10%. **[Conclusion]** The shielding material prepared and tested in this study has good thermal resistance and stability. It provides a kind of neutron shielding material with excellent heat resistance for nuclear energy and other radiation shielding fields, and is expected to be further applied in engineering.

Key words Neutron shielding material, High temperature resistance, Reactor cavity, Phenyl silicone resin

反应堆压力容器(Reactor Pressure Vessel, RPV)及其内部构件受中子辐照而活化产生很强的放射性,是核电厂运行期间中子和光子辐射的重要来源。在反应堆正常运行工况下,从压力容器泄漏出来的中子和 γ 射线,一部分通过一次混凝土屏蔽墙泄漏出去,一部分顺着堆腔(RPV和一次混凝土屏蔽墙之间构成的空间)泄漏出去,形成堆腔辐射漏束。这些辐射漏束对安全壳内辐射剂量水平有重要影响。中子辐照会加速材料的老化,并引起中子活化且有些活化产物的半衰期很长,势必影响安全壳内维修期间的放射性剂量率。因此,堆腔漏束的屏蔽对于控制和降低反应堆主设备的活化水平具有重要的意义。为了降低操作人员以及安全区内设备的辐射剂量,减少中子活化产物的影响,在重要漏束方向增设中子屏蔽材料是有效的防护方式,不仅可以防止设备出现过度活化和老化,而且有利于防止运行人员接受的剂量超过国家规定的限值^[1-3]。

第三代先进非能动压水堆核电厂反应堆堆腔共有三层辐射屏蔽组件(图1),分别位于RPV外部的上、中、下三个部位。这些屏蔽组件用以减少RPV上方、RPV接管段处、堆腔底部的辐射剂量,从而降低由于堆腔辐射漏束到达反应堆厂房各区域的辐射水平。屏蔽组件是由数个不同形状且内部填充耐高温中子屏蔽材料的不锈钢壳体组成,这种结构具有更加优异的中子屏蔽效果(CAP系列核电厂壳内剂量率小于 $1 \text{ mSv} \cdot \text{h}^{-1}$,其他主要堆型剂量率通常小于 $10 \text{ mSv} \cdot \text{h}^{-1}$)。辐射屏蔽组件应具有耐高温、耐辐照、屏蔽性能稳定、使用寿命长等优点^[4-6]。中子屏蔽材料作为辐射屏蔽组件的关键功能材料,发挥着重要作用。因此,研究开发耐高温辐射屏蔽材料具有重要的价值,对提升核电的安全可靠性具有重要意义。

目前,国际上核电领域常用的屏蔽材料,包括环氧基、聚乙烯基、天然橡胶等聚合物基复合材料^[7-15]。之所以选用高分子材料作为基体,主要是因为其含有高的氢含量,这有益于对快中子进行慢化。环氧树脂基屏蔽材料由于其分子结构中含有一定量的苯环、双键和环氧键,其耐温性能好于聚乙烯,通常环氧类中子屏蔽材料的最高使用温度为

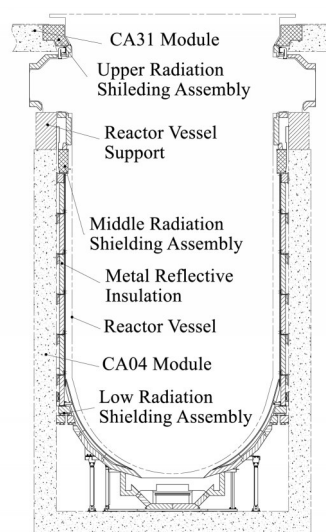


图1 RPV堆腔示意图
Fig.1 Schematic diagram of RPV reactor cavity

150 °C左右,而聚乙烯类中子屏蔽材料的最高使用温度是80 °C左右。在设计耐高温屏蔽材料时,既要考虑其分子结构的耐温性,还有尽可能地提高其氢含量,以便其具有更好的慢化屏蔽效果。也有一些学者试图采用铈等较大散射截面的稀有金属元素进行耐高温屏蔽材料成分设计,但由于这些稀土元素价格昂贵且制备工艺复杂等,均未得到工程领域的广泛应用^[16-17]。美国Shieldwerx公司开发的硅酮基耐热防火中子屏蔽材料将最高长期使用温度提升到204 °C,但该材料仍无法满足RPV堆腔部分区域较高温度的应用环境,从而可能会出现材料泄露等质量问题^[4],无法满足核电工程应用。因此,随着核电安全性能要求的全面提高,设计研发具有更高耐温特性的中子屏蔽材料具有重要的现实意义。

本文针对第三代核电厂堆腔耐高温中子屏蔽材料需求,采用耐高温的苯基有机硅树脂为基体,以改性碳化硼为中子功能吸收填料,探索制备具有耐高温中子屏蔽复合材料,重点对其耐温特性及长期高温老化特性等进行研究,以期获得耐高温性能优异的中子屏蔽复合材料,为核电等高温辐射屏蔽领域提供材料保障,降低辐射对人员和材料的危害。

1 试验

1.1 样品制备

苯基乙烯基硅树脂(苯基含量:5%、10%、20%和30%),苯基含氢硅油(苯基含量:5%、10%、20%和30%,氢含量:0.6%),铂催化剂(0.5%),均为自制; B_4C 粉体(800目= $15\mu m$):大连金玛硼业科技集团股份有限公司。

准确称取高苯基乙烯基硅树脂、高苯基乙烯基硅油、高苯基含氢硅树脂、硅烷偶联剂改性的氢氧化镁和碳化硼等原料,加入7.5 L剪切混合釜中,通过真空搅拌剪切混合均匀,并加入铂催化剂,进行二次真空搅拌剪切混合,然后将混合好的料浆浇注入不锈钢屏蔽壳体中,料浆注满后压实,静置室温固化成型。制备的中子屏蔽材料样品中的平均硼含量约为 3.5×10^{21} 个 $\cdot cm^{-3}$,平均氢含量约为 4.6×10^{22} 个 $\cdot cm^{-3}$,密度为 $1.6 g\cdot cm^{-3}$,满足屏蔽设计要求。

1.2 表征方法

采用德国耐驰仪器制造有限公司的STA 449CTG-DSC型号热重分析仪(Thermo Gravimetric Analyzer, TGA)对中子屏蔽复合材料进行耐热性能测试。温度区间20~700 $^{\circ}C$,氮气氛围,升温速率 $10^{\circ}C\cdot min^{-1}$ 。

热重气质谱联用系统由德国耐驰公司的STA 409C型热重分析仪和美国Thermoelectron公司的FOCUS DSQ气质联用谱仪(Gas Chromatography Mass Spectrometry, GCMS)组成。样品质量控制在15 mg左右,在热重分析仪内以 $50^{\circ}C\cdot min^{-1}$ 升温速率由室温加热至600 $^{\circ}C$ 。质谱仪采用高纯He气载体,热解挥发分由载气携带进入质谱并进行分析。综合比对热重裂解气质联用试验析出物质的分子特征峰,就可确定高温条件下材料的主要热分解产物。

采用型号为STPH-202M的高温试验烘箱开展屏蔽材料的长期热老化试验。为模拟实际工程应用工况,试验前将样品放入不锈钢盒中进行装取,并使用天平称重测量,试验时间为168 h、336 h和500 h。

2 结果与讨论

2.1 不同苯基含量对复合材料耐热性能的影响

图2为不同苯基含量的含硼硅树脂复合材料的TGA图。4条曲线对应的苯基含量分别为5%、10%、20%和30%,其中4种样品的 B_4C 含量相同。可以看出,随着苯基含量的增加,材料的热失重温度逐渐提高;但当苯基含量 $\geq 20\%$ 时,其热失重温

度没有发生显著的变化。另外,考虑产品成本会随着苯基含量而增加,基体树脂在合成过程中的可控性也逐步降低,苯基含量也不宜过多。研究表明:苯基含量有利于提高材料的耐热性和强度^[18],且用甲基苯基有机硅树脂作为粘结剂制成的耐高温涂料可以抵抗高达800 $^{\circ}C$ 的高温^[19]。

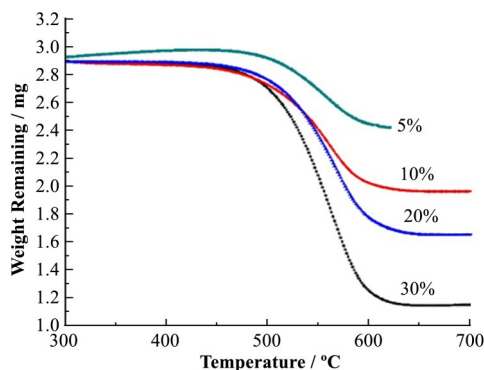


图2 不同苯基含量的含硼硅树脂复合材料TGA图
Fig.2 TGA diagram of borosilicate composites with different phenyl content

苯基乙烯基有机硅树脂作为中子屏蔽材料交联固化的基础树脂,具有良好的耐热性能。文献[20-21]表明:在硅橡胶的侧链上引入苯基则可以改变传统硅橡胶分子的对称性,也能够改变分子链的规整度和柔顺性,从而改善其耐温性能和力学性能。为测试目标产物的耐热性能,对其进行了热失重分析,所得结果如图3所示。可以看出,当温度小于150 $^{\circ}C$ 时,硅树脂的热失重基本可以忽略。当温度达到300 $^{\circ}C$ 时,苯基硅树脂的失重低于5%;其最大失重温度为478 $^{\circ}C$ 。在400 $^{\circ}C$ 之前,样品失重量仍维持较低水平,且起始分解的多为残留溶剂及小分子物,表明本文研发的苯基硅树脂具有较好的耐热性能。

2.2 中子屏蔽材料热失重机理及长期耐热性能

硅橡胶的受热分解主要分为聚合物侧基氧化和聚合物主链降解两部分^[22-24]。为了研究中子屏蔽材料的热稳定性及热分解排气情况,对制备的含硼硅树脂中子屏蔽复合材料样品进行了热重-气质联用(Thermo Gravimetric Analyzer - Gas Chromatography Mass Spectrometry, TGA-GCMS)测试,结果如图4所示。从TGA曲线可以看出,屏蔽材料在重量分解5%时的失重温度约为487 $^{\circ}C$,材料耐热最高温度约为537 $^{\circ}C$ 。在室温约600 $^{\circ}C$ 测量温度内,未测试出材料在50%失重时的温度及材料最终失重温度,说明材料在这一温度区间内无法完全分解,最高失重仅22%。

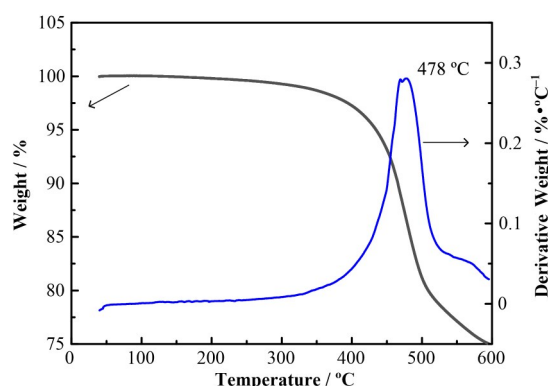


图3 苯基乙烯基硅树脂的热重图
Fig.3 Thermo gravimetry diagram of phenyl vinyl silicone resin

文献[9-10]表明:日本原子能机构的 Atsuhiko 等最新研发出了几种不同耐温等级的中子屏蔽复合材料,其中最高耐 300 °C 的中子屏蔽材料在 5% 失重时的热分解温度约为 314 °C,该材料将用于新设计的快堆或裂变堆。另外,当前屏蔽领域常用的聚乙烯类中子屏蔽存在耐热温度低(小于 120 °C),且会产生二次 γ 射线的缺点。因此综上分析,本文制备的中子屏蔽复合材料具有更好的耐热性能,预期可应用核能高温辐射屏蔽环境。

对中子屏蔽材料在 500 °C 附近温度点进行 TGA-GCMS 分析,以便分析热老化引起的逸出气体成分,结果如图 5 所示。根据图 5 曲线峰原子量及峰位置分析(图 6),主要热失重分子为树脂合成中少量残留的有机溶剂及低分子物料,具体包括乙烷、乙烯、苯等,这些物质为无机粉体改性用的有机功能溶剂,材料合成过程中尚有残留的少量有机溶剂及低分子物未去除干净,而并非屏蔽材料的基体树脂分

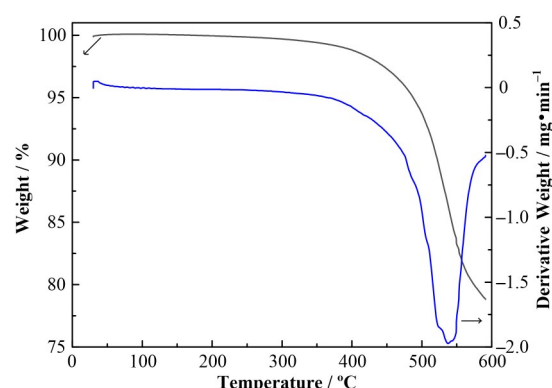


图4 中子屏蔽复合材料 TGA 曲线
Fig.4 TGA-GCMS curve of the neutron shielding composite material

解产物。从图 5 可看出,随着热老化时间的进行,无明显热分解产物释放。这表明材料在该温度下是安全可靠的,且在样品制备前进行脱挥处理将进一步降低材料在高温条件下使用的失重率。

为验证所制备的含硼硅树脂中子屏蔽材料在模拟实际应用状态下的耐热行为,将含硼硅树脂屏蔽材料样品置于不锈钢盒子内,然后在高温烘箱中进行 260 °C 和 300 °C 的长期热老化试验,观测其重量损失变化情况,结果如图 7 所示。从图 7 可以看出,本文开发的耐高温含硼硅树脂屏蔽材料在 260 °C 老化 500 h 后,其失重量仅 3% 左右。而某进口耐高温硅树脂屏蔽材料其失重率已达到 25%。随着热老化温度的提升,屏蔽材料的失重率有所提高,但仍处于较低水平。另外,在起始 168 h 内的失重率较大,随后随着时间的延长,材料的失重率增长均较缓和。这说明本文研发的屏蔽材料具有较优异的耐高温性能,显著优于某进口同类材料。

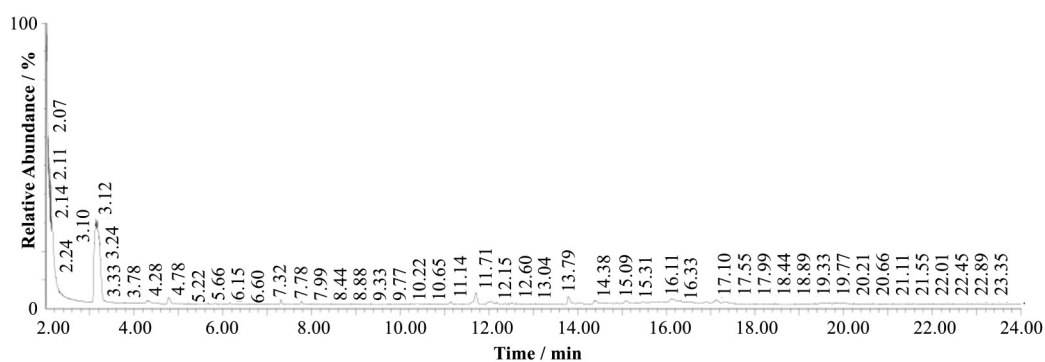


图5 中子屏蔽材料 GCMS 热分解图谱
Fig.5 Thermal decomposition of neutron shielding material by GCMS

3 结语

本文通过高苯基有机硅树脂和改性碳化硼等材

料制备出了一种耐高温的中子屏蔽复合材料。TGA 研究表明:随着苯基含量的增加其耐热性得到提升,短时失重 5% 时其热分解温度高达 487 °C;经过

300 ℃、500 h的长期热老化试验,其失重率为7.8%,具有较好的耐高温特性,远优于国外同类产品的耐热性能,为核能等辐射屏蔽领域提供了一种耐热性

能优异的中子屏蔽材料,有望得到进一步的工程应用。

Pk #	RT	Hit	Compound Name	Match	R.Match	CAS	Area	Area %	Chemical Formula
1	2.021	1	Ethane	593	620	74-84-0	12754571.0	2.26	C2H6
		2	Ethylene	555	580	74-85-1	12754571.0	2.26	C2H4
		3	Trimethylene oxide	547	564	503-30-0	12754571.0	2.26	C3H6O
		4	Diethyl azodicarboxylate	537	545	1972-28-7	12754571.0	2.26	C6H10N2O4
		5	Succinic anhydride	509	510	108-30-5	12754571.0	2.26	C4H4O3
2	3.125	1	Benzene	913	915	71-43-2	266049344.0	47.21	C6H6
		2	1,5-Hexadien-3-yne	852	852	821-08-9	266049344.0	47.21	C6H6
		3	1,3-Hexadien-5-yne	835	835	10420-90-3	266049344.0	47.21	C6H6
		4	1,5-Hexadiyne	834	834	628-16-0	266049344.0	47.21	C6H6
		5	2,4-Hexadiyne	825	841	2809-69-0	266049344.0	47.21	C6H6

图6 主要分解物质分析结果(对应图5中的主峰)
Fig.6 Result of main decomposition compounds corresponding to the main peaks in Fig.5

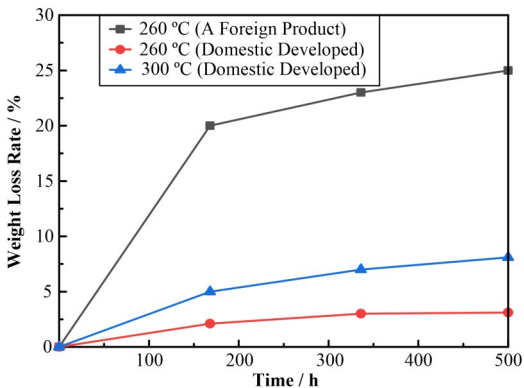


图7 中子屏蔽材料热老化试验结果
Fig.7 Thermal aging test results of neutron shielding materials

参考文献

1 Regulatory Guide 1.190. Calculational and dosimetry methods for determining pressure vessel neutron fluence [R]. Regulatory Guide Office of Nuclear Regulatory Research, 2001.

2 Zheng Z, Wu H C, Cao L Z, *et al.* A deterministic and Monte Carlo coupling method for PWR cavity radiation streaming calculation[J]. *Annals of Nuclear Energy*, 2014, **63**: 162 – 171. DOI: 10.1016/j.anucene.2013.07.040.

3 黎辉, 何忠良. 压水堆堆腔辐射漏束计算研究[J]. *核电工程与技术*, 2007, (1): 19 – 22.

LI Hui, HE Zhongliang. Research on PWR reactor cavity radiation streaming calculation[J]. *Nuclear Power Engineering and Technology*, 2007, (1): 19 – 22.

4 庄亚平, 马柏松. 反应堆压力容器屏蔽组件设计改进 [J]. *核动力工程*, 2020, **41**(5): 185 – 188. DOI: 10.13832/

j.jnpe.2020.05.0185.

ZHUANG Yaping, MA Baisong. Design improvement of reactor vessel shielding component[J]. *Nuclear Power Engineering*, 2020, **41**(5): 185 – 188. DOI: 10.13832/j.jnpe.2020.05.0185.

5 毛飞, 李玲, 李成武. 某核电站辐射屏蔽组件传热分析 [J]. *现代计算机*, 2019, (10): 53 – 55, 70. DOI: 10.3969/j.issn.1007-1423.2019.10.012.

MAO Fei, LI Ling, LI Chengwu. Heat transfer analysis of radiation shielding components in a nuclear power plant [J]. *Modern Computer*, 2019, (10): 53 – 55, 70. DOI: 10.3969/j.issn.1007-1423.2019.10.012.

6 孙汉虹, 程平东, 缪鸿兴. 第三代核电技术 AP1000[M]. 北京: 中国电力出版社, 2010.

SUN Hanhong, CHENG Pingdong, MIAO Hongxing. Third generation nuclear power technology AP1000[M]. Beijing: China Electric Power Press, 2010.

7 Harrison C, Burgett E, Hertel N, *et al.* Polyethylene/boron composites for radiation shielding applications[C]. *AIP Conference Proceedings*, Albuquerque (New Mexico). AIP, 2008: 484–492. DOI: 10.1063/1.2845006.

8 Nambiar S, Yeow J T W. Polymer-composite materials for radiation protection[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2012, **4**(11): 5717 – 5726. DOI: 10.1021/am300783d.

9 Sukegawa A M, Anayama Y, Ohnishi S, *et al.* Development of flexible neutron-shielding resin as an additional shielding material[J]. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 2011, **48**(4): 585 – 590. DOI:

- 10.1080/18811248.2011.9711737.
- 10 Sukegawa A M, Anayama Y, Okuno K, *et al.* Flexible heat resistant neutron shielding resin[J]. Journal of Nuclear Materials, 2011, **417**(1 - 3): 850 - 853. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.291.
 - 11 Adeli R, Shirmardi S P, Ahmadi S J. Neutron irradiation tests on B₄C/epoxy composite for neutron shielding application and the parameters assay[J]. Radiation Physics and Chemistry, 2016, **127**: 140 - 146. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2016.06.026.
 - 12 姜懿峰, 栾伟玲, 张晓霓, 等. 环氧树脂基耐高温中子屏蔽复合材料的研制[J]. 核技术, 2015, **38**(12): 120202. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2015.hjs.38.120202.
JIANG Yifeng, LUAN Weiling, ZHANG Xiaoni, *et al.* Preparation of AFG90-H epoxy resin-based temperature-resistant neutron shielding composite[J]. Nuclear Techniques, 2015, **38**(12): 120202. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2015.hjs.38.120202.
 - 13 王鹏, 汤晓斌, 陈飞达, 等. 短切碳纤维增强B₄C/环氧树脂基中子屏蔽材料的力学性能优化研究[J]. 核技术, 2013, **36**(1): 010205.
WANG Peng, TANG Xiaobin, CHEN Feida, *et al.* Mechanical performance optimization of neutron shielding material based on short carbon fiber reinforced B₄C/epoxy resin[J]. Nuclear Techniques, 2013, **36**(1): 010205.
 - 14 Shin J W, Lee J W, Yu S, *et al.* Polyethylene/boron-containing composites for radiation shielding[J]. Thermochimica Acta, 2014, **585**(10): 5 - 9. DOI: 10.1016/j.tca.2014.03.039.
 - 15 Liao Y C, Xu D G, Zhang P C. B₄C/NRL flexible films for thermal neutron shielding[J]. Nuclear Science and Techniques, 2018, **29**(2): 17. DOI: 10.1007/s41365-018-0358-4.
 - 16 Korkut T, Korkut H, Aygün B, *et al.* Investigation of high-temperature-resistant rhenium-boron neutron shields by experimental studies and Monte Carlo simulations[J]. Nuclear Science and Techniques, 2018, **29**(7): 102. DOI: 10.1007/s41365-018-0430-0.
 - 17 丁雄, 孙新利, 李振, 等. 不同材料中子反射与屏蔽效应研究[J]. 核技术, 2017, **40**(3): 030201. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2017.hjs.40.030201.
DING Xiong, SUN Xinli, LI Zhen, *et al.* Simulation of neutron reflecting and shielding property of various materials[J]. Nuclear Techniques, 2017, **40**(3): 030201. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2017.hjs.40.030201.
 - 18 Gao D H, Jia M Q. Synthesis of poly(methylphenylsiloxane)/phenylene-silica hybrid material with interpenetrating networks and its performance as thermal resistant coating[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2013, **128**(6): 3619 - 3630. DOI: 10.1002/app.38372.
 - 19 马克超, 姜逸倩, 柳艳君, 等. 甲基苯基硅树脂的制备及其在耐高温涂料中的应用[J]. 现代化工, 2013, **33**(4): 91 - 94, 96. DOI: 10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2013.04.036.
MA Kechao, JIANG Yiqian, LIU Yanjun, *et al.* Synthesis of methyl phenyl silicone resin and its application as high temperature resistant coatings[J]. Modern Chemical Industry, 2013, **33**(4): 91 - 94, 96. DOI: 10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2013.04.036.
 - 20 冯圣玉, 张洁, 李美江, 等. 有机硅高分子及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 101 - 105.
FENG Shengyu, ZHANG Jie, LI Meijiang, *et al.* Organosilicon polymer and its application[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 101 - 105.
 - 21 来国桥. 高性能含甲基苯基硅氧链节有机硅材料的研究及应用[J]. 精细与专用化学品, 2008, **16**(11): 22 - 27. DOI: 10.3969/j.issn.1008-1100.2008.11.013.
LAI Guoqiao. Research and application of high performance silicone materials containing methyl phenyl siloxane[J]. Fine and Specialty Chemicals, 2008, **16**(11): 22 - 27. DOI: 10.3969/j.issn.1008-1100.2008.11.013.
 - 22 Kučera M, Láníková J. Thermal stability of polydimethylsiloxane. I. deactivation of basic active centers[J]. Journal of Polymer Science, 1961, **54**(160): 375 - 384. DOI: 10.1002/pol.1961.1205416009.
 - 23 Mol G J. How to get more out of thermogravimetric data [J]. Polymer Preprint, 1973, **14**(1): 618-625.
 - 24 章基凯, 罗洪坚, 陈俊钦. 提高硅橡胶耐高温性能的新材料[J]. 精细与专用化学品, 2009, **17**(23): 21 - 25.
ZHANG Jikai, LUO Hongjian, CHEN Junqin. New materials for improving high temperature resistance of silicone rubber[J]. Fine and Specialty Chemicals, 2009, **17**(23): 21 - 25.