

ИЗМЕНЕНИЯ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА КОМПОНЕНТОВ КАМЕРЫ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ С Pd-СТЕРЖНЕМ ВНУТРИ, ОБЛУЧЕННЫХ 10-МЭВ γ -КВАНТАМИ В ПЛОТНОМ ДЕЙТЕРИИ

А. Ю. Дидык^{а, 1}, Р. Вишневецкий^{б, 2}, Т. Вилчинска-Китовска^б

^а Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

^б Национальный центр ядерных исследований, Отвоцк, Польша

Данная работа является продолжением и дополнением к работе [1], в которой представлены результаты по изучению поверхности и элементного состава Pd-стержня и сборника продуктов ядерных и химических реакций в камере высокого давления дейтерия (ДНРС) при облучении тормозными γ -квантами с энергией 10 МэВ в течение 18 ч на электронном ускорителе МТ-25 при токе пучка электронов 11–13 мкА. ДНРС была заполнена молекулярным дейтерием при давлении примерно 1,2 кбар, внутри нее находился насыщенный дейтерием палладиевый стержень. После облучения элементный состав поверхностей всех остальных элементов ДНРС, находящихся в плотном дейтерии, был изучен с использованием сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроэлементного зондового анализа.

Установлено, что все внутренние поверхности ДНРС оказались покрыты микрочастицами свинца. Помимо этого обнаружены наряду с легкими ${}^6\text{C}$, ${}^8\text{O}$, ${}^{11}\text{Na}$, ${}^{12}\text{Mg}$, ${}^{13}\text{Al}$, ${}^{14}\text{Si}$, ${}^{22}\text{Ti}$, ${}^{25}\text{Mn}$, ${}^{26}\text{Fe}$, ${}^{29}\text{Cu}$, ${}^{30}\text{Zn}$ такие тяжелые металлы, как ${}^{47}\text{Ag}$, ${}^{73}\text{Ta}$, ${}^{74}\text{W}$, ${}^{78}\text{Pt}$, ${}^{79}\text{Au}$ и ${}^{82}\text{Pb}$. Обсуждаются процессы, способные привести к наблюдаемым аномалиям во вновь образовавшихся химических элементах.

This work is a continuation and addition to [1], which presented results on the studies of surface and elemental compositions of Pd rod and brass screw for collection of nuclear and chemical reaction products in a deuterium high-pressure chamber (DHPC) under irradiation with γ quanta with an energy of 10 MeV during 18 h at the electron accelerator MT-25 at the beam current 11–13 μA . The DHPC was filled with 1.2 kbar molecular deuterium, in which a Pd rod saturated with deuterium was loaded. After irradiation the elemental compositions of other surfaces of all DHPC elements, which were inside the DHPC in dense deuterium, were studied using electron scanning microscope and X-ray microprobe analysis.

It was established that all surfaces including the surface of a high-purity palladium rod (99.995%) were covered with partly homogeneous layer or large microparticles of lead. Also, such light elements as ${}^6\text{C}$, ${}^8\text{O}$, ${}^{11}\text{Na}$, ${}^{12}\text{Mg}$, ${}^{13}\text{Al}$, ${}^{14}\text{Si}$, ${}^{22}\text{Ti}$, ${}^{25}\text{Mn}$, ${}^{26}\text{Fe}$, ${}^{29}\text{Cu}$, ${}^{30}\text{Zn}$ and heavy metals as ${}^{47}\text{Ag}$, ${}^{73}\text{Ta}$, ${}^{74}\text{W}$, ${}^{78}\text{Pt}$, ${}^{79}\text{Au}$ and ${}^{82}\text{Pb}$ were observed. The possible processes which can cause the observed anomalies in the composition of newly created chemical elements are discussed shortly.

PACS: 07.89.+b; 25.85.-w; 25.85.Jg

¹E-mail: didyk@jinr.ru

²E-mail: roland.wisniewski@gmail.com

ВВЕДЕНИЕ

В серии предыдущих статей были представлены результаты двух исследований: по изменению структуры поверхностей и элементных составов всех компонентов, поверхности которых находились с внутренней стороны дейтерированной камеры высокого давления (ДНРС), т. е. имели прямой контакт с дейтерием при давлении около 3,0 кбар при облучении ДНРС γ -квантами с энергиями ~ 10 МэВ [1–4] и 9 МэВ [5, 6].

Также были выполнены исследования с модифицированными камерами ДНРС удлиненного типа (см. [7, 8]), в одну из которых были помещены стержни из Pd (один) и Re (три) [7], а в другую — ванадиевый и из нержавеющей стали [8] при давлении дейтерия внутри камеры около 2 кбар, под действием γ -квантов с энергией 23 МэВ, т. е. диапазоне энергий γ -квантов, характерных для гигантского дипольного резонанса [9].

На основе обнаруженных изменений концентраций химических элементов была представлена феноменологическая модель ядерных реакций [9] с учетом реакции Оппенгеймера [10] и ей сопутствующих реакций в капельной модели ядра при изменении вращательного момента [11–13].

В работах [5, 6] приведены результаты по изменению структуры поверхности и химического состава Pd-стержня и латунного сборника продуктов ядерных реакций в ДНРС, заполненной дейтерием при давлении $\cong 1,2$ кбар, при облучении γ -квантами с энергией 10 МэВ при токе электронного пучка 11–13 мкА в течение 18 ч.

Целью настоящей работы являлось продолжение описания результатов эксперимента по изучению структуры поверхности и элементного состава компонентов ДНРС, которые не вошли в результаты, представленные в работе [5], но, по мнению авторов, их необходимо опубликовать для подтверждения полученных в [5] результатов.

1. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Схема ДНРС приведена на рис. 1 (см. также [1–4]).

Методика эксперимента вместе с описанием камеры ДНРС приведена в работах [1, 2]. Давление молекулярного дейтерия в ДНРС при облучении γ -квантами составляло

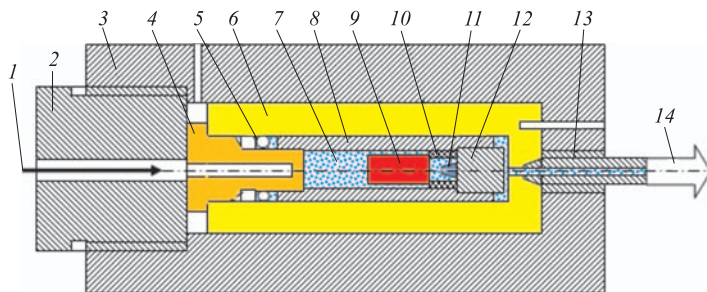


Рис. 1. Схематическое изображение ДНРС: 1 — поток ионизирующих частиц (γ -квантов); 2 — уплотнение с входным отверстием; 3 — уплотнение для высокого давления в камере; 4 — входное окно из $\text{Cu}_{0,98}\text{Ve}_{0,02}$; 5 — уплотнение для высокого давления; 6 — стенки камеры высокого давления; 7 — дейтерий; 8 — латунная втулка; 9 — Pd-стержень; 10 — разделительная фольга из марганца; 11 — синтезированный продукт реакции; 12 — латунный сборник; 13 — капилляр высокого давления; 14 — клапан и тензор-датчик давления

$P_{D_2} \cong 1,2$ кбар, что соответствует расчетному значению концентрации молекулярного газообразного дейтерия $N_{D_2} \cong 1,476 \cdot 10^{22}$ мол. D_2/cm^3 при его плотности $\rho_{D_2} \cong 0,088$ г/см³ [1–4]). Камера ДНРС была облучена тормозными γ -квантами с энергией 10 МэВ, полученными после прохождения пучка электронов через W -тормозную фольгу толщиной 3 мм и алюминиевый поглотитель толщиной 25 мм. Длительность облучения γ -квантами ДНРС составила 18 ч при токе электронного пучка 11–13 мкА с диаметром пучка на вводе в W -тормозную фольгу 6–8 мм.

Расчетная плотность потока γ -квантов на 1 мкА тока электронного пучка составляет $Y_\gamma \approx 7,5 \cdot 10^{12}$ МэВ⁻¹ · ср⁻¹ · мкА⁻¹. Выход нейтронов и протонов из реакции фоторасщепления дейтронов $d(\gamma, n)p$ под действием γ -квантов составляет $Y_{n,p} \approx 0,8 \cdot 10^6$ n, p · мкА⁻¹ (см. расчеты в [5, 6]).

