

P15-2014-7

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

**ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ И СТРУКТУРА  
СИНТЕЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ НА ПОВЕРХНОСТИ  
ННРС ПРИ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЯХ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ  
ТОРМОЗНЫМИ  $\gamma$ -КВАНТАМИ С ПОРОГОВОЙ  
ЭНЕРГИЕЙ 10 МЭВ В МОЛЕКУЛЯРНОМ  
ВОДОРОДЕ ПРИ ДАВЛЕНИИ 0,5 КБАР**

Направлено в журнал «Письма в ЭЧАЯ»

---

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

\* didyk@jinr.ru

\*\* roland.wisniewski@gmail.com

Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.

P15-2014-7

Химический состав и структура синтезированных частиц на поверхности ННРС при ядерных реакциях при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ в молекулярном водороде при давлении 0,5 кбар

Камера высокого давления водорода (ННРС) с Pd-стержнем была заполнена молекулярным водородом при давлении 0,5 кбар. ННРС была облучена тормозными  $\gamma$ -квантами с энергией 10 МэВ при интенсивности пучка производящих электронов 20–21 мкА в течение 14 ч. Послерadiационные исследования структуры синтезированной частицы и других объектов на поверхности латунной втулки, входящей в ННРС, обнаруженной после облучения, позволили установить наличие в них легких элементов от углерода до кальция. Помимо этого найдены и изучены множественные малого размера частицы свинца. Обнаруженная синтезированная частица имеет сложную форму и состав. На внутренних поверхностях ННРС найдены тонкостенные микротрубки. Сделана попытка объяснить обнаруженные аномалии на основе реакций деления ядер средних масс (нисходящие реакции) и реакций синтеза элементов из водорода и более тяжелых ядер (восходящие реакции).

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

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2014

Didyk A. Yu., Wiśniewski R.

P15-2014-7

Chemical Composition and Structure of the Synthesized Particles on the Surface ННРС by Nuclear Reactions during Irradiation Brake  $\gamma$ -Rays with a Threshold Energy of 10 MeV in Molecular Hydrogen at 0.5 kbar Pressure

A chamber filled with molecular hydrogen at 0.5 kbar pressure (ННРС) with Pd-rod inside 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 hours. The studies of the changes in the structure and element composition of the synthesized particles and other objects on the surface of the brass sleeve, an ННРС component, which were detected after irradiation, established the presence in them of light elements from carbon to calcium. Besides that, multiple small-sized particles of lead were also found and studied. The registered synthesized particles have a complex shape and composition. At the inner surfaces of the ННРС thin-walled microtubes were found. An attempt is made to explain the observed anomalies basing on fission reactions of intermediate mass (downstream reactions) and reactions of fusion of elements from hydrogen and heavier nuclei (upstream reactions).

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 развиваемому подходу и список основных работ авторов по данной тематике, а также результаты, полученные при изучении большинства внутренних элементов камеры ННРС, а именно: входного окна из бериллиевой бронзы, палладиевого стержня, марганциновой разделительной фольги и латунного сборника продуктов ядерных и химических реакций — представлены в [1] (см., в частности, рис. 1 в [1], поз. 4, 9, 10 и 12).

Отметим, что при облучении камеры ННРС, заполненной водородом при давлении 1000 бар, но без палладиевого стержня внутри (см [2, 3]), были получены эффекты, весьма похожие на результаты данной работы и [1].

Ввиду того, что на поверхности обеих частей разрезанной пополам латунной втулки присутствуют частицы, схожие по составу и внешнему виду с синтезированной частицей, отделившейся от внутренней поверхности ННРС, это рассмотрено здесь. Необычность полученных данных, многообразие обнаруженных аномальных изменений, синтезированных частиц и структур требует написания как можно более убедительной статьи и, следовательно, представления всего комплекса экспериментальных данных для большей достоверности. Эти обстоятельства и явились основанием для написания статьи.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

**Исследование синтезированной частицы.** Как описано в [1], ННРС была заполнена молекулярным водородом при давлении на момент облучения 500 бар. Такое давление соответствует атомной концентрации водорода  $n_H \approx 1,824 \cdot 10^{22}$  ат. Н·см<sup>-3</sup> при его плотности  $\rho_H \approx 0,0307$  г·см<sup>-3</sup> (см. [20] и ссылки на литературу). Облучение ННРС было проведено на ускорителе МТ-25 Лаборатории ядерных реакций им. Г. Н. Флерова. Энергия электронного пучка составляла 9,7 МэВ при среднем токе 20–21 мкА, облучение длилось 14 ч (т. е.  $5,04 \cdot 10^4$  с). Тормозные  $\gamma$ -кванты были получены с использованием мишенного устройства, состоящего из тормозной мишени из вольфрама с толщиной фольги 2-мм и 25-мм алюминиевого поглотителя электронов. В аналогичных условиях была облучена камера ННРС без Pd-стержня, но при давлении молекулярного водорода 1000 бар. Результаты, полученные в этом эксперименте, представлены в [2, 3].

