P15-2014-3

А. Ю. Дидык \*, Р. Вишневский <sup>1, \*\*</sup>

СИНТЕЗ МИКРОЧАСТИЦ В МОЛЕКУЛЯРНОМ ВОДОРОДЕ ПРИ ДАВЛЕНИИ 1 КБАР В ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЯХ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ТОРМОЗНЫХ  $\gamma$ -КВАНТОВ С ПОРОГОВОЙ ЭНЕРГИЕЙ 10 МэВ. ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ СИНТЕЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ И СТРУКТУР НА ПОВЕРХНОСТИ РЕАКЦИОННОЙ КАМЕРЫ

Направлено в журнал «Письма в ЭЧАЯ»

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Национальный центр ядерных исследований, Отвоцк, Польша

<sup>\*</sup> E-mail: didyk@jinr.ru

<sup>\*\*</sup> E-mail: roland.wiśniewski@gmail.com

Дидык А.Ю., Вишневский Р.

P15-2014-3

Синтез микрочастиц в молекулярном водороде при давлении 1 кбар

в ядерных реакциях под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с пороговой энергией 10 МэВ. Химический состав синтезированных частиц и структур на поверхности реакционной камеры

Камера высокого давления водорода (ННРС), заполненная молекулярным водородом при давлении 1 кбар, была облучена тормозными  $\gamma$ -квантами с энергией 10 МэВ при интенсивности пучка электронов 20–21 мкА в течение 14 ч. Исследования изменений структуры и элементного состава входного окна, манганиновой фольги и сборника продуктов представлены в [1]. В данной работе обсуждаются результаты по изучению синтезированных частиц и различных образований на внутренних поверхностях разрезанной пополам камеры облучения (латунной втулки). Исследования двух наиболее крупных синтезированных структур, обнаруженных после облучения, позволили установить наличие в них легких элементов от углерода до кальция. Как и в [1], найдены и изучены множественные частицы свинца малого размера. Обнаруженные синтезированные частицы имеют сложную форму и состав. На обеих сторонах внутренних поверхностей разрезанной латунной втулки присутствуют, как и в [1], тонкостенные микротрубки. Сделана попытка объяснить обнаруженные аномалии.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций им. Г. Н. Флерова ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2014

Didyk A. Yu., Wiśniewski R.

P15-2014-3

Synthesis of Microparticles in Molecular Hydrogen at 1 kbar Pressure in Nuclear Reactions Induced by Braking  $\gamma$ -Rays of 10 Me

Pressure in Nuclear Reactions Induced by Braking  $\gamma$ -Rays of 10 MeV Threshold Energy. The Chemical Composition of the Synthesized Particles and Structures at the Surface of the Reaction Chamber

A chamber filled with molecular hydrogen at 1 kbar pressure was exposed to braking  $\gamma$ -rays with a threshold energy of 10 MeV produced by an electron beam of 20–21  $\mu$ A intensity during 14 h. The studies of the changes in the structure and element composition of the entrance window, manganin foil, and collector of reaction products are presented in paper [1]. This paper provides a discussion of the results of a study of the synthesized particles and different formations at the inner surfaces of the cut-in-half irradiation chamber (brass sleeve). The studies of the two largest synthesized structures observed after irradiation established the presence of light elements from carbon to calcium. As in [1], multiple lead particles of small size were observed and studied. The detected synthesized particles have a complex shape and composition. At both sides of the inner surfaces of the cut brass sleeve, thin-walled microtubes were observed, as in [1]. The new elements and structures are discussed on the basis of the upstream (fusion) and downstream (fission) models of nuclear reactions (see [1]).

The investigation has been performed at the Flerov Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2014

#### введение

Расширенное введение к работе, список основных работ авторов по данной тематике, а также результаты, полученные при изучении входного окна из бериллиевой бронзы, манганиновой разделительной фольги и латунного сборника продуктов ядерных и химических реакций (см. рис. 1 в [1], поз. 4, 10 и 12 соответственно), представлены в первой части работы (см. [1]).

Необычность полученных данных, многообразие обнаруженных аномальных свойств синтезированных частиц и структур требуют как можно более полного и убедительного представления всего комплекса экспериментальных данных, что и явилось основанием для написания статьи большого объема, состоящей из двух взаимосвязанных частей. Целью этой части работы является представление результатов анализа синтезированных частиц, а также других разнообразных структур, обнаруженных на внутренних поверхностях разрезанной пополам латунной втулки (см. рис. 1 в [1], поз. 8).

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследование синтезированных в процессе облучения  $\gamma$ -квантами двух частиц. При вскрытии камеры высокого давления водорода (ННРС) из нее выпало несколько по внешнему виду «светлых» и «темных» частиц малого размера (порядка 1 мм). На рис. 1 представлены изображения этих частиц (масштаб одинаковый), полученных с использованием специального приспособления для микросъемки на фотоаппарате.

На рис. 2 приведено СЭМ-изображение одной из темных частиц размером примерно  $703 \times 628$  мкм (*a*) и ее удлиненный «хвостовой отросток» (*б*). Затем в процессе исследований отросток отломался. В обл. 17 (*a*) и обл. 18 (*б*) проведен рентгеновский микроэлементный зондовый анализ (РМЗА), характеристические спектры рентгеновского излучения (ХСРИ) которых представлены на рис. 3, *a* и *б* соответственно. Эти исследования выполнены в аналитическом центре НИИПМТ при МИЭМ и НИИЯФ им. Д. В. Скобельцына при МГУ им. М. В. Ломоносова.



Рис. 1. Изображения «светлой» (а) и «темной» (б) частиц



Рис. 2. СЭМ-изображения общего вида темной микрочастицы (a) и ее правой части с «хвостовым отростком» ( $\delta$ )

В табл. 1 представлены элементные составы, измеренные в обл. 17 (рис. 2, *a*) и обл. 18 (рис. 2, *b*) темной частицы, которая показана на рис. 1, *b*.

Отметим, что обе части темной частицы содержат только легкие элементы, такие как:  ${}_{6}C$ ,  ${}_{7}N^{\uparrow}$ ,  ${}_{8}O$ ,  ${}_{9}F^{\uparrow}$ ,  ${}_{10}Ne^{\uparrow}$ ,  ${}_{11}Na$ ,  ${}_{12}Mg$ ,  ${}_{13}Al$ ,  ${}_{14}Si$ ,  ${}_{15}P$ ,  ${}_{16}S$ ,  ${}_{17}Cl$ ,  ${}_{18}Ar^{\uparrow}$ , K, Ca, и более тяжелый металл  ${}_{29}Cu$ . Здесь, в [1], имеем ряд элементов с изменением заряда ядер на  $\Delta Z = 1$  от Z = 6 (углерод) до Z = 20 (кальций), где летучие элементы  ${}_{7}N^{\uparrow}$ ,  ${}_{9}F^{\uparrow}$ ,  ${}_{10}Ne^{\uparrow}$ ,  ${}_{18}Ar^{\uparrow}$ , не вступившие, как кислород, в химические соединения, естественно, не регистрируются. Это же касается элементов, которые легче углерода и имеют заряд ядер Z < 6, т. е. элементы типа  ${}_{1}D$ ,  ${}_{2}He$ ,  ${}_{3}Li$ ,  ${}_{4}Be$  и  ${}_{5}B$ . Рентгеновский микрозондовый спектрометр их не регистрирует.



Рис. 3. ХСРИ, измеренные в обл. 17 на рис. 2, a и в обл. 18 на рис. 2,  $\delta$ 

Таблица 1. Концентрации элементов в темной частице (см. рис. 1, б) в обл. 17 на рис. 2, a и обл. 18 на рис. 2,  $\delta$ 

Элемент	Z	Cenug	$(C\pm\Delta C)$ , Bec. %	С, ат. %	$(C\pm\Delta C)$ , Bec. %	С, ат. %
SJIEMEHI		серия	Обл. 17		Обл. 18	
Углерод	6	K	$12,95\pm1,26$	17,40	25,04±9,91	32,02
Кислород	8	Κ	$76,69{\pm}4,86$	77,35	$67,82{\pm}20,39$	65,09
Натрий	11	Κ	$2,49{\pm}0,14$	1,75	$1,05{\pm}0,24$	0,70
Магний	12	Κ	—	—	$0,03{\pm}0,06$	0,02
Алюминий	13	Κ	$0,19{\pm}0,06$	0,11	$0,17{\pm}0,09$	0,10
Кремний	14	Κ	$0,22{\pm}0,06$	0,13	$0,11{\pm}0,08$	0,06
Фосфор	15	Κ	$0,16{\pm}0,06$	0,08	$0,06{\pm}0,07$	0,03
Cepa	16	Κ	—	—	$0,03{\pm}0,07$	0,02
Хлор	17	Κ	$4,12{\pm}0,13$	1,88	$0,45{\pm}0,13$	0,20
Калий	19	Κ	$1,88{\pm}0,09$	0,78	$1,37{\pm}0,23$	0,54
Кальций	20	Κ	$1,29{\pm}0,08$	0,52	$2,18{\pm}0,31$	0,84
Медь	29	Κ	—	_	$1,68{\pm}0,46$	0,41



Рис. 4. СЭМ-изображение светлой частицы с выделением обл. 19 (*a*), где проведен РМЗА, и соответствующий ХСРИ (*б*)

На рис. 4 представлено СЭМ-изображение одной из светлых частиц размером примерно  $1, 20 \times 0, 72$  мм (*a*), которая приведена на рис. 1, *a*, а соответствующий ХСРИ дан на рис. 4, *б*. Видно, что концентрация кислорода в этой частице очень высока по сравнению с концентрациями углерода и алюминия.

В табл. 2 представлен элементный состав, измеренный в обл. 19 на рис. 4, *a* и соответствующий спектру (рис. 4, *б*).

Эта частица содержит значительное количество кислорода. Из спектра видно (рис. 4,  $\delta$ ), что в нем также присутствуют более слабые пики от элементов, которые обнаружены и в темной частице (см. табл. 1 и рис. 3). Отметим, что обе синтезированные частицы содержат углерод и кислород: в светлой частице 41,07 и 58,53 ат. % и в темной частице 17,40 и 77,35 ат. % (обл. 17) и 32,02 и 65,09 (обл. 18). Естественно, в этих частицах должен присутствовать в химическом соединении и водород. Отметим, что в работах [9, 10 и 17]

Таблица 2. Концентрации элементов в синтезированной светлой частице, измеренные РМЗА в обл. 19 на рис. 4, *а* 

Элемент	Z	Серия	$C \pm \Delta C$ , вес. %	С, ат. %
Углерод	6	K	34,24±9,86	41,07
Кислород	8	Κ	$65,00{\pm}17,05$	58,53
Алюминий	13	Κ	$0,76{\pm}0,15$	0,40

при облучении 23-МэВ  $\gamma$ -квантами палладия и рения при давлении дейтерия порядка 2 кбар были получены концентрации кислорода до 64,08 ат. % и 72,12 ат. % в структурах на их поверхности (типа Re<sub>2</sub>O<sub>7</sub>). Видимо, эта синтезированная структура содержит химическое соединение типа оксида, а также включает в себя значительное количество водорода, который мы здесь не могли зарегистрировать. Для выяснения структуры этих синтезированных частиц был проведен рентгеноструктурный анализ, детальные результаты которого будут представлены в отдельной публикации.

Ввиду важности выполненных исследований для возможных объяснений явлений и для подтверждения достоверности сделанных измерений все измерения обнаруженных двух частиц были повторены в НИИЯФ им. Д. В. Скобельцына при МГУ им. М. В. Ломоносова на более современном сканирующем микроскопе.

На рис. 5 представлены СЭМ-изображения темной частицы во вторичных (a) и в обратнорассеянных (б) электронах (более светлое изображение справа).

РМЗА был проведен практически со всей площади на рис. 5. Соответствующий ХСРИ приведен на рис. 6. Элементный состав дан в табл. 3. Как видно из таблицы, в частице присутствуют:  ${}_{6}C$ ,  ${}_{7}N\uparrow$ ,  ${}_{8}O$ ,  ${}_{9}F\uparrow$ ,  ${}_{10}Ne\uparrow$ ,  ${}_{11}Na$ ,  ${}_{12}Mg$ ,  ${}_{13}Al$ ,  ${}_{14}Si$ ,  ${}_{15}P$ ,  ${}_{16}S$ ,  ${}_{17}Cl$ ,  ${}_{18}Ar\uparrow$ ,  ${}_{19}K$ ,  ${}_{20}Ca$ . Стрелками отмечены летучие элементы, которые анализатором обычно не регистрируются. Но на измеренной с помощью РМЗА поверхности темной частицы зарегистрированы такие элементы, как  ${}_{7}N\uparrow$ ,  ${}_{9}F\uparrow$  и  ${}_{10}Ne$ . Два первых элемента должны



Рис. 5. СЭМ-изображения темной частицы во вторичных (a) и в отраженных электронах  $(\delta)$ 



Рис. 6. ХСРИ, измеренный практически со всей площади на рис. 5

Таблица 3. Концентрации элементов в синтезированной темной частице, измеренные с помощью РМЗА со всей площади на рис. 5

Элемент	Z	Серия	$C \pm \Delta C$ , вес. %	С, ат. %
Углерод	6	K	50,80	58,12
Азот	7	Κ	2,12	2,08
Кислород	8	Κ	45,38	38,98
Фтор	9	Κ	0,03	0,02
Неон	10	K	0,05	0,03
Натрий	11	Κ	0,61	0,37
Магний	12	Κ	0,07	0,04
Алюминий	13	Κ	0,02	0,01
Кремний	14	Κ	0,01	0,00
Фосфор	15	Κ	0,12	0,05
Cepa	16	Κ	0,07	0,03
Хлор	17	Κ	0,52	0,20
Калий	19	Κ	0,19	0,07
Кальций	20	Κ	0,02	0,01

находиться в связанном состоянии, а неон — только в виде газа в порах. Хотя из-за неплоской поверхности образца, это может вносить свои коррективы в энергию рентгеновского излучения и тем самым ошибки в измерения при расчетах малых концентраций.



Рис. 7. Отдельная структура на поверхности темной частицы (*a*) и концентрации элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА вдоль полосы сканирования (см. *a*)

Проведен анализ отдельных структур на поверхности темной частицы. На рис. 7 представлены: СЭМ-изображение одной из таких частиц (*a*) и концентрации элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании вдоль отмеченной на рис. 7, *a* линии. Как видно из распределений на рис. 7, *б*, частица состоит из кремния с примесью кислорода, алюминия и магния. «Подложка», т. е. поверхность самой структуры на краях полосы сканирования, содержит, как указано выше, углерод, хлор, фосфор, натрий, серу, кальций и калий.

Приведем на рис. 8 спектр, для контроля измеренный в другой области темной частицы, а в табл. 4 — соответствующий элементный состав.



Рис. 8. ХСРИ, измеренный с поверхности темной частицы (на рис. 7)

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	53,85	61,27
Кислород	K	44,35	37,89
Натрий	Κ	0,63	0,38
Магний	Κ	0,06	0,03
Алюминий	Κ	0,03	0,02
Кремний	Κ	0,03	0,01
Фосфор	Κ	0,14	0,06
Cepa	Κ	0,09	0,04
Хлор	Κ	0,55	0,21
Калий	Κ	0,18	0,06
Кальций	Κ	0,05	0,02
Железо	Κ	0,01	0,00
Медь	K	0,02	0,00

Таблица 4. Концентрации элементов в синтезированной темной частице, измеренные РМЗА (см. спектр на рис. 8)

Из табл. 3 и 4 видно, что в темной частице и отдельных ее элементах содержится 58,12 и 38,98 ат. % и 61,27 и 37,89 ат. % углерода и кислорода соответственно. При этом присутствуют легкие элементы от углерода до кальция, помимо этого в малых количествах встречаются железо (0,01 ат. %) и медь (0,02 ат. %).

На рис. 9 представлено СЭМ-изображение светлой частицы (см. также рис. 4, *a*). На рис. 10 приведен ХСРИ, измеренный в одной из структур,



Рис. 9. СЭМ-изображение светлой частицы



Рис. 10. ХСРИ, измеренный с поверхности светлой частицы (на рис. 9)

которые расположены на поверхности светлой частицы, а соответствующий элементный состав дан в табл. 5.

На рис. 11, а представлено СЭМ-изображение участка поверхности частицы на рис. 9 с одной из светлых структур на ней, на рис. 11,  $\delta$  — распределения элементов вдоль полосы сканирования. Из спектров на рис. 11,  $\delta$ 

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	68,88	75,41
Кислород	Κ	28,72	23,60
Натрий	Κ	0,41	0,23
Магний	Κ	0,03	0,02
Алюминий	Κ	0,11	0,05
Кремний	Κ	0,12	0,06
Фосфор	Κ	0,07	0,03
Cepa	Κ	0,56	0,23
Хлор	Κ	0,50	0,19
Калий	Κ	0,18	0,06
Кальций	Κ	0,25	0,08
Титан	Κ	0,01	0,00
Железо	Κ	0,06	0,01
Никель	Κ	0,02	0,00
Медь	Κ	0,06	0,01
Цинк	K	0,03	0,01

Таблица 5. Концентрации элементов в синтезированной светлой частице, измеренные с помощью РМЗА



Рис. 11. СЭМ-изображение участка поверхности частицы на рис. 9 с одной из светлых структур на ней (a) и распределения элементов вдоль полосы сканирования (b) на рис. a

можно сделать вывод, что эта частица состоит из углерода (900 отн. ед.), железа (600 отн. ед.), кислорода (350 отн. ед.), кремния (350 отн. ед.), магния (30 отн. ед.) и азота (20 отн. ед.), а подложка содержит серу (60 отн. ед.), хлор (50 отн. ед.) и калий (30 отн. ед.). Все величины указаны в максимумах их распределений.

# ИССЛЕДОВАНИЕ ОБЕИХ ВНУТРЕННИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ РАЗРЕЗАННОЙ ЛАТУННОЙ ВТУЛКИ ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ $\gamma$ -КВАНТАМИ

Исследование поверхности первой половины разрезанной латунной втулки. При исследовании методами СЭМ и РМЗА на внутренней поверхности латунной втулки (ЛВ) были обнаружены структуры, схожие по внешнему виду и химическому составу с синтезированными частицами, описанными в [1]. Также найдены тонкостенные углеродные трубки, частицы в виде кристаллизовавшихся соединений свинца, покрытые своеобразными «куполами» из легких элементов, и другие объекты. На рис. 12 и 13 представлены СЭМ-изображения поверхности резьбы и цилиндрической поверхности ЛВ со структурами при различных увеличениях. На поверхности резьбы видны в отраженных электронах мелкие светлые частицы (см. рис. 12, a). На рис. 12, eпоказана относительно крупная структура размером примерно 40 × 20 мкм, в центральной части которой преобладают ограненные частицы типа представленных на рис. 13, b. Наблюдается много частиц округлой формы (рис. 13, a)



Рис. 12. СЭМ-изображения поверхности ЛВ в месте резьбового соединения



Рис. 13. СЭМ-изображения поверхности ЛВ с различными структурами

в виде нераскрывшихся куполов. Раскрывшиеся купола показаны на рис. 15, *а*, *б*. Остановимся ниже на наиболее интересных обнаруженных структурах с детальными РМЗА. Видно, что ограненные структуры на рис. 13, *б* имеют разнообразную форму в виде длинных столбиков, пластин, шаров и др., СЭМ-изображения которых приведены на рис. 14.

На рис. 15 представлены СЭМ-изображения структур округлой формы с «разрушенными куполами» (см. более мелкие подобные структуры на рис. 13,  $\delta$  и 14). На рис. 15,  $\delta$  показана почти круглая структура, на которой был проведен РМЗА вдоль указанной полосы сканирования. На границах структур видны светлые куски материала, оставшегося от разрушенного купола.



Рис. 14. СЭМ-изображения поверхности ЛВ с различными структурами при большом увеличении



Рис. 15. СЭМ-изображения двух структур округлой формы с «разрушенными куполами». На рис. *б* указана полоса сканирования, вдоль которой был выполнен РМЗА

Концентрационные зависимости элементов, полученные с помощью РМЗА при сканировании по указанной полосе, даны на рис. 16.

На рис. 17, *а* представлено СЭМ-изображение структуры, которая показана на рис. 15,  $\delta$ , но с другим направлением полосы сканирования РМЗА, а на рис. 17,  $\delta$  приведены соответствующие концентрационные зависимости химических элементов. Из сравнения концентрационных зависимостей на рис. 16



Рис. 16. Концентрационные зависимости химических элементов, полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. 15, *б* 



Рис. 17. СЭМ-изображение округлой структуры (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе (см. рис. *a*)

и 17, б можно сделать вывод, что остатки разрушенной оболочки куполов состоят преимущественно из легких элементов, таких как: углерод (40 отн. ед. и 40 отн. ед.), кислород (200 отн. ед. и 190 отн. ед.), натрий (330 отн. ед. и 330 отн. ед.), железо (40 отн. ед. и 70 отн. ед.), никель (20 отн. ед. и 35 отн. ед.), а также из основных элементов подложки — меди (600 отн. ед. и 1000 отн. ед.) и цинка (380 отн. ед. и 600 отн. ед.). Центральная часть структуры заполнена свинцом (130 отн. ед. и 220 отн. ед.).

На рис. 18 приведен суммарный ХСРИ элементов, распределение которых показано на рис. 16 и 17,  $\delta$ . В табл. 6 представлен соответствующий спектру элементный состав. Из таблицы можно сделать вывод, что разрушенная оболочка состоит из легких элементов, а на поверхности, ограниченной оболочкой, присутствует свинец в значительном количестве (16,80 вес. %, 2,77 ат. %).



Рис. 18. Суммарный ХСРИ, соответствующий концентрациям элементов на рис. 16 и 17, 6

Таблица 6. Концентрации элементов, измеренные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. 17, $\delta$ 

Элемент	Серия	C, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	13,25	37,69
Кислород	Κ	12,77	27,26
Натрий	Κ	1,61	2,39
Кремний	Κ	0,45	0,55
Железо	Κ	0,37	0,23
Никель	Κ	0,24	0,14
Медь	Κ	32,40	17,42
Цинк	Κ	22,11	11,55
Свинец	L	16,80	2,77

Здесь соотношение относительных концентраций меди и цинка, вычисляемых из выражений  $\overline{C}_{Cu,Zn} = C_{Cu,Zn}/(C_{Cu} + C_{Zn})$ , составляет Cu (ат. %) : Zn (ат. %) = 60,13 : 39,87, что в пределах точности совпадает с исходным соотношением для латуни: Cu (ат. %) : Zn (ат. %) = 60 : 40.

На рис. 19 представлены другая структура сложной формы на поверхности ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости элементов, полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе (*б*). Суммарный ХСРИ приведен на рис. 20, а в табл. 7 — соответствующие ему концентрации элементов.



Рис. 19. Структура сложной формы на поверхности ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе



Рис. 20. Суммарный ХСРИ, соответствующий концентрациям элементов на рис. 19, б

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	14,48	43,68
Кислород	Κ	15,26	34,57
Натрий	Κ	0,34	0,53
Железо	Κ	0,26	0,17
Никель	Κ	0,22	0,14
Медь	Κ	12,84	7,33
Цинк	Κ	9,70	5,38
Свинец	L	46,89	8,20

Таблица 7. Концентрации элементов, измеренные по линии сканирования с помощью РМЗА на рис. 19, *а* 

Отношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 57,67:42,33, что отличается от исходного соотношения в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60:40. Здесь, как и в табл. 6, присутствуют практически те же элементы, но частица состоит в значительной степени из свинца (46,89 вес. %, или 8,20 ат. %).

На рис. 21 представлены обнаруженная на поверхности ЛВ тонкостенная трубчатая структура (*a*) и концентрационные зависимости элементов, полу-



Рис. 21. СЭМ-изображение тонкостенной трубки (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 

ченные с помощью РМЗА при сканировании по полосе (б). Суммарный ХСРИ приведен на рис. 22. В табл. 8 даны соответствующие концентрации элементов.



Рис. 22. Суммарный ХСРИ, соответствующий концентрациям элементов на рис. 21, б

Таблица 8. Концентрации элементов, измеренные по полосе сканирования с помощью РМЗА на рис. 21, *а* 

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	50,97	74,72
Кислород	K	14,24	15,68
Алюминий	K	0,15	0,10
Кремний	Κ	0,24	0,15
Кальций	K	0,20	0,09
Железо	K	0,11	0,03
Никель	K	0,08	0,02
Медь	K	20,31	5,63
Цинк	K	13,05	3,51
Свинец	L	0,64	0,05

Отношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 61,60: 38,40, что близко к исходному соотношению в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60: 40. Как видно, эта частица состоит преимущественно из углерода (50,97 вес. % и 74,72 ат. %).

На рис. 23 представлены: обнаруженная на поверхности ЛВ тонкостенная трубчатая структура и структура (a), схожая с приведенными на рис. 15, a, b, а также концентрационные зависимости элементов (b), полученные с помощью



Рис. 23. СЭМ-изображение двух структур на поверхности ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 

РМЗА при сканировании по полосе. Соответствующий суммарный ХСРИ приведен на рис. 24.

Из рис. 23, *а*, *б* видно, что структура сложной формы состоит из кремния (до 800 отн. ед.), кислорода (до 300 отн. ед.), натрия (до 130 отн. ед.) и углерода (до 20 отн. ед.). Округлая частица, как и на рис. 15 и 17, с остатками «оболочки» (светлые куски в ее правом верхнем углу) состоит из свинца (до 150 отн. ед.), а сама оболочка содержит углерод (до 20 отн. ед.), натрий (до 60 отн. ед.). На рис. 23, *б* концентрации меди и цинка не показаны.



Рис. 24. Суммарный ХСРИ, соответствующий концентрациям элементов на рис. 23, б

Элемент	Серия	C, Bec. %	С, ат. %
Углерод	K	10,77	21,59
Кислород	K	32,02	48,19
Натрий	Κ	2,53	2,65
Алюминий	Κ	0,50	0,44
Кремний	Κ	16,53	14,17
Железо	Κ	0,14	0,06
Никель	Κ	0,12	0,05
Медь	Κ	19,87	7,53
Цинк	Κ	13,00	4,79
Свинец	L	4,52	0,53

Таблица 9. Концентрации элементов, измеренные по полосе сканирования с помощью РМЗА на рис. 23, *а* 

В табл. 9 представлены концентрации элементов, соответствующие суммарному ХСРИ на рис. 24.

Отношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 61,12:38,88, что близко к исходному соотношению в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60:40.

На рис. 25 представлены: обнаруженная на поверхности ЛВ еще одна тонкостенная трубчатая структура (*a*) и концентрационные зависимости элементов ( $\delta$ ), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. 25, *a*. Из рис. 25,  $\delta$  видно, что тонкостенная трубка состоит преимущественно из легких элементов, таких как: углерод (до 300 отн. ед.), кислород (до 45 отн. ед.), кремний (до 20 отн. ед.) и кальций (до 80 отн. ед.), свинец (до 20 отн. ед.) и железо (до 70 отн. ед.).

На рис. 26 представлена плоская структура размером примерно  $40 \times 25$  мкм (*a*), обнаруженная на поверхности ЛВ, и концентрационные зависимости элементов ( $\delta$ ), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a*.

Из рис. 26,  $\delta$  видно, что плоская структура содержит преимущественно магний (до 85 отн. ед.) и алюминий (до 4 отн. ед.), а на поверхности подложки присутствуют помимо основных элементов ЛВ (таких как медь (1000 отн. ед.) и цинк (600 отн. ед.)) углерод (до 50 отн. ед.), кислород (до 200 отн. ед.), кремний (до 70 отн. ед.), кальций (до 40 отн. ед.), марганец (до 80 отн. ед.), железо (до 80 отн. ед.), никель (до 40 отн. ед.), свинец (до 30 отн. ед.) и серебро (до 55 отн. ед.).



Рис. 25. СЭМ-изображение трубчатой структуры на поверхности ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 



Рис. 26. СЭМ-изображение плоской структуры на поверхности ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 

Исследование поверхности второй половины разрезанной латунной втулки. На рис. 27, *а* приведены СЭМ-изображения двух структур, одна из которых похожа по внешнему виду и составу на структуры, представленные на рис. 12, *в*, 15, 17 и 23, *а*; на рис. 27,  $\delta$  — концентрации элементов, измеренные по полосе сканирования. Как видно из спектра, частица справа (см. рис. 27, *a*) состоит из легких элементов: углерода (до 120 отн. ед.), кислорода (до 40 отн. ед.), натрия (до 100 отн. ед.), и свинца (до 20 отн. ед.), кислород (до 35 отн. ед.) и углерод (до 10 отн. ед.). А маленькая светлая частица (слева) преимущественно состоит из свинца (до 130 отн. ед.), кислорода (до 80 отн. ед.), натрия (до 100 отн. ед.) и углерода (до 30 отн. ед.), т. е. из оксида свинца.



Рис. 27. СЭМ-изображение двух структур на поверхности ЛВ (*a*) и концентрации элементов (*б*), измеренные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 

На рис. 28 показана крупная частица на поверхности ЛВ размером примерно  $80 \times 50$  мкм. СЭМ-изображения частицы получены во вторичных (*a*) и в обратнорассеянных (отраженных) электронах (б).

На рис. 29 представлены плоская структура с полосой (*a*), вдоль которой был сделан РМЗА, и измеренные концентрации элементов ( $\delta$ ). Из рис. 29,  $\delta$  видно, что эта частица состоит из титана (до 700 отн. ед.), углерода (до 180 отн. ед.), алюминия (до 20 отн. ед.), на левой границе структуры, где виден узкий пик с резкими краями, обнаружены железо (до 700 отн. ед.), титан (до 600 отн. ед.), марганец (до 600 отн. ед.), кремний (до 100 отн. ед.) и калий (до 70 отн. ед.). На рис. 30 представлен суммарный спектр, соответствующий концентрациям элементов на рис. 29,  $\delta$ , а в табл. 10 — усредненные концентрации элементов. Из таблицы видно, что обнаруженная частица содержит в



Рис. 28. СЭМ-изображения плоской структуры на поверхности ЛВ

значительных количествах углерод (53,75 вес. %) и кислород (25,19 вес. %). В заметных количествах присутствуют легкие элементы: натрий (0,88 вес. %), алюминий (0,45 вес. %), кремний (0,57 вес. %), сера (0,13 вес. %), кальций (0,13 вес. %), фосфор (0,04 вес. %), хлор (0,08 вес. %), калий (0,05 вес. %), марганец (0,02 вес. %), железо (0,016 вес. %), никель (0,03 вес. %). Помимо этих элементов найден свинец (0,18 вес. %). Обнаружено много титана



Рис. 29. СЭМ-изображение плоской частицы (*a*) и распределения элементов (*б*) вдоль линии сканирования на рис. *a* 

(16,07 вес. %). Сама частица имеет значительную толщину по сравнению с пробегом электронов с энергией 30 кэВ, которые использовались при анализе, так как элементы подложки слабо проявляются (медь — 01,26 вес. %, цинк — 0,98 вес. %).



Рис. 30. Суммарный ХСРИ, соответствующий концентрациям элементов на рис. 29, б

Таблица	10.	. Конце	нтрации	элементо	в, измерени	ные с п	омощью	РМЗА	при	скани-
ровании	по	полосе	рис. 29, <i>с</i>	и соответ	ствующие	суммар	ному спе	ктру на	рис	. 30

Элемент	Серия	C, Bec. %	С, ат. %
Углерод	K	53,75	68,72
Кислород	K	25,19	24,18
Натрий	Κ	0,88	0,59
Алюминий	Κ	0,45	0,26
Кремний	Κ	0,57	0,31
Фосфор	Κ	0,04	0,02
Cepa	Κ	0,13	0,06
Хлор	Κ	0,08	0,03
Калий	Κ	0,05	0,02
Кальций	Κ	0,13	0,05
Титан	Κ	16,07	5,15
Хром	Κ	0,03	0,01
Марганец	Κ	0,02	0,01
Железо	Κ	0,16	0,04
Никель	Κ	0,03	0,01
Медь	Κ	1,26	0,31
Цинк	Κ	0,98	0,23
Свинец	L	0,18	0,01



Рис. 31. СЭМ-изображения части плоской структуры на поверхности ЛВ (см. рис. 28), но с большим увеличением

На рис. 31 приведены СЭМ-изображения поверхности плоской структуры рис. 28 и 29, a, но с большим увеличением, a на рис. 32 — соответствующий ХСРИ, измеренный со всей площади. Как и выше, СЭМ-изображения частицы получены во вторичных (a) и в обратнорассеянных (отраженных) электронах (b). В табл. 11 представлены концентрации элементов, измеренные с помощью РМЗА со всей площади на рис. 31, a и соответствующие спектру на рис. 32. Здесь по-прежнему зафиксированы высокие концентрации



Рис. 32. ХСРИ, измеренный со всей площади на рис. 31

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	53,41	67,90
Кислород	Κ	26,56	25,34
Натрий	Κ	1,78	1,18
Магний	Κ	0,04	0,02
Алюминий	Κ	0,37	0,21
Кремний	Κ	0,32	0,17
Фосфор	Κ	0,03	0,02
Cepa	Κ	0,23	0,11
Хлор	Κ	0,08	0,03
Калий	Κ	0,03	0,01
Кальций	Κ	0,37	0,14
Титан	Κ	10,84	3,45
Хром	Κ	0,04	0,01
Марганец	Κ	0,06	0,02
Железо	Κ	0,42	0,11
Никель	Κ	0,05	0,01
Медь	Κ	3,09	0,75
Цинк	Κ	2,09	0,49
Свинец	L	0,20	0,01

Таблица 11. Концентрации элементов, измеренные по линии сканирования с помощью РМЗА со всей площади рис. 31 и соответствующая спектру на рис. 32

углерода (53,41 вес. %) и кислорода (26,56 вес. %), а также легкие элементы:  ${}_{6}C$ ,  ${}_{8}O$ ,  ${}_{11}Na$ ,  ${}_{12}Mg$ ,  ${}_{13}Al$ ,  ${}_{14}Si$ ,  ${}_{15}P$ ,  ${}_{16}S$ ,  ${}_{17}Cl$ ,  ${}_{19}K$ ,  ${}_{20}Ca$ , т.е. все элементы от углерода до кальция, за исключением летучих элементов:  ${}_{7}N$ ,  ${}_{9}F$ ,  ${}_{10}Ne$ ,  ${}_{18}Ar$ . Помимо этого присутствуют металлы Mn, Fe и Ni. Отметим наличие в значительном количестве титана (10,84 вес. %), пики которого имеют большую высоту (рис. 32). В небольшом количестве обнаружен свинец (0,20 вес. %).

Соотношение относительных концентраций меди и цинка, как основных элементов ЛВ, составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60,48:39,52, что близко к исходному соотношению в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60:40.

На резьбе ЛВ была также обнаружена крупная частица размером примерно  $230 \times 120$  мкм, являющаяся диэлектриком, СЭМ-изображение которой приведено на рис. 33 во вторичных (*a*) и в обратнорассеянных электронах (*б*). В отраженных электронах эта частица темная, что свидетельствует о том, что она состоит из более легких химических элементов, чем медь и цинк. При измерении ХСРИ эта частица под действием электронного пучка заряжалась и перепрыгивала на новое место на поверхности ЛВ, так что ее снова прихо-



Рис. 33. СЭМ-изображения крупной частицы размером  $230\times120$  мкм



Рис. 34. СЭМ-изображение крупной частицы с областью, в которой был сделан РМЗА

дилось искать. На рис. 34 показана область, в которой был проведен РМЗА, ХСРИ которого представлен на рис. 35, а элементный состав — в табл. 12.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60,89:39,11, что близко к исходному соотношению в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60:40. Как видно из табл. 12, измерения показали заметные концентрации натрия (4,04 вес. %) и никеля (2,24 вес. %).



Рис. 35. ХСРИ, измеренный в выделенной области на рис. 34

Таблица 12. Концентрации элементов, измеренные в области на рис. 34, соответствующие ХСРИ на рис. 35

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	41,42	61,54
Кислород	K	23,16	25,84
Натрий	Κ	4,04	3,14
Магний	Κ	0,17	0,13
Алюминий	Κ	1,05	0,69
Кремний	Κ	0,19	0,12
Фосфор	Κ	0,76	0,44
Кальций	Κ	0,04	0,02
Титан	Κ	0,30	0,11
Железо	Κ	0,31	0,10
Никель	Κ	2,24	0,68
Медь	Κ	15,52	4,36
Цинк	Κ	10,24	2,80
Свинец	L	0,57	0,05

На рис. 36 приведена структура другого вида, во вторичных (*a*) и в обратнорассеянных электронах (б). На рис. 37 представлен соответствующий ХСРИ, измеренный на поверхности этой частицы. Подобные структуры часто присутствуют на поверхности ЛВ.

При измерении ХСРИ методом РМЗА диэлектрическая частица (рис. 36) под действием электронов стала сжиматься, что отчетливо видно по разрушенным границам вокруг структуры при ее отрыве от ЛВ. В табл. 13 приведен соответствующий измеренный элементный состав этой структуры.



Рис. 36. СЭМ-изображения частицы, растекшейся на поверхности ЛВ



Рис. 37. ХСРИ, измеренный на поверхности частицы на рис. 36

Как видно из таблицы, здесь проявились несколько меньшие концентрации углерода (35,57 вес. %) и кислорода (20,87 вес. %). Также обнаружены легкие элементы:  $_{11}$ Na (2,87 вес. %),  $_{12}$ Mg,  $_{13}$ Al,  $_{14}$ Si,  $_{15}$ P,  $_{16}$ S,  $_{17}$ Cl (1,26 вес. %),  $_{19}$ K (1,05 вес. %),  $_{20}$ Ca. Особо следует отметить, что измерения РМЗА показали значительное количество азота (4,01 вес. % или 5,43 ат. %), который может находиться только в химически связанном состоянии. В небольшом количестве найден свинец (0,94 вес. %). Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %):Zn (ат. %)=61,31:38,69,

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	35,57	56,14
Азот	Κ	4,01	5,43
Кислород	Κ	20,87	24,73
Натрий	Κ	2,87	2,36
Магний	Κ	0,08	0,06
Алюминий	Κ	0,01	0,01
Кремний	Κ	0,11	0,07
Фосфор	Κ	0,05	0,03
Cepa	Κ	0,18	0,10
Хлор	Κ	1,26	0,67
Калий	Κ	1,05	0,51
Кальций	Κ	0,20	0,09
Железо	Κ	0,21	0,07
Никель	Κ	0,08	0,03
Медь	Κ	19,71	5,88
Цинк	Κ	12,81	3,71
Свинец	L	0,94	0,09

Таблица 13. Концентрации элементов, измеренные в области на рис. 36, соответствующие ХСРИ на рис. 37

что немного отличается от исходного соотношения для латуни: Cu (at. %): Zn (at. %) = 60:40.

**Исследование поверхности среза латунной втулки.** Как было написано выше, ЛВ была разрезана на две половины и каждая половина исследовалась отдельно. Остановимся здесь на исследовании среза ЛВ.



Рис. 38. СЭМ-изображения поверхности среза ЛВ



Рис. 39. ХСРИ, измеренный на поверхности среза ЛВ (см. рис. 38)

На рис. 38 приведены СЭМ-изображения поверхности среза ЛВ во вторичных (*a*) и в обратнорассеянных электронах (*б*), а на рис. 39 — соответствующий ХСРИ. В табл. 14 представлен химический элементный состав.

Светлые вкрапления справа на рис. 38 в обратнорассеянных электронах соответствуют химическим элементам, порядковый номер которых превышает порядковые номера меди (Z = 29) и цинка (Z = 30).

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 61,65: 38,35, что несколько отличается от исходного соотношения в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60: 40 из-за наличия более тяжелых металлов. Из табл. 14 видно, что на срезе ЛВ присутствуют, помимо материала самой втулки (меди и цинка), свинец (Z = 82) в виде мелких вкраплений и олово (Z = 50).

Элемент	Серия	С, вес. %	С, ат. %
Углерод	K	8,83	31,73
Азот	Κ	3,54	9,54
Железо	Κ	0,29	0,23
Никель	Κ	0,19	0,14
Медь	Κ	52,79	35,89
Цинк	Κ	33,80	22,33
Олово	L	0,16	0,06
Свинец	L	0,41	0,09

Таблица 14. Концентрации элементов, измеренные на поверхности среза ЛВ на рис. 38 и соответствующие ХСРИ на рис. 39



Рис. 40. СЭМ-изображение светлой частицы на поверхности среза ЛВ

Исследуем мелкие скопления свинца и олова более детально. На рис. 40 представлено СЭМ-изображение одной из светлых частиц (см. рис. 38). ХСРИ измерены в точке вне этой частицы (спектр 1) и в самой частице (спектр 2)



Рис. 41. ХСРИ, измеренный в отмеченной точке (спектр 1) на рис. 40



Рис. 42. ХСРИ, измеренный в отмеченной точке (спектр 2) на рис. 40

и приведены на рис. 41 и рис. 42. В табл. 15 описаны элементные составы, измеренные в отмеченных точках. Как видно (см. рис. 40), частица имеет странную размытую форму, что, по-видимому, обусловлено смазыванием частицы при распиле ЛВ на две половинки тонкой фрезой. При визуальном сравнении спектров видно, что спектр 2 имеет значительные амплитуды линий, соответствующих свинцу.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 62,45:37,55 (спектр 1) и Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 56,96:43,04 (спектр 2), что сильно отличается от аналогичного исходного

Таблица 15. Концентрации элементов, измеренные в отмеченных точках (спектр 1 и спектр 2) на поверхности ЛВ на рис. 40

Drawarm	Conve	С, вес. %	С, ат. %	C, вес. %	С, ат. %
Элемент	Серия	Спектр 1		Спектр 2	
Углерод	K	19,81	55,82	14,71	62,76
Кислород	K	1,28	2,71	0,97	3,11
Железо	K	0,12	0,08	0,09	0,09
Никель	K	0,20	0,12	0,29	0,26
Медь	K	48,32	25,74	13,34	10,76
Цинк	K	29,89	15,48	10,36	8,13
Свинец	L	0,38	0,06	60,23	14,90



Рис. 43. СЭМ-изображение светлой частицы на поверхности среза ЛВ (*a*) и концентрационные зависимости химических элементов (*б*), полученные с помощью РМЗА при сканировании по полосе на рис. *a* 

соотношения в латуни: Сu (ат. %): Zn (ат. %) = 60: 40. Светлая частица содержит до 60,23 вес. % свинца. Проанализируем распределение свинца с помощью РМЗА по полосе сканирования (см. рис. 43, *a*). Распределение элементов представлено на рис. 43, *б*. Видно, что свинец имеет резкий максимум со спадом к границам шириной примерно 3 мкм. При этом в этой частице максимумы распределений железа, никеля и углерода совпадают с максимумом распределения свинца. На рис. 44 приведен суммарный спектр, соответствующий распределению элементов, а в табл. 16 представлены концентрации элементов по полосе сканирования.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 58,20:41,90, что отличается от исходного соотношения в латуни: Cu (ат. %): Zn (ат. %) = 60:40.



Рис. 44. Суммарный ХСРИ, измеренный по полосе сканирования на рис. 43, *а* на срезе ЛВ

Таблица 16. Концентрации элементов, измеренные вдоль полосы сканирования на поверхности ЛВ на рис. 43, *а* 

Элемент	Серия	C, Bec. %	С, ат. %
Углерод	K	14,66	44,42
Кислород	Κ	14,21	32,32
Алюминий	Κ	0,08	0,10
Железо	Κ	0,20	0,13
Никель	Κ	0,24	0,15
Медь	Κ	15,42	8,84
Цинк	Κ	11,40	6,35
Свинец	L	43,79	7,69

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе изучены поверхности и элементные составы двух синтезированных видимых частиц светлого и темного оттенков, а также разнообразных структур на обеих поверхностях разрезанной ЛВ. Обе частицы являются диэлектриками. По данным рентгеноструктурного анализа, обе аморфные. Изображения этих частиц, полученные с использованием специального приспособления для макросъемки на фотоаппарате, позволили установить, что обе они прозрачные (см. рис. 1, *a*, *б*).

Выполненные исследования методами СЭМ и РМЗА показали (см. рис. 2– 11 и табл. 1–5), что эти частицы состоят преимущественно из углерода и кислорода. В табл. 1 и 2 приведены данные соответственно для первой и второй частиц, а именно: углерод 12, 95 ± 1, 26 вес. % (17,40 ат. %) и 34, 24 ± 9,86 вес. % (41,07 ат. %), кислород 76,69 ± 4,86 вес. % (77,35 ат. %) и 65,00 ± 17,05 вес. % (58,53 ат. %). Помимо этих элементов в синтезированных структурах присутствуют легкие элементы от углерода (Z = 6) до кальция (Z = 20): <sub>6</sub>C, <sub>7</sub>N↑, <sub>8</sub>O, <sub>9</sub>F↑, <sub>12</sub>Mg, <sub>13</sub>Al, <sub>14</sub>Si, <sub>15</sub>P, <sub>16</sub>S, <sub>17</sub>Cl, <sub>18</sub>Ar↑, <sub>19</sub>K и <sub>20</sub>Ca, а также встречаются железо и медь (см. табл. 2–5).

На поверхности ЛВ обнаружены округлые образования, которые полностью (рис. 13, *a*) или частично (рис. 12, *в*, 15, 17, 19, *a*, 23, *a*, 27, *a*) покрыты «куполами», состоящими из легких химических элементов. В областях, ограниченных остатками вскрывшихся куполов, присутствуют кристаллизовавшиеся структуры в основном из соединений свинца. Они имеют вид протяженных стержней, ограненных плит или пластин (рис. 13, *б*, 14, 19). Покрытия на свинцовых структурах состоят преимущественно из углерода, кислорода, натрия, кремния, железа и никеля. На поверхности ЛВ обнаружены, как и на поверхности входного окна из бериллиевой бронзы [1], тонкостенные трубки с относительно большими размерами, протяженностью более 100 мкм и диаметрами до 10 мкм. Они содержат углерод и кислород с малыми примесями кремния и кальция, а также железа и никеля.

Встречаются частицы сложной формы, состоящие преимущественно из кремния (рис. 23, *a*, *б* и табл. 9). Также присутствуют плоские мелкозернистые структуры (26, *a*, 27, *a*, 28, 29, *a*, 31, 33, 34, 36), имеющие сложный элементный состав: от углерода до кальция со значительным количеством титана — 16,07 вес. % (см. рис. 29, табл. 10) при наличии хрома, марганца, железа, никеля и свинца.

На резьбе разрезанной ЛВ найдена крупная диэлектрическая частица, не связанная с поверхностью, размером примерно  $230 \times 120$  мкм (см. рис. 33, 34), которая в процессе РМЗА в результате накопления на ее поверхности электрического заряда от бомбардирующих электронов подпрыгивала и перескакивала на новое место из-за электростатического отталкивания от поверхности. Состав частицы примерно такой же, как у двух более крупных синтезированных частиц, а именно: <sub>6</sub>С (41,42 вес. %), <sub>8</sub>О (23,16 вес. %), <sub>11</sub>Na, <sub>12</sub>Mg, <sub>13</sub>Al, <sub>14</sub>Si, <sub>15</sub>P, <sub>16</sub>S, <sub>20</sub>Ca, <sub>22</sub>Ti, <sub>26</sub>Fe, <sub>28</sub>Ni, <sub>82</sub>Pb (см. табл. 12).

Помимо этого имеют место частицы, плотно прилегающие к поверхности ЛВ, типа представленной на рис. 36, которые при измерении ХСРИ начинают как бы отделяться от поверхности с уменьшением линейных размеров (т.е. сжиматься). Их элементный состав:  $_{6}$ C,  $_{7}$ N,  $_{8}$ O,  $_{11}$ Na,  $_{12}$ Mg,  $_{13}$ Al,  $_{15}$ P,  $_{16}$ S,  $_{17}$ Cl,  $_{19}$ K и  $_{20}$ Ca, а также  $_{26}$ Fe,  $_{28}$ Ni и  $_{82}$ Pb (табл. 13). Особо отметим наличие азота в значительном количестве (4,01 вес. %, или 5,43 ат. %), который может находиться только в химически связанном состоянии.

На месте распила ЛВ обнаружены мелкие вкрапления частиц, состоящих из свинца (до 60,23 вес. %), размерами порядка нескольких микрометров (рис. 38, 40, 43, *a*). Для проверки наличия свинца в исходном образце латуни был измерен ее элементный состав (см. табл. 17). Образец был распилен тем же способом, что и ЛВ.

Таблица 17. Элементный состав исходного образца латуни, распиленного тем же способом, что и ЛВ, облученная  $\gamma$ -квантами

Элемент	Z	Серия	$C \pm \Delta C$ , вес. %	С, ат. %
Медь	29	K	$58,92{\pm}3,06$	59,61
Цинк	30	K	$41,08\pm 2,26$	40,39

Как видно из таблицы, свинец отсутствует, а элементный состав ЛВ совпадает с исходным: 60 ат. % Си и 40 ат. % Zn. Если даже предположить присутствие свинца в незначительных и неизмеряемых количествах, то его кластеризация за счет процессов активационной диффузии по законам Фика [2–4] невозможна. Поэтому можно сделать однозначный вывод, что свинец был образован в результате ядерных реакций слияния более легких элементов, из которых состоит ЛВ (восходящие процессы ядерных реакций).

Две синтезированные частицы имеют в плоскости СЭМ-изображений следующие размеры: темная частица (см. рис. 1, *b*, 2, *a*, 7) примерно  $X_{\text{т.ч.}} \approx$ 700 мкм,  $Y_{\text{т.ч.}} \approx 570$  мкм; светлая частица (см. рис. 1, *a*, 5, *a*, 10) примерно  $X_{\text{с.ч.}} \approx 1100$  мкм,  $Y_{\text{с.ч.}} \approx 690$  мкм. Взвесить эти частицы вместе не удалось: их общий вес меньше  $10^{-4}$  г. Оценим приближенно минимальный объем обеих частиц, считая, что их толщина примерно равна половине меньшего размера, а из-за неправильности их формы все размеры уменьшим вдвое. Тогда получаем объем темной частицы  $V_{\text{т.ч.}} \approx 0, 5X_{\text{т.ч.}} \cdot 0, 5Y_{\text{т.ч.}} \approx 2, 8 \cdot 10^{-2}$  мм<sup>3</sup>, объем светлой частицы  $V_{\text{с.ч.}} \approx 0, 5X_{\text{с.ч.}} \cdot 0, 5Y_{\text{с.ч.}} \approx 6, 5 \cdot 10^{-2}$  мм<sup>3</sup>. Далее оценим число атомов химических элементов, входящих в эти две частицы. Допустим, что средняя атомная плотность в обеих частицах составляет  $n \approx 5 \cdot 10^{22}$  см<sup>-3</sup>. Тогда полное число атомов во всех этих двух частицах будет примерно равно  $N = n(V_{\text{r.ч.}} + V_{\text{с.ч.}}) \approx 4,65 \cdot 10^{18}$ . Учитывая, что таких частиц различных размеров всего было 8, находим суммарное число атомов во всех частицах  $N_{\text{tot}} \approx (1-2) \cdot 10^{19}$ . Внутренний объем ННРС (рабочая часть ЛВ), заполненной молекулярным водородом, составляет:  $V_{\text{HHPC}} = 0,1884 \text{ см}^3$ . При давлении 1 кбар атомная плотность водорода составляет  $n_{\text{H}} = 2,952 \cdot 10^{22}$  ат.H·см<sup>-3</sup> при его массовой плотности  $\rho_{\text{H}} = 0,0494 \text{ г·см}^{-3}$  [2]. Тогда число атомов водорода в рабочем объеме ЛВ примерно равно  $N_{\text{H}} = V_{\text{HHPC}} \cdot n_{\text{H}} = 5,56 \cdot 10^{21}$ . Рентгеноструктурный анализ обеих частиц позволил установить, что в их состав помимо других элементов (см. табл. 1–5 и рис. 8, 6, 12, 6) входят углеводороды с большим содержанием водорода.

Следует отметить, что обнаруженные внутри ЛВ, а также на поверхности входного окна и латунного сборника продукты реакций (см. [1]) присутствуют во множестве образований различного вида. Это, во-первых, кристаллизовавшиеся структуры на основе свинца (см. рис. 12, e, 13–15, 17, a, 19, a), во-вторых, тонкостенные углеродные трубки (см. рис. 21, a, 25, a), в-третьих, относительно крупные частицы сложной формы (см. рис. 23, a, 26, a, 27, a, 28, 29, a, 33, 34, 36), в-четвертых, вкрапления свинца в стенках ЛВ (рис. 38, 40, 43, a). Они включают в себя значительные количества инородных синтезированных атомов.

Образование такого большого количества легких элементов (вопрос: а где другие, промежуточные более тяжелые элементы?) и свинца можно было бы попытаться объяснить термодиффузионными процессами, приводящими к десорбции примесей из материалов ЛВ, входного окна из бериллиевой бронзы и латунного сборника. Но, как известно [5,6], изменение концентрации примесей C(x) в твердых телах происходит в соответствии с выражением, являющимся одномерным решением диффузионного уравнения:  $C(x) = \frac{C_0}{2(\pi D t)^{1/2}} \exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right)$ , где  $D(\text{в см}^2 \cdot \text{с}^{-1})$  — коэффициент диффузии; t — время; x — глубина. Для примера в табл. 18 представлены значения коэффициентов диффузии легких газовых примесей в железе при различных температурах.

Таблица 18. Коэффициенты диффузии (в см<sup>2</sup> ·  $c^{-1}$ ) водорода D(H), углерода D(C) и азота D(N) в железе [6]

Температура, °С	$D(\mathrm{H})$	$D(\mathbf{C})$	$D(\mathbf{N})$
20	$1, 5 \cdot 10^{-4}$	$2,0\cdot 10^{-17}$	$8, 8 \cdot 10^{-17}$
300	$1,7\cdot 10^{-4}$	$1,0\cdot 10^{-8}$	$5, 3 \cdot 10^{-10}$
500	$3, 3 \cdot 10^{-4}$	$4, 1 \cdot 10^{-8}$	$3, 6 \cdot 10^{-8}$
900	$6, 3 \cdot 10^{-4}$	$3, 6 \cdot 10^{-6}$	$2, 3 \cdot 10^{-6}$

Как показывают оценки, высоких температур в металлических мишенях, находящихся в плотном дейтерии или водороде по измерениям давления, при воздействии  $\gamma$ -квантов нет. Поэтому заметных диффузионных процессов, приводящих к накоплению даже легких газовых примесей внутри HHPC (см. табл. 18 и выражение для C(x)), быть не может. Следовательно, объяснить экспериментальные результаты, представленные в данной работе, диффузией и выделением примесей, присутствующих в стенках всех материалов HHPC, а также образование синтезированных частиц и всех остальных необычных структур не представляется возможным.

Процессы, сходные с цепными ядерными реакциями, возможны только в локальных объемах облучаемого металла. Поэтому значительные повышения температуры при давлениях, иногда превышающих предел прочности металла, при которых и происходят выбросы легких элементов, застывание их в структуры (называемые нами «протуберанцами») и собирание части выброшенного материала на поверхностях стенок ЛВ, входного окна из бериллиевой бронзы и латунного сборника продуктов реакций, имеют место только на отдельных участках поверхности металлических образцов (см., например, [7–21]).

Остановимся более детально на двух синтезированных частицах, которые высыпались из ЛВ в процессе разборки камеры при вынимании из нее манганиновой фольги. Обе были исследованы, их СЭМ-изображения представлены на рис. 1, a, 4, a и 9 (светлая частица) и 1, b, 2 и 5 (темная частица).

Темная частица (рис. 2, *a*), включая утраченный «хвост» (рис. 2, *b*), содержит в основном легкие элементы, такие как: <sub>6</sub>C, <sub>7</sub>N $\uparrow$ (2,12 вес. %, или 2,08 ат. %), <sub>8</sub>O, <sub>9</sub>F $\uparrow$ , <sub>10</sub>Ne $\uparrow$ , <sub>11</sub>Na, <sub>12</sub>Mg, <sub>13</sub>Al, <sub>14</sub>Si, <sub>15</sub>P, <sub>16</sub>S, <sub>17</sub>Cl, <sub>18</sub>Ar $\uparrow$ ,<sub>19</sub>K, <sub>20</sub>Ca, и более тяжелый металл <sub>29</sub>Cu (см. табл. 1, 3 и 4). Отметим регистрацию химически связанного азота.

Светлая частица (рис. 1, *a*, 4, *a* и 9) относительно большого размера (примерно 1,  $10 \times 0, 69$  мм), как выяснилось с помощью РМЗА, содержит высокую концентрацию кислорода по сравнению с концентрациями углерода и алюминия (см. рис. 4, *a*, ХСРИ на рис. 4, *б* и табл. 2). Как видно из ХРСИ (рис. 4, *б*), присутствуют слабые пики от целого набора легких элементов, что и подтвердил последующий анализ в независимом аналитическом центре на более современном микроскопе и зондовом микроэлементном анализаторе. На рис. 9 представлено СЭМ-изображение светлой частицы, на рис. 10 — ее ХРСИ, а в табл. 5 — элементный состав. В целом элементный состав светлой частицы схож с элементным составом темной частицы и содержит легкие элементы: <sub>6</sub>C, <sub>8</sub>O, <sub>11</sub>Na, <sub>12</sub>Mg, <sub>13</sub>Al, <sub>14</sub>Si, <sub>15</sub>P, <sub>16</sub>S, <sub>17</sub>Cl, <sub>19</sub>K, <sub>20</sub>Ca — и более тяжелые металлы: <sub>22</sub>Ti, <sub>26</sub>Fe, <sub>28</sub>Ni, <sub>29</sub>Cu, <sub>30</sub>Zn.

Интерпретация полученных результатов представляет большие трудности ввиду экспериментально обнаруженных значительных аномалий. Можно предположить, что образование легких элементов от углерода, а возможно и более легких — до кальция и элементов со средними зарядами ядер, может происходить либо при делении более тяжелых элементов в ядерных реакциях с нейтронами, протонами и образующимися дейтронами (см. [21, 22]) — *нис-ходящие реакции*, либо путем синтеза тяжелых элементов в реакциях слияния легких ядер с ядрами водорода — *восходящие реакции*.

Отметим, что процессы образования более тяжелых химических элементов при ядерных реакциях с ядрами средних масс, которые были обнаружены, например, в работах [1, 2, 7–21], свидетельствуют о синтезе, т.е. о «восходящих» реакциях. Кроме того, отметим, что материал элементов ЛВ ННРС также претерпел изменения (образовались вкрапления свинца и олова).

В отношении разнообразных частиц и структур, которые присутствуют внутри ННРС и состоят из легких элементов, можно предположить, что в плотном водороде происходят реакции, предсказанные Бете (протон-протонный и углеродно-азотный циклы [23–25]). В расчетах звездных моделей часто используется так называемая смесь Рассела тяжелых элементов (Russellmixture of heavy elements) [1].

В данной работе наблюдаются похожие составы вновь образованных химических элементов и обеих синтезированных структур.

Атомные процессы при рассеянии  $\gamma$ -квантов в реакциях на ядрах с участием водорода, которые необходимо учитывать для возможных объяснений, представлены конспективно в работах [21, 22]. Как известно, температура в центре Солнца оценивается равной  $T_{\text{Солнца}} = 14 \cdot 10^6$  К, что соответствует средней кинетической энергии протонов  $\overline{E} = 1, 2$  кэВ. Отметим, что максимально переданная протону энергия при рассеянии на нем  $\gamma$ -кванта с энергией 10 МэВ составляет  $T_H^{\text{max}} = 208, 6$  кэВ [21] — это соответствует максимальной температуре протонов  $2420 \cdot 10^6$  К.

В заключение авторы выражают признательность за полезные обсуждения ведущему научному сотруднику ЛЯР им. Г. Н. Флерова ОИЯИ В. А. Щеголеву, за подготовку ННРС к облучению и постоянную помощь ведущему научному сотруднику НЦЯИ доктору Т. Вилчинска-Китовска, за облучение ННРС  $\gamma$ квантами А. Г. Белову, за исследования методами СЭМ и РМЗА старшему научному сотруднику аналитического центра Научно-исследовательского института перспективных материалов МИЭМ А. И. Гайдар и научному сотруднику НИИЯФ им. Д. В. Скобельцына при МГУ им. М. В. Ломоносова Д. И. Петрову.

### ЛИТЕРАТУРА

 Дидык А. Ю., Вишневский Р. Синтез микрочастиц в молекулярном водороде при давлении 1 кбар в ядерных реакциях под действием тормозных γ-квантов с пороговой энергией 10 МэВ. Химический состав структур на внутренних поверхностях компонентов камеры высокого даления. Препринт ОИЯИ P15-2014-2. Дубна, 2014.

- 2. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Properties of Hydrogen and Its Isotopes under High Pressure, and Technological Applications. Dubna: JINR, 2013. 320 p.
- 3. Жирифалько Л. Статистическая физика твердого тела. М.: Мир, 1975. 382 с.
- 4. Бокштейн Б.С. Диффузия в металлах. М.: Металлургия, 1978. 248 с.
- Solids under Pressure / Eds. W. Pol, D. M. Warschauer. McGraw-Hill Book Company, Inc. 1963. P. 55–117; Твердые тела под высоким давлением / Под ред. В. Пол, Д. Варшауэр. М.: Мир, 1966. С. 55–117.
- 6. *Фаст Дж. Д.* Взаимодействие металлов с газами. Т. 2. М.: Металлургия, 1975. С. 100–178.
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Nuclear Reactions, Induced by Gamma Quanta, in Palladium Saturated with Deuterium Surrounded by Dense Deuterium Gas // Eur. Phys. Lett. 2012. V. 99. P. 22001-1–22001-6.
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Nuclear Reactions in Deuterium-Saturated Palladium under Irradiation by 10 MeV γ-Quanta in Dense Molecular Deuterium at 1.2 kbar Pressure // Eur. Phys. Lett. 2013. V. 103. P 42002-1–42002-6.
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. The Study of Changes in the Element Compositions of Pd and Re Speciment Irradiated in Dense Gaseous Deuterium by γ-Quanta with Boundary Energy up to 23 MeV // Phys. Sci. Appl. 2013. V.3, No.4. P. 207–217.
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Changes Observed in the Study of Elemental Composition of Palladium and Rhenium Specimens Irradiated in Dense Deuterium by γ-Quanta with Boundary of Energy 23 MeV // J. Condensed Matter. Nucl. Sci. 2013. V. 12. P. 1–13.
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Chemical Composition and Structural Phase Changes of Novel Synthesized Structure and of Pd Sample under γ-Quanta Irradiation in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl. Lett. 2012. V.9, No. 8. P. 615–631; JINR Preprint E15-2012-34. Dubna, 2012.
- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Синтез новых структур в плотном газообразном дейтерии и насыщенном дейтерием палладии при ядерных реакциях, инициированных γ-квантами // Физика и химия обработки материалов. 2012. №5. С. 5–13; Препринт ОИЯИ Р15-2012-50. Дубна, 2012.
- Didyk A.Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T. Deuteron Disintegration, Thermonuclear and Nuclear Fission Reactions Induced by γ-Quanta in D-Saturated Palladium and Dense Deuterium Gas with Synthesis of New Structures // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2013. V. 7, No. 2. P. 239–247.
- 14. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Synthesis of New Structures in Dense Deuterium Gas and Deuterated Palladium under Nuclear Reactions Induced by  $\gamma$  Quanta // Inorganic Materials: Applied Research. 2013. V.4, No 3. P.5–13.
- 15. Didyk A.Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T. Changes of Surface Structure and Elemental Composition of Pd Rod and Collector of Nuclear Reaction Products Irradiated with 10-MeV  $\gamma$  Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10, No.7. P. 804–819; JINR Preprint P15-2013-15. Dubna, 2013.
- 16. Didyk A.Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T. Changes of Surface Structure and Elemental Composition of Components of Deuterium High-Pressure Chamber with Pd Rod Inside Irradiated with 10-MeV  $\gamma$  Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10, No.7. P. 820–832; JINR Preprint P15-2013-20. Dubna, 2013.

- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Ядерные реакции в насыщенном дейтерием палладии и рении в атмосфере плотного дейтерия при облучении γ-квантами непрерывного спектра с граничной энергией 23 МэВ // Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т. 10, № 4(181). С. 603–621; Препринт ОИЯИ Р15-2012-63. Дубна, 2012.
- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Изменения поверхности, объемных свойств образцов ванадия и нержавеющей стали, облученных в плотном газообразном дейтерии γ-квантами с пороговой энергией 23 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2012-75. Дубна, 2012.
- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Результаты по облучению алюминия и гомогенного сплава YMn<sub>2</sub> γ-квантами с энергией 23 МэВ в атмосфере молекулярного дейтерия при давлении 2 кбар. Препринт ОИЯИ Р15-2013-41. Дубна, 2013; Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т. 10, № 7(184) (в печати).
- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Результаты по облучению нержавеющей стали и меди γ-квантами с энергией 23 МэВ в атмосфере молекулярного дейтерия при давле- нии 2 кбар. Препринт ОИЯИ Р15-2013-42. Дубна, 2013; Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т. 10, № 7(184) (в печати).
- Дидык А. Ю., Вишневский Р. Изменения структуры и элементного состава Pdстержня и сборника продуктов реакций, облученных 10-МэВ тормозными γквантами в молекулярном водороде при давлении 2,5 кбар. Препринт ОИЯИ P15-2013-80. Дубна, 2013; Письма в ЭЧАЯ. 2014. Т. 11, № 4(188) (в печати).
- Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Phenomenological Nuclear-Reaction Description in Deuterium-Saturated Palladium and Synthesized Structure in Dense Deuterium Gas under γ-Quanta Irradiation // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10, No. 3. P. 283–287; JINR Preprint E15-2012-35. Dubna, 2012.
- 23. Bethe H.A. Energy Production in Stars // Phys. Rev. 1939. V. 55. P. 434-456.
- 24. *Ишханов Б. С., Капитонов И. М., Тутынь И. А.* Нуклеосинтез во Вселенной. М.: Либроком, 2009; http://nuclphyssinpmsuru/nuclsynthtml.
- Мухин К. Н. Экспериментальная ядерная физика. Т. 1. Физика атомного ядра. М.: Энергоатомиздат, 1983. С. 590–593.

Получено 23 января 2014 г.

Редактор А. И. Петровская

Подписано в печать 28.04.2014. Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,7. Уч.-изд. л. 3,19. Тираж 225 экз. Заказ № 58252.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований 141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6. E-mail: publish@jinr.ru www.jinr.ru/publish/