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТЕЙ И РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОЭЛЕМЕНТНОГО ЗОНДОВОГО АНАЛИЗА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ВСЕХ ЭЛЕМЕНТОВ ВНУТРИ ДНРС

В [5, 6] представлено описание методики исследований и приведены расчеты концентраций дейтерия в ДНРС при давлении 1,2 кбар.

В связи с необычностью изменений химического состава в этой работе даны детальные исследования самих поверхностей и их элементного состава ряда компонентов внутри ДНРС, которые не вошли в [5], т. е. приведем результаты исследований структуры и химического состава таких компонентов, как входное окно из бериллиевой бронзы с резьбовым соединением входного окна 4 и латунной втулки 8, разделительная манганиновая фольга 10, обе внутренние поверхности разрезанной пополам латунной втулки 8, а также результаты по изучению резьбы на латунной втулке — сборнике продуктов ядерных реакций 12.

2.1. Исследование входной диафрагмы из бериллиевой бронзы. На рис. 2, *а* представлено СЭМ-изображение внутренней поверхности входной диафрагмы (см. рис. 1, поз. 4), на которой видны заметные изменения даже при относительно малом увеличении: $\times 25$, а на рис. 2, *б* — центральной части входного окна с сильно деструктурированным краем

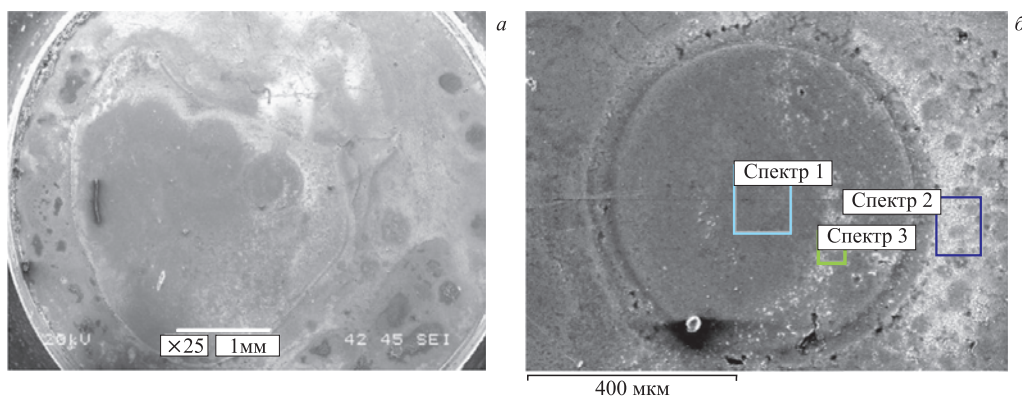


Рис. 2. СЭМ-изображения поверхности входной диафрагмы (*а*) и центральной части входного окна с сильно деструктурированным краем и тремя областями (*б*), в которых был проведен РМЗА

диаметром примерно 660 мкм и тремя отмеченными областями, в которых был сделан рентгеновский микроэлементный зондовый анализ (РМЗА).

В табл. 1 приведено распределение химических элементов в области входной диафрагмы, состоящей из бериллиевой бронзы, т.е. $\text{Cu}_{0,98}\text{Be}_{0,02}$, и областях, отмеченных на рис. 2, б.

Таблица 1. Распределение химических элементов в областях входной диафрагмы, отмеченных на рис. 2, б (в вес. %)

| Спектр | ^6C | ^8O | ^{17}Cl | ^{20}Ca | ^{26}Fe | ^{29}Cu | ^{30}Zn | ^{82}Pb |
|--------|--------------|--------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 | 10,55 | 5,69 | — | — | — | 83,76 | — | — |
| 2 | 28,74 | 21,88 | 0,23 | 0,36 | 1,17 | 37,5 | 7,86 | 2,26 |
| 3 | 20,36 | 12,60 | 0,30 | — | — | 65,5 | — | 1,23 |

Как видно из таблицы, на поверхности диафрагмы произошли значительные изменения в элементном составе. В центральной части диафрагмы концентрация меди наибольшая, помимо углерода и кислорода других химических элементов нет. На участках диафрагмы со светлыми вкраплениями появились цинк (7,86 вес. %) и свинец (2,26 вес. %).

Можно предположить, что все химические элементы, кроме меди и не регистрируемого при измерениях бериллия, привнесены из образца палладия. Нечто похожее имело место и в первом эксперименте, описанном в [1–4], где наблюдалось значительное разрушение материала поверхности входной диафрагмы, обращенной внутрь ДНРС, но с другим элементным составом.

На рис. 3 представлены СЭМ-изображения двух других участков поверхности входной диафрагмы, также с отмеченными областями и точками, в которых был выполнен РМЗА.

Отметим, что спектр 1 (рис. 3, а) измерялся с участка размером $57,7 \times 71,5$ мкм; спектры 2 и 3 (рис. 3, а) получены в отмеченных точках; область, с которой измерялся спектр 3, отмечена кругом диаметром примерно 8,4 мкм. В табл. 2 представлены распределения химических элементов в отмеченных на рис. 3, а участках.

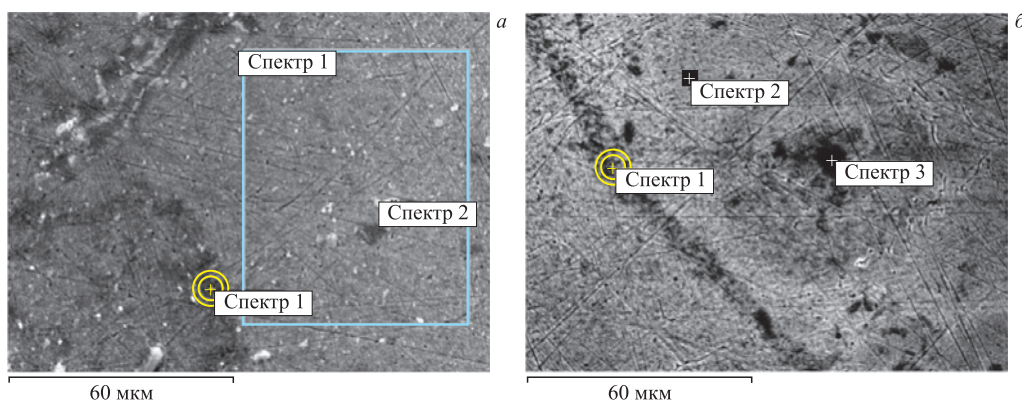


Рис. 3. СЭМ-изображения двух участков входной диафрагмы с областью (а) и точками (б), в которых был проведен РМЗА

Таблица 2. Распределение химических элементов в участках входной диафрагмы, отмеченных на рис. 3, а (в вес. %)

| Спектр | ${}^6\text{C}$ | ${}^8\text{O}$ | ${}^{13}\text{Al}$ | ${}^{20}\text{Ca}$ | ${}^{26}\text{Fe}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{30}\text{Zn}$ | ${}^{82}\text{Pb}$ |
|--------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 1 | 16,25 | 9,31 | — | — | 0,57 | 72,87 | — | 1,01 |
| 2 | 15,70 | 17,79 | 2,87 | 0,64 | 1,70 | 40,61 | 19,17 | 1,52 |
| 3 | 19,98 | 10,06 | — | — | 0,71 | 67,89 | — | 1,37 |

Как видно из табл. 2, на более светлом участке (спектр 2) отмечается высокая концентрация цинка (19,17 вес. %) и относительно невысокая концентрация свинца (1,52 вес. %), но более низкая концентрация меди (40,61 вес. %), чем на темных участках: 72,87 и 67,89 вес. % соответственно.

На основании проведенных исследований можно сделать вывод, что обратная сторона входной диафрагмы значительно видоизменилась: на поверхности появились трещины, и обнаружены новые элементы, такие как углерод, кислород, хлор, кальций, железо, цинк и тяжелый химический элемент — свинец.

2.2. Измерение концентрации химических элементов на поверхности разделительной фольги из манганина. Как и в работах [1–4], латунный сборник отделяется от поверхности Pd-стержня разделительной фольгой из манганина (см. рис. 1, поз. 12, 9 и 10 соответственно). Поэтому представляется важным проанализировать внутреннюю и внешнюю, прилегающую к поверхности латунной втулки (рис. 1, поз. 8), поверхности этой фольги методами СЭМ и РМЗА.

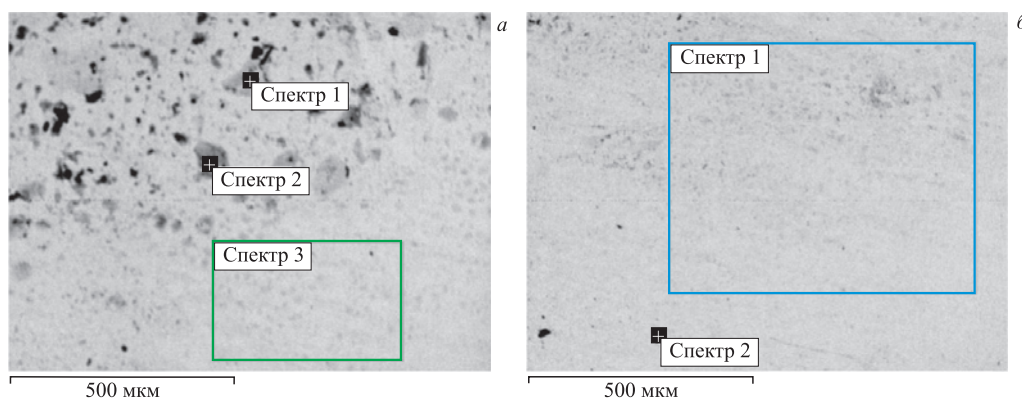


Рис. 4. СЭМ-изображения двух участков поверхности манганиновой фольги с указанием области и двух точек, в которых был проведен РМЗА

На рис. 4, а, б представлены два участка поверхности манганиновой фольги с выделением двух точек (спектры 1 и 2) и области (спектр 3) (а), а также области (спектр 1) и точки (спектр 2) (б), в которых был проведен РМЗА.

В табл. 3 показано распределение химических элементов в выделенных точках и областях. Из таблицы видно, что на внутренней поверхности манганина присутствуют палладий (4,87 вес. %, спектр 2, рис. 4, б) и цинк (5,22 вес. %, спектр 2, рис. 4, а), а также

Таблица 3. Распределение химических элементов в отмеченных на рис. 4, а, б участках (в вес. %)

| Спектр | ${}^6\text{C}$ | ${}^8\text{O}$ | ${}^{20}\text{Ca}$ | ${}^{24}\text{Mn}$ | ${}^{26}\text{Fe}$ | ${}^{28}\text{Ni}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{30}\text{Zn}$ | ${}^{46}\text{Pd}$ |
|-----------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Рис. 4, а | | | | | | | | | |
| 1 | 16,98 | 7,27 | — | 13,32 | 0,55 | 3,02 | 58,86 | — | — |
| 2 | 12,63 | 11,92 | 0,20 | 12,46 | 0,79 | 2,98 | 53,80 | 5,22 | — |
| 3 | 10,51 | 4,49 | — | 15,02 | — | 3,43 | 66,56 | — | — |
| Рис. 4, б | | | | | | | | | |
| 1 | 9,9 | 3,58 | — | 14,52 | — | 3,47 | 68,52 | — | — |
| 2 | — | 1,22 | — | 14,56 | — | 3,13 | 76,21 | — | 4,87 |

Таблица 4. Процентное отношение элементов Cu, Mn и Ni на отмеченных на рис. 4, а, б участках

| Спектр | ${}^{24}\text{Mn}$ | ${}^{28}\text{Ni}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{24}\text{Mn}$ | ${}^{28}\text{Ni}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ |
|----------------------|--------------------|--------------------|---------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Рис. 4, а (в вес. %) | | | Рис. 4, а (в ат. %) | | | |
| 1 | 13,32 | 3,02 | 58,86 | 17,71 | 4,02 | 78,27 |
| 2 | 12,46 | 2,98 | 53,8 | 17,80 | 4,30 | 77,70 |
| 3 | 15,02 | 3,43 | 66,56 | 17,67 | 4,03 | 78,30 |
| Рис. 4, б (в вес. %) | | | Рис. 4, б (в ат. %) | | | |
| 1 | 14,52 | 3,47 | 68,52 | 16,78 | 4,01 | 78,85 |
| 2 | 14,56 | 3,13 | 76,21 | 15,51 | 3,33 | 81,16 |

кальций и железо, экстрагированные с поверхности Pd-стержня. Измеренное относительное соотношение элементов, входящих в манганин, с обычно используемым составом $\text{Cu}_{84}\text{Mn}_{14}\text{Ni}_2$, и полученное из данных табл. 3, представлено в табл. 4.

Из приведенных оценок и РМЗА можно сделать вывод, что метод РМЗА достаточно хорошо позволяет проводить измерения концентраций элементов в известных сплавах типа манганина (табл. 4). Этот результат также совпадает с более ранними измерениями манганиновой фольги в работах [1–4].

На рис. 5, а представлен участок поверхности манганиновой фольги с крупной частицей (размером > 12 мкм) более светлого оттенка, чем поверхность манганина,

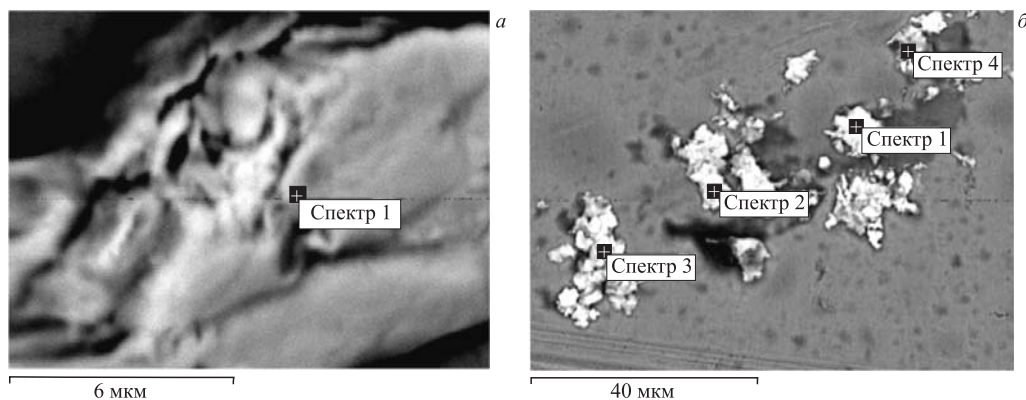


Рис. 5. СЭМ-изображения участка поверхности фольги из манганина со светлыми частичками (а), в четырех точках которых был проведен РМЗА (б)

Таблица 5. Распределение химических элементов в отмеченных на рис. 5, а, б частицах (в вес. %)

| Спектр | ^6C | ^8O | ^{12}Mg | ^{13}Al | ^{14}Si | ^{24}Mn | ^{28}Ni | ^{29}Cu | ^{46}Pd | ^{47}Ag | ^{82}Pb |
|-----------|--------------|--------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Рис. 5, а | | | | | | | | | | | |
| 1 | — | 5,45 | — | 0,24 | — | 0,93 | 0,40 | 11,46 | 75,2 | — | 6,35 |
| Рис. 5, б | | | | | | | | | | | |
| 1 | 1,46 | 1,32 | 0,33 | — | — | 1,86 | — | 1,55 | — | 93,48 | — |
| 2 | 6,88 | 5,38 | 0,35 | — | — | 4,73 | 1,14 | 8,27 | — | 73,24 | — |
| 3 | 5,76 | 3,22 | 0,31 | — | — | 1,21 | — | 3,42 | — | 86,07 | — |
| 4 | 14,6 | 9,21 | — | — | 0,28 | 10,62 | 2,45 | 7,17 | — | 55,68 | — |

а на рис. 5, б — несколько светлых частиц (с большими зарядами ядер входящих в них элементов), в которых проведен РМЗА.

В табл. 5 приведено распределение химических элементов в отдельных частицах, отмеченных на рис. 5, а, б.

Методом РМЗА установлено, что в частице (рис. 5, а) с гладкой поверхностью, напоминающей расплавленную, а затем застывшую, обнаружен сплав палладия (75,2 вес. %) и свинца (6,35 вес. %). Эта частица могла попасть на фольгу из манганина только путем ее выброса с поверхности Pd-стержня, скорее всего, из областей, напоминающих кратеры или выступы (см. [5, 6]). Все частицы, обнаруженные на поверхности манганиновой фольги (рис. 5, б, табл. 5), преимущественно состоят из серебра — от 55,68 до 93,48 вес. %. Для подтверждения этого на рис. 6 представлен участок поверхности фольги из манганина с несколькими светлыми частичками, в одной из которых проведен РМЗА.

В табл. 6 показано распределение химических элементов в ней.

Как видно из табл. 5 и 6, эти светлые частицы состоят преимущественно из серебра (до 98,43 вес. %). При этом частицы серебра имеют значительную толщину, поскольку

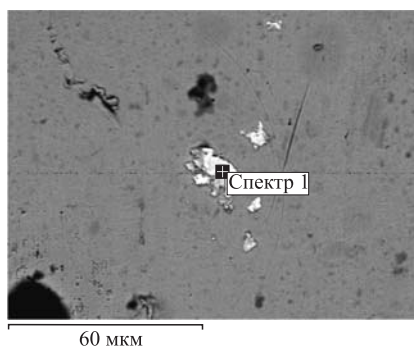
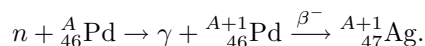


Рис. 6. СЭМ-изображение участка поверхности фольги из манганина с несколькими светлыми частичками и отдельно взятой точкой, в которой был проведен РМЗА

Таблица 6. Содержание химических элементов в точке, отмеченной на рис. 6 (в вес. %)

| Спектр | ^6C | ^8O | ^{12}Mg | ^{17}Cl | ^{24}Mn | ^{29}Cu | ^{47}Ag |
|--------|--------------|--------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 | 4,31 | 2,51 | 0,51 | 0,15 | 1,75 | 1,18 | 89,59 |

характеристическое рентгеновское излучение от самого манганина сильно подавлено. Серебро может образовываться по реакции типа



Но опять же концентрация серебра весьма существенная, так как частицы, содержащие серебро, имеют значительные размеры — до 5–10 мкм и больше.

2.3. Исследование структуры поверхности и элементного состава латунной втулки, разрезанной на две половины. Латунная втулка (см. рис. 1, поз. 8), в которую помещен Pd-стержень, была разрезана вдоль продольной оси; обе половинки, включая резьбовые соединения, были исследованы.

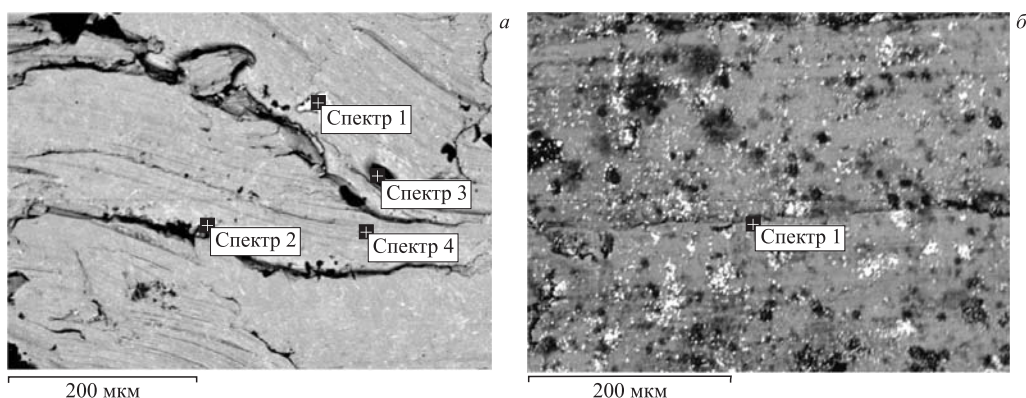


Рис. 7. Участки поверхности внутренней части втулки в месте ее распила с выделенными точками, в которых был сделан РМЗА

На рис. 7 представлены участки поверхности внутренней части втулки в месте ее распила с выделенными точками, в которых был сделан РМЗА. Результаты анализа представлены в табл. 7.

Из таблицы видно, что на более светлых участках (рис. 7, а) внутри распиленной втулки из бронзы состава примерно 62 % Cu и 38 % Zn (см. данные по спектру 4) образуется в значительных количествах серебро (до 96,38 вес. %) и свинец (7,85 вес. %) (рис. 7, б).

Таблица 7. Распределение химических элементов в выделенных точках участков поверхности на рис. 7, а, б (в вес. %)

| Спектр | ${}^6\text{C}$ | ${}^8\text{O}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{30}\text{Zn}$ | ${}^{47}\text{Ag}$ | ${}^{82}\text{Pb}$ | Cu/Zn |
|-----------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------|
| Рис. 7, а | | | | | | | |
| 1 | 2,24 | — | 1,03 | 0,35 | 96,38 | — | 2,94 |
| 2 | 2,22 | 1,33 | 4,54 | 1,39 | 90,53 | — | 3,26 |
| 4 | 16,04 | 1,13 | 51,07 | 31,76 | — | — | 1,61 |
| Рис. 7, б | | | | | | | |
| 1 | 21,06 | 22,75 | 24,22 | 24,13 | — | 7,85 | 1,0 |

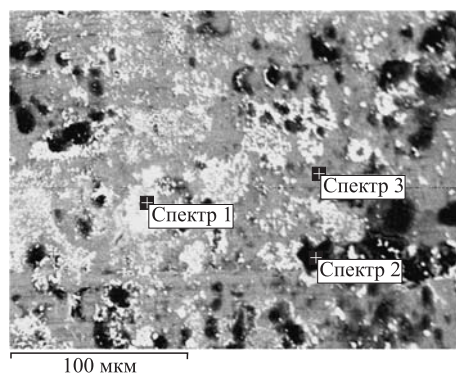


Рис. 8. Участок поверхности внутренней части распиленной втулки с вкраплениями, в трех из которых сделан РМЗА

На рис. 8 представлен другой участок поверхности внутренней части распиленной втулки, также с вкраплениями, покрывающими почти всю поверхность исходной латуни, в трех из которых сделан РМЗА.

В табл. 8 приведены результаты этого анализа. Здесь спектр 1 соответствует светлому участку поверхности, спектр 2 — серому и спектр 3 — темному.

Таблица 8. Распределение химических элементов в выделенных (светлом, сером и темном) вкраплениях поверхности на рис. 8 (в вес. %)

| Спектр | ${}^6\text{C}$ | ${}^8\text{O}$ | ${}^{17}\text{Cl}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{30}\text{Zn}$ | ${}^{82}\text{Pb}$ | Cu/Zn |
|--------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------|
| 1 | 18,99 | 22,78 | 0,25 | 12,62 | 13,18 | 32,19 | 0,96 |
| 2 | 13,66 | 36,52 | — | 3,07 | 39,52 | 7,23 | 0,0778 |
| 3 | 11,49 | 5,95 | — | 45,09 | 35,95 | 1,53 | 1,25 |

На наиболее светлом участке латунной втулки присутствует до 32,19 вес. % свинца, при соотношении Cu/Zn ≈ 1 , в сером свинца меньше — только 7,23 вес. %, а весовые концентрации цинка и кислорода очень высоки: 39,52 и 36,52 вес. % соответственно. И только на темном участке концентрация свинца уменьшается значительно, а соотношение Cu/Zn $\approx 1,25$, что уже близко к ранее промеренному значению исходной латуни: Cu/Zn $\approx 1,61$ (см. табл. 7).

На рис. 9 представлены участки поверхности распиленной втулки в местах, где расположена резьба (см. рис. 1 в местах резьбовых соединений латунной втулки (поз. 8), входного окна с уплотнением для высокого давления (поз. 5) и латунного сборника (поз. 12)). На рис. 9 РМЗА проведен в светлых вкраплениях и участке серого цвета.

В табл. 9 приведены распределения химических элементов в точке серого цвета (спектр 1) и в светлой точке (спектр 2) (рис. 9, а) и на выступе зубца (спектр 1) и во впадине между зубцами (спектр 2) резьбы (рис. 9, б).

Видно, что в светлой точке (спектр 2) обнаружены серебро (39,27 вес. %) и свинец (4,90 вес. %), а в серой (спектр 1) — относительно немного свинца (3,27 вес. %), но в обеих точках за счет регистрации рентгеновского излучения латунь имеет практически свой обычный состав: 1,74 (спектр 1) и 1,59 (спектр 2).

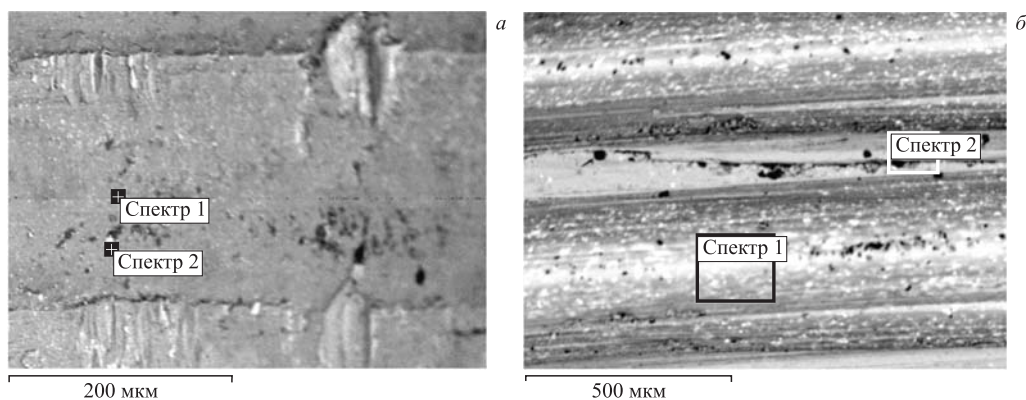


Рис. 9. Участки поверхности внутренней части распиленной втулки со светлыми включениями в месте, где резьба; в двух точках проведен РМЗА

Таблица 9. Распределение химических элементов в двух точках на рис. 9, а и б (в вес. %)

| Спектр | ${}^6\text{C}$ | ${}^8\text{O}$ | ${}^{13}\text{Al}$ | ${}^{29}\text{Cu}$ | ${}^{30}\text{Zn}$ | ${}^{47}\text{Ag}$ | ${}^{82}\text{Pb}$ | Cu/Zn |
|-----------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------|
| Рис. 9, а | | | | | | | | |
| 1 | 10,05 | 12,93 | — | 46,82 | 26,94 | — | 3,27 | 1,74 |
| 2 | 8,58 | 12,50 | — | 21,34 | 13,40 | 39,27 | 4,90 | 1,59 |
| Рис. 9, б | | | | | | | | |
| 1 | 18,35 | 6,91 | 0,43 | 42,08 | 28,84 | — | 3,38 | 1,46 |
| 2 | 21,42 | 13,96 | 0,83 | 32,15 | 18,93 | — | 12,7 | 1,70 |

На рис. 9, б с меньшим увеличением представлены зубцы винтовой нарезки. На участках размерами $187,5 \times 162,5$ мкм на вершине зубца (спектр 2) и 125×100 мкм внутри нарезки (спектр 1) проведен РМЗА. Как видно, вершина зубца более плотно покрыта участками белого цвета и такие участки реже встречаются внизу нарезки зубца. Можно сделать вывод, что выступы и впадины резьбы покрыты включениями в виде частичек свинца.

Для сравнения приведем результаты, полученные на другом электронном микроскопе со своим микрозондовым анализатором. На рис. 10 приведено СЭМ-изображение участка центральной части разрезанной втулки с выделенной точкой, в которой проведен РМЗА.

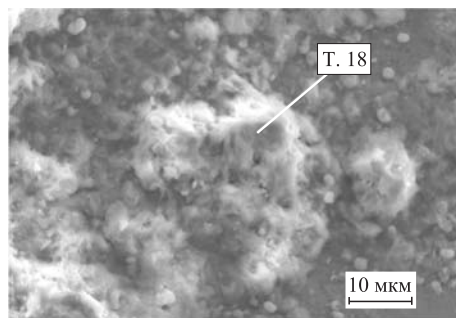


Рис. 10. Участок поверхности внутренней центральной части разрезанной втулки с выделенной т. 18, в которой проведен РМЗА

Таблица 10. Распределение химических элементов в т.18 рис.10 ($Cu/Zn = 0,127$ вес. %; $Cu/Zn = 0,130$ ат. %)

| Элемент | Z | Серия | C, вес. % | C', ат. % | ΔC , вес. % |
|----------|----|-------|-----------|-----------|---------------------|
| Свинец | 82 | L | 4,50 | 0,57 | 0,39 |
| Цинк | 30 | K | 43,84 | 17,59 | 1,33 |
| Медь | 29 | K | 5,57 | 2,30 | 0,24 |
| Железо | 26 | K | 0,86 | 0,40 | 0,08 |
| Кальций | 20 | K | 0,56 | 0,36 | 0,06 |
| Кислород | 8 | K | 34,47 | 56,50 | 5,02 |
| Углерод | 6 | K | 10,20 | 22,28 | 2,41 |

В табл. 10 даны результаты РМЗА в т. 18.

Как видно, в т. 18 присутствует свинец ($(4,5 \pm 0,39)$ вес. %), также в большом количестве цинк ($(43,84 \pm 1,33)$ вес. %); отношение $Cu/Zn = 0,127$, с сильным превышением концентрации цинка по отношению к меди, которое можно объяснить его образованием в результате ядерных реакций, так как характеристические линии рентгеновских спектров этих элементов близки.

На рис. 11, а–г представлены СЭМ-изображения внутренней поверхности разрезанной втулки с резьбой. Видно, что на поверхности имеются участки с различной плотностью покрывающих ее частиц (рис. 11, а); показаны три наиболее интересные структуры на

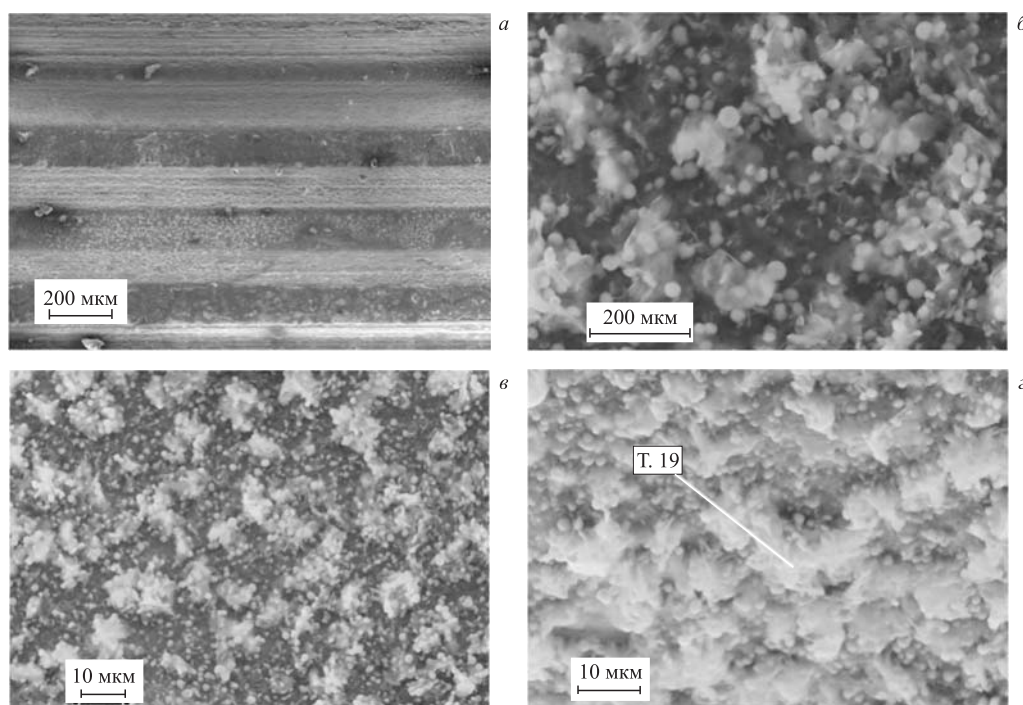


Рис. 11. СЭМ-изображения различных участков разрезанной втулки с выделенной точкой, в которой проведен РМЗА

Таблица 11. Распределение химических элементов на рис. 11 в т. 19 ($Cu/Zn = 0,32$ вес. %; $Cu/Zn = 0,33$ ат. %)

| Элемент | Z | Серия | C, вес. % | C, ат. % | ΔC , вес. % |
|----------|----|-------|-----------|----------|---------------------|
| Свинец | 82 | L | 27,31 | 3,72 | 1,11 |
| Цинк | 30 | K | 21,53 | 9,29 | 0,65 |
| Медь | 29 | K | 6,93 | 3,07 | 0,26 |
| Кислород | 8 | K | 34,08 | 60,09 | 4,56 |
| Углерод | 6 | K | 10,15 | 23,83 | 1,94 |

этой поверхности (рис. 11, б–г). РМЗА проведен в т. 19 (рис. 11, г), а в табл. 11 приведены результаты анализа.

На рис. 11, б–г видно, что вся поверхность плотно покрыта частичками размерами порядка 1 мкм, при этом плотность и размер частиц варьируются от более крупных до более мелких. Из табл. 11 видно, что опять, как и в предыдущей таблице, в частицах на внутренней поверхности разрезанной латунной втулки присутствует свинец ($(27,31 \pm 1,11)$ вес. % и 3,72 ат. %), а также наблюдается значительная разница между зарегистрированными концентрациями цинка ($(21,53 \pm 0,65)$ вес. % и 9,53 ат. %) и меди ($(6,93 \pm 0,26)$ вес. % и 3,07 ат. %) при их отношении $\approx 0,3$, что опять же может быть объяснено только образованием цинка в ядерных реакциях деления палладия. Обращает на себя внимание и тот факт, что концентрация кислорода очень высока, а именно $(34,47 \pm 5,02)$ вес. % и 56,50 ат. % (табл. 10); $(34,08 \pm 4,56)$ вес. % и 60,09 ат. % (табл. 11).

Тем не менее температуры плавления и испарения меди и цинка составляют $T_{пл}^{Cu} = 1083$ °C и $T_{исп}^{Cu} = 2543$ °C и $T_{пл}^{Zn} = 419,5$ °C и $T_{исп}^{Zn} = 906,2$ °C соответственно. Темпе-

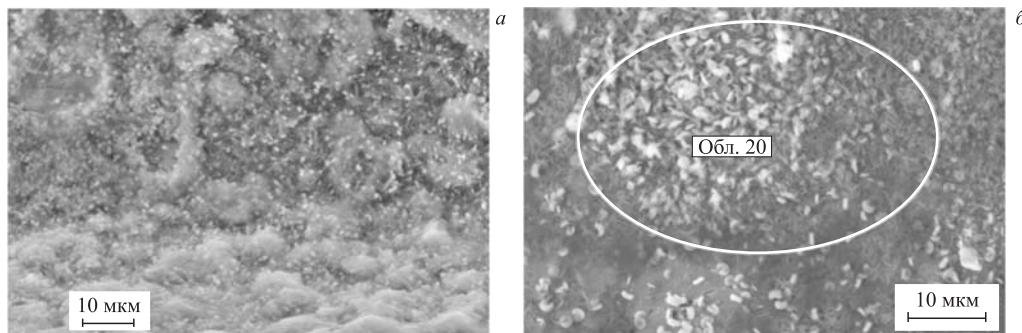


Рис. 12. СЭМ-изображения различных участков разрезанной втулки с выделенной областью, в которой проведен РМЗА

Таблица 12. Распределение химических элементов в обл. 20 рис. 12, б ($Cu/Zn = 1,80$ ат. %)

| Элемент | Z | Серия | C, вес. % | C, ат. % | ΔC , вес. % |
|----------|----|-------|-----------|----------|---------------------|
| Свинец | 82 | L | 10,34 | 1,74 | 0,86 |
| Цинк | 30 | K | 23,21 | 12,41 | 0,88 |
| Медь | 29 | K | 40,61 | 22,34 | 1,32 |
| Кислород | 8 | K | 16,12 | 35,22 | 3,33 |
| Углерод | 6 | K | 9,72 | 28,28 | 3,00 |

ратуры разложения оксида меди и возгонки оксида цинка достаточно высокие: $T_{\text{разл}}^{\text{CuO}} = 1100^\circ\text{C}$, $T_{\text{исп}}^{\text{ZnO}} = 1800^\circ\text{C}$ [14–16].

На рис. 12, *а, б* даны СЭМ-изображения различных участков разрезанной втулки с выделенной областью, в которой проведен РМЗА. В табл. 12 приведено распределение химических элементов в обл. 20 (см. рис. 12, *б*).

На рис. 13, *а, б* приведены СЭМ-изображения различных участков разрезанной втулки с выделенной областью, в которой сделан РМЗА. А в табл. 13 см. распределение химических элементов, полученное в этой области.

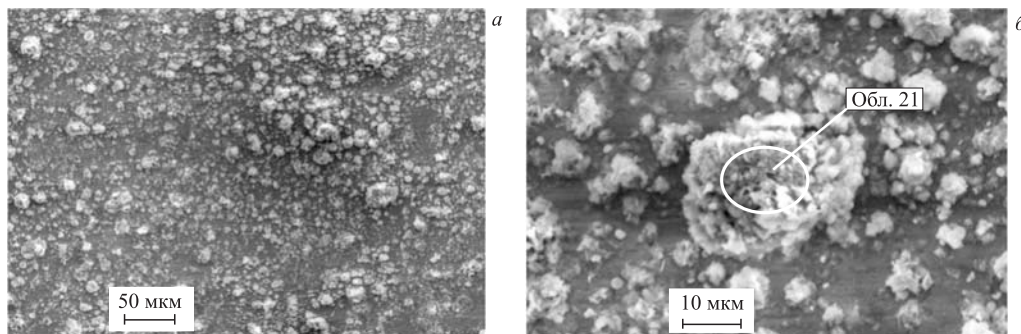


Рис. 13. СЭМ-изображения различных участков разрезанной втулки с выделенной областью, в которой проведен РМЗА

Таблица 13. Распределение химических элементов в обл. 21 рис. 13, *б* ($\text{Cu/Zn} = 0,515$ вес. %; $\text{Cu/Zn} = 0,532$ ат. %)

| Элемент | Z | Серия | C, вес. % | C, ат. % | ΔC , вес. % |
|----------|----|-------|-----------|----------|---------------------|
| Свинец | 82 | L | 5,56 | 0,80 | 0,34 |
| Цинк | 30 | K | 38,72 | 17,72 | 1,04 |
| Медь | 29 | K | 19,97 | 9,41 | 0,56 |
| Железо | 26 | K | 0,41 | 0,22 | 0,05 |
| Кислород | 8 | K | 26,09 | 48,80 | 3,35 |
| Углерод | 6 | K | 9,25 | 23,05 | 1,80 |

Отметим, что эта достаточно крупная частица (около 30 мкм в диаметре со сложной формой) имеет состав с превышением цинка по отношению к меди: $\text{Cu/Zn} \approx 0,515$ вес. % и 0,532 ат. %. Такие значительные изменения в соотношении цинка и меди могут быть объяснены только флуктуационным характером возникновения ядерных реакций деления палладия и, соответственно, преимущественного образования тех или иных химических элементов. Следует также остановиться на том, что в местах, где имеется значительное количество свинца, присутствует и цинк, также в значительных количествах [5, 6].

Представляется важным также отразить в этом разделе элементный состав, определенный с помощью РМЗА, на резьбовых ответных частях, в месте соединения входного окна из бериллиевой бронзы (рис. 1, поз. 4) и сборника продуктов ядерных и химических реакций (рис. 1, поз. 12).

На рис. 14 представлены СЭМ-изображения поверхностей входного окна сразу после винилового уплотнения, которое не имело прямого контакта с внутренней частью

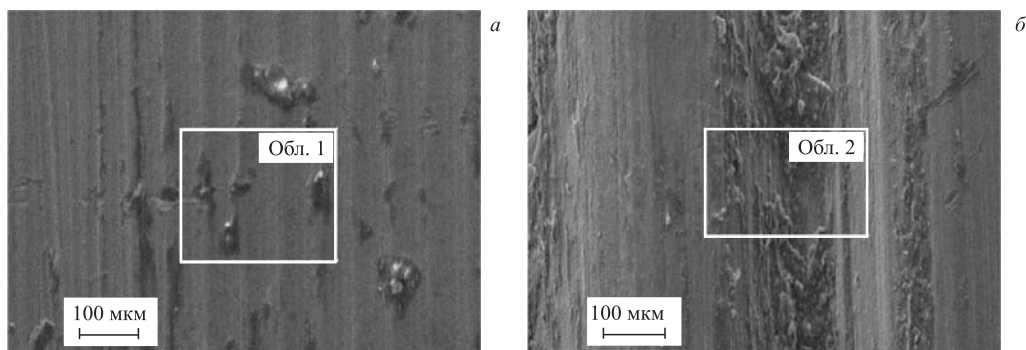


Рис. 14. СЭМ-изображения поверхностей входного окна без резьбы (а) и с резьбой (б)

Таблица 14. Распределение элементов в областях 1 и 2 рис. 14, а, б

| Элемент | Серия | C, вес. % | C, ат. % |
|--------------------|-------|-----------|----------|
| Обл. 1, без резьбы | | | |
| C | K | 30,0 | 61,13 |
| O | K | 10,1 | 15,52 |
| Si | K | 0,2 | 0,17 |
| S | K | 0,47 | 0,36 |
| Fe | K | 0,17 | 0,08 |
| Co | K | 0,17 | 0,07 |
| Cu | K | 58,8 | 22,68 |
| Обл. 2, с резьбой | | | |
| O | K | 12,47 | 37,50 |
| Na | K | 3,18 | 6,66 |
| Al | K | 0,51 | 0,91 |
| Fe | K | 0,50 | 0,43 |
| Cu | K | 37,92 | 28,47 |
| Zn | K | 30,77 | 22,63 |
| Pb | M | 14,62 | 3,39 |

латунной втулки (а), и на резьбе между входным окном из бериллиевой бронзы (рис. 1, поз. 4) и латунной втулкой (рис. 1, поз. 8) (б). Проведен РМЗА. В табл. 14 отображены элементные составы областей 1 и 2.

В бериллиевой бронзе основной химический элемент — это медь ($\approx 98\%$) и сопутствующая примесь — это бериллий ($\approx 2\%$). После воздействия γ -квантов состав изменился, но на резьбовой части входного окна, так же как и на ответной резьбе (см. рис. 9, табл. 9 и рис. 11, табл. 11), присутствуют в большом количестве свинец (14,62 вес. %) и цинк (30,77 вес. % и 22,63 ат. %).

Необходимо отметить, что на самой резьбе входного окна (см. рис. 1, поз. 4) и на ответной к ней части резьбы на латунной втулке (см. рис. 1, поз. 8) присутствует свинец, которого там изначально не было. Свинец мог попасть на эти резьбы, только если он находился в виде летучего соединения при облучении ДНРС γ -квантами и при делении ядер палладия и последующих ядерных реакций (см. работу [5] и ссылки там).

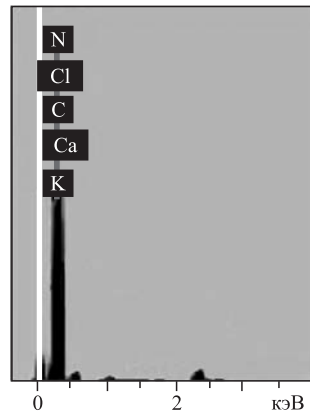


Рис. 15. ХСРИ винилового кольца

Таблица 15. Элементный состав винилового кольца

| Элемент | Серия | C, вес. % | C, ат. % |
|---------|-------|-----------|----------|
| C | K | 86,35 | 90,30 |
| N | K | 2,09 | 1,87 |
| O | K | 8,94 | 7,02 |
| S | K | 1,24 | 0,48 |
| Cl | K | 0,14 | 0,06 |
| K | K | 0,07 | 0,02 |
| Ca | K | 0,08 | 0,03 |
| Cu | K | 0,28 | 0,06 |
| Zn | K | 0,77 | 0,15 |

На рис. 15 представлен спектр уплотнительного кольца из винила, расположенного на входном окне (рис. 1, поз. 5), где отсутствует резьба. В табл. 15 дан элементный состав винилового уплотнительного кольца.

Из табл. 15 видно, что кольцо состоит из легких элементов, хотя имеются и малые количества меди и цинка, видимо, из-за плотного касания уплотнительного кольца (рис. 1, поз. 5) с гладкой частью входного окна из бериллиевой бронзы (рис. 1, поз. 4).

На рис. 16 представлена резьба латунного сборника (а) (см. рис. 1, поз. 12), ответная к резьбе латунной втулки (рис. 1, поз. 8), а также соответствующий спектр характеристического рентгеновского излучения (б). В табл. 16 приведено распределение элементов с выделенного участка, показанного на рис. 16, а.

Из табл. 16 видно, что и на резьбе латунного сборника (рис. 1, поз. 12), и на ответной части к ней (рис. 1, поз. 8) присутствуют в большом количестве свинец (7,70 вес. % и 0,60 ат. %) и углерод (56,12 вес. % и 75,72 ат. %), а также другие химические элементы, такие как железо, кальций, кремний (см. рис. 9, табл. 9 и рис. 11, табл. 11).

На рис. 17, а представлено СЭМ-изображение обратной стороны латунной втулки (рис. 1, поз. 8). РМЗА проведен на выделенном участке ближе к середине втулки и с краю, ближе к внутренней резьбе втулки. В табл. 17 дан элементный состав этого участка.

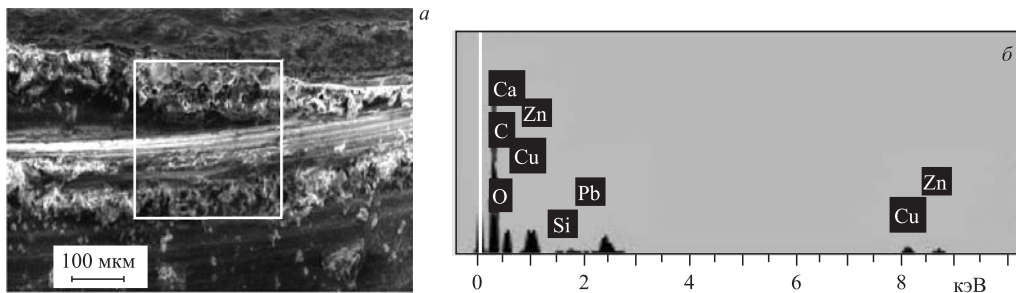


Рис. 16. СЭМ-изображение резьбы латунного сборника (а), ответной к резьбе латунной втулки, а также соответствующий спектр характеристического рентгеновского излучения (б)

Таблица 16. Концентрация элементов в выделенной области рис.16,а на резьбе латунного сборника, ответной к резьбе латунной втулки (Cu/Zn = 1,144 вес. %; Cu/Zn = 1,143 ат. %)

| Элемент | Серия | C, вес. % | C, ат. % |
|---------|-------|-----------|----------|
| C | K | 56,12 | 75,72 |
| O | K | 18,90 | 19,22 |
| Si | K | 0,26 | 0,15 |
| Ca | K | 0,12 | 0,05 |
| Fe | K | 0,72 | 0,21 |
| Cu | K | 8,56 | 2,16 |
| Zn | K | 7,48 | 1,89 |
| Pb | M | 7,70 | 0,60 |

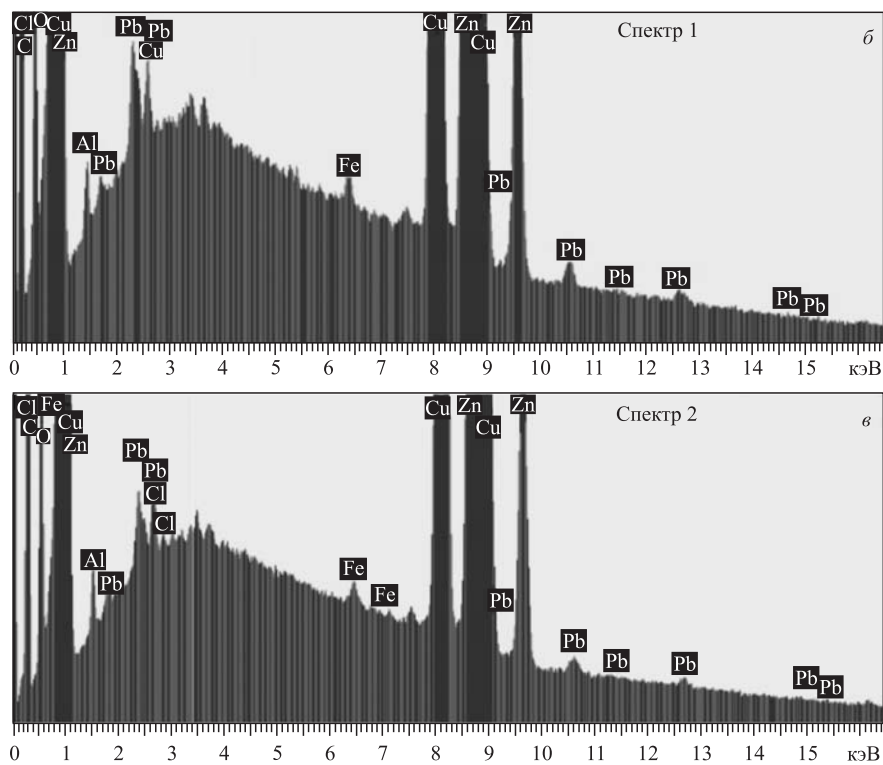
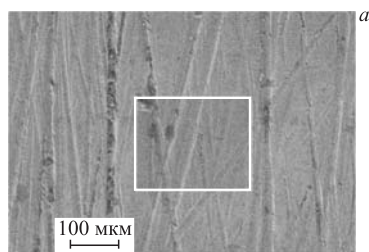


Рис. 17. СЭМ-изображение обратной стороны латунной втулки (а) и спектр характеристического рентгеновского излучения с выделенного участка: центр (б) и край (в) обратной стороны втулки

Таблица 17. Элементный состав выделенного участка на рис.17,а ($Cu/Zn = 1,46$ вес. %, $Cu/Zn = 1,50$ ат. % для спектра 1; $Cu/Zn = 1,49$ вес. %, $Cu/Zn = 1,53$ ат. % для спектра 2)

| Элемент | Серия | C, вес. % | C, ат. % |
|----------|-------|-----------|----------|
| Спектр 1 | | | |
| C | K | 32,53 | 64,70 |
| O | K | 9,09 | 13,57 |
| Al | K | 0,35 | 0,31 |
| Cl | K | 0,16 | 0,11 |
| Cu | K | 33,91 | 12,75 |
| Zn | K | 23,23 | 8,49 |
| Pb | L | 0,73 | 0,08 |
| Спектр 2 | | | |
| C | K | 40,28 | 71,36 |
| O | K | 2,82 | 11,72 |
| Al | K | 0,29 | 0,23 |
| Cl | K | 0,14 | 0,08 |
| Cu | K | 29,91 | 10,02 |
| Zn | K | 20,12 | 6,55 |
| Pb | L | 0,44 | 0,04 |

Из табл. 17 можно сделать вывод, что обратная сторона латунной втулки, находящаяся в непосредственной близости к стенке камеры высокого давления из бериллиевой бронзы (рис. 1, поз. б), заполненной плотным дейтерием, претерпела изменения в элементном составе, в частности, обнаружено небольшое количество свинца: 0,73 вес. % (в центре) и 0,44 вес. % (с краю). Этот факт свидетельствует о том, что соединения свинца (скорее всего, оксиды) во взвешенном (летучем) состоянии в плотном дейтерии (1,2 кбар давления) могли осесть не только на внутренней гладкой (без резьбы) стороне, на двух резьбах с обеих сторон и на ответных частях к резьбам латунной втулки, но и на обратной ее стороне в малых количествах.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

Как было написано во введении о целях данной работы, представленные результаты являются дополнением к детальным исследованиям всех изменений, которые произошли как с макроскопическими свойствами поверхностей, так и с объемными свойствами входящих в ДНРС элементов. Из-за выполненных масштабных исследований для подтверждения полученных [5] результатов (обнаружение значительного количества свинца на всех внутренних поверхностях ДНРС, имеющих контакт с плотным (при давлении 1,2 кбар) молекулярным дейтерием), потребовалось разделить результаты на две связанных статьи. Заключение сформулировано в работах [5, 6]. На основании полученных результатов в настоящее время можно предложить несколько подходов, развитых в работах [9–13] и [16–24].

Для построения какой-нибудь модели или феноменологической теории требуется проведение дальнейших исследований в зависимости от параметров как самой ДНРС, так и модельных материалов, выбираемых для исследований, условий высокопоточного облучения γ -квантами и выбора наиболее адекватных методов послерадиационных исследований.

Тем не менее без введения дополнительных предположений о возможных коллективных эффектах в механизмах ядерных реакций в плотном дейтерии под действием облучения γ -квантами, по-видимому, не удастся объяснить даже на качественном уровне наблюдаемых значительных количеств вновь образованных элементов. Поэтому введение понятия коллективных эффектов также необходимо при попытках объяснить обнаружение аномалии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *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. 26 p.
2. *Дидык А. Ю., Вишневецкий 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 P15-2012-50. Дубна, 2012. 16 с.
3. *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-P1–22001-P6.
4. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T.* Deuteron Disintegration, Thermonuclear Fusion and Nuclear Fusion Reactions Induced by γ -Quanta in D-Saturated Palladium and Dense D Gas with the Synthesis of New Structures // *J. Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Technique.* 2013. V. 7, No. 2. P. 239–247.
5. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Вилчинска-Китовска Т.* Изменения структуры поверхности и элементного состава Pd-стержня и сборника продуктов ядерных и химических реакций, облученных 10-МэВ γ -квантами в плотном дейтерии. Препринт ОИЯИ P15-2013-15. Дубна, 2013. 32 с.
6. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Вилчинска-Китовска Т.* Изменения свойств поверхности и элементного состава компонентов камеры высокого давления с Pd-стержнем внутри, облученных 10-МэВ γ -квантами в плотном дейтерии. Препринт ОИЯИ P15-2013-20. Дубна, 2013. 27 с.
7. *Дидык А. Ю., Вишневецкий 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 P15-2012-63. Дубна, 2012. 22 с.
8. *Дидык А. Ю., Вишневецкий 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. 15 с.; *Письма в ЖЭТФ.* 2013 (в печати).
9. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R.* Phenomenological Nuclear Reaction Description in Dense Deuterium Gas under γ -Quanta Irradiation // *Part. Nucl., Lett.* 2013. V. 10, No. 3(180). P. 437–457; JINR Preprint E15-2012-35. Dubna, 2012. 25 p.
10. *Oppenheimer J. R., Phillips M.* Note for the Transmission Functions for Deuteron // *Phys. Rev.* 1935. V. 48, No. 15. P. 500–502.
11. *Moretto Luciano G.* Statistical Emission of Large Fragments: A General Theoretical Approach // *Nucl. Phys. A.* 1975. V. 247. P. 211–230.
12. *Sierk A. J.* Mass-Asymmetric Fission of Light Nuclei // *Phys. Rev.* 1985. V. 55, No. 6. P. 582–583.

13. *Sierk A. J.* Macroscopic Model of Rotating Nuclei // *Phys. Rev.* 1986. V. 55, No. 6. P. 2039–2052.
14. WebElements. Periodic Tables of the Elements/Rhenium/crystal structures.
15. Эмсли Дж. Элементы. М.: Мир, 1993. 162 с.;
Emsley J. The Elements. Oxford: Clarendon Press, 1991.
16. Физические величины: Справ. / Под ред. И. С. Григорьевы и Е. З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1233 с.
17. *Шилов В. М.* Подбарьерное слияние сферических ядер среднего атомного номера // *ЯФ.* 2012. Т. 75, № 4. С. 485–490.
18. *Тараканов А. В., Шилов В. М., Шмидт Р.* Квазиклассическое описание слияния тяжелых ядер при околосбарьерных энергиях // *ЯФ.* 1991. Т. 53, № 5. С. 1285–1291.
19. *Пермяков В. П., Шилов В. М.* Подбарьерное слияние сложных ядер // *ЭЧАЯ.* 1989. Т. 20, вып. 6. С. 1396–1435.
20. *Bosch F. et al.* Beta Decay of Highly Charged Ions.
<http://www-ap.gsi.de/research/posters/betadecay/betadecayhcinhtml4entities.html>.
21. *Bosch F. et al.* Observation of Bound-State β Decay of Fully Ionized ^{187}Re : ^{187}Re – ^{187}Os Cosmochronometry Decay // *Phys. Rev. Lett.* 1996. V. 77, No. 26. P. 5190–5193.
22. *Jung M. et al.* First Observation of Bound-State β Decay // *Phys. Rev. Lett.* 1992. V. 69, No. 15. P. 2164–2167.
23. *Kálmán P., Keszthelyi T.* Solid State Internal Conversion // *Phys. Rev. C.* 2004. V. 69. 031606(R). P. 1–3.
24. *Kálmán P., Keszthelyi T.* Lattice Effect in Solid State Internal Conversion // *Phys. Rev. C.* 2009. V. 79. 031602(R). P. 1–4.

Получено 25 марта 2013 г.