При вскрытии камеры ННРС из латунной втулки ([1], рис. 1, поз. 8) на специально *подготовленный предметный столик* выпала одна светлая частица с размерами примерно 1,5 мм на 0,75 мм. Для СЭМ и РМЗА были использованы микроскоп и зондовый микроанализатор аналитического центра НИИПМТ Высшей школы экономики.

Эта частица была сфотографирована с использованием специального приспособления для макросъемки на фотоаппарате. На рис. 1, *а* представлена фотография «светлой» синтезированной частицы. Как видно, эта частица имеет размеры 1,5 мм на 0,75 мм, является оптически прозрачной, а также производит впечатление аморфной диэлектрической структуры. Этот первичный вывод затем подтвердился при проведении рентгеноструктурного исследования частицы. На рис. 1, *б* приведено СЭМ-изображение этой частицы с выделением обл. 29 с размерами 264 мкм на 786 мкм, в которой был сделан РМЗА. Соответствующий спектр РМЗА представлен на рис. 2.

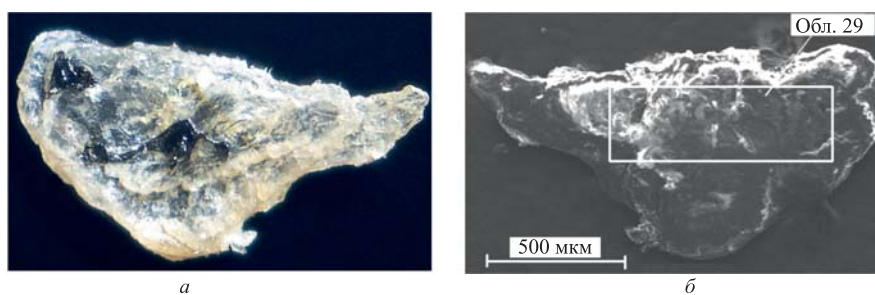


Рис. 1. Фотография синтезированной частицы с размерами 1,5 мм на 0,75 мм (*а*) и СЭМ-изображение синтезированной частицы, в обл. 29 которого сделан РМЗА (*б*)

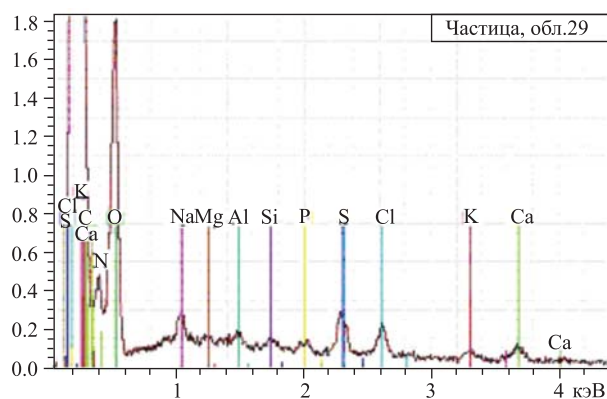


Рис. 2. Спектр РМЗА, выполненного в обл. 29 с размерами 786 на 264 мкм на рис. 1, *б*

**Таблица 1. Концентрация элементов в светлой частице (см. рис. 1, б) в обл. 29 на рис. 1, б**

Элемент	Z	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	6	К	12,39	16,20
Азот	7	К	14,16	15,88
Кислород	8	К	65,30	64,10
Натрий	11	К	0,94	0,64
Магний	12	К	0,15	0,10
Алюминий	13	К	0,33	0,19
Кремний	14	К	0,20	0,11
Фосфор	15	К	0,34	0,17
Сера	16	К	1,06	0,52
Хлор	17	К	1,36	0,60
Калий	19	К	1,00	0,40
Кальций	20	К	2,77	1,09

В табл. 1 показан элементный состав этой частицы. Как видно, эта частица состоит из следующих химических элементов:  ${}^6\text{C}$ ,  ${}^7\text{N}$  ↑,  ${}^8\text{O}$ ,  ${}^{10}\text{Ne}$  ↑,  ${}^9\text{F}$  ↑,  ${}^{12}\text{Mg}$ ,  ${}^{13}\text{Al}$ ,  ${}^{14}\text{Si}$ ,  ${}^{15}\text{P}$ ,  ${}^{16}\text{S}$ ,  ${}^{17}\text{Cl}$ ,  ${}^{18}\text{Ar}$  ↑,  ${}^{19}\text{K}$  и  ${}^{20}\text{Ca}$ . В этом списке символически представлены летучие химические элементы  $\text{N}$  ↑,  ${}^9\text{F}$  ↑,  ${}^{10}\text{Ne}$  ↑,  ${}^{18}\text{Ar}$  ↑. Элементы более легкие, чем углерод, с использованием данного рентгеновского зондового микроанализатора измерить невозможно. Видно, что пики кислорода и углерода очень велики. Можно сделать вывод, что данная частица состоит преимущественно из углерода и кислорода, а также из водорода. Именно такое заключение было сделано после рентгеноструктурного анализа (РА).

Ввиду важности и доказательности данных по синтезированной частице она была проанализирована в двух других аналитических центрах с иными микроскопами и зондовыми рентгеновскими микроанализаторами: в частности, в аналитическом центре НЦВО РАН и зондовой нанолaborатории НИИЯФ МГУ им. Д. В. Скобельцына (современный сканирующий электронный микроскоп TESCAN (фирма) и зондовый анализатор LYRA 3 FEG OXFORD X-Max (80mm<sup>2</sup>)).

Как видно из табл. 1, синтезированная крупная частица состоит преимущественно из кислорода (64,10 ат. %), углерода (16,20 ат. %) и азота (15,88 ат. %), находящегося в химически связанном состоянии. А также в частице содержатся другие легкие элементы от натрия до кальция с относительно высокими концентрациями серы, хлора и калия (порядка 1 ат. %) и кальция (2,77 ат. %).

Приведем для сравнения фотографические и СЭМ-изображения структуры и элементные составы *двух частиц*, которые *были синтезированы* в ННРС при давлении водорода 1,0 кбар, но без Pd-стержня внутри (см. [3]).

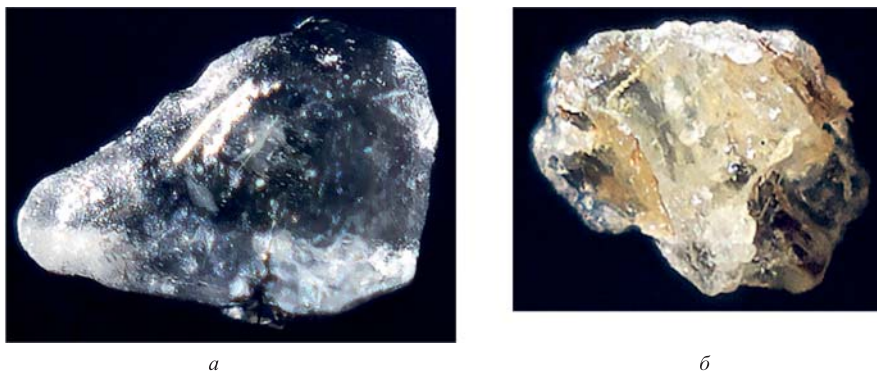


Рис. 3. Фотографии светлой (а) и темной (б) частиц [3]

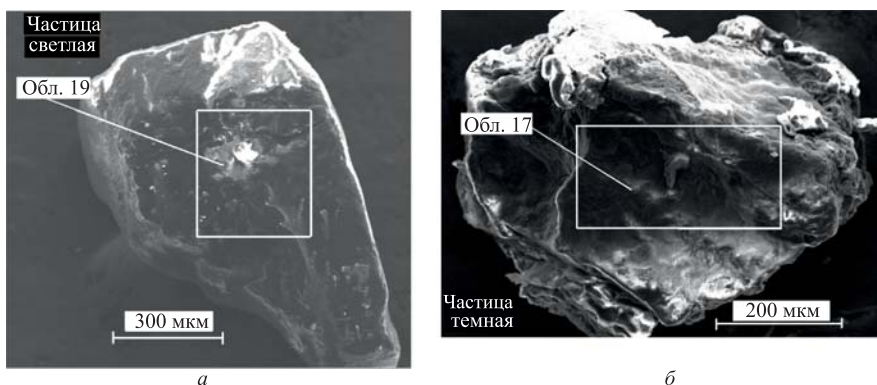


Рис. 4. СЭМ-изображения светлой (а) и темной (б) частиц в обл. 19 и 17, где были сделаны РМЗА

Согласно разд.2 [3], при вскрытии ННРС (без Pd-стержня внутри) из латунной втулки выпали несколько светлых и темных частиц с размерами порядка 1 мм и менее. Фотографические изображения двух таких частиц, выполненные также с применением специального приспособления для макросъемки на фотоаппарате, — на рис.3 в одинаковом масштабе, а на рис.4 — их СЭМ-изображения с выделенными участками, на которых был проведен РМЗА. В табл.2 представлены элементные составы этих частиц.

Отсутствие ряда элементов в левой части табл.3 (обл. 19 на рис.4,а) не означает, что их нет совсем, а свидетельствует лишь об их относительно низкой концентрации при проведении РМЗА в большой области с размерами 320 мкм на 350 мкм. При РМЗА малых объектов, которые присут-

ствуюют на поверхности синтезированных частиц, получаютс я значительные аномалии в распределении элементов. Из сравнения концентраций элементов в табл.1 и табл.2 можно сделать вывод, что все три синтезирован-

**Таблица 2. Концентрации элементов, измеренные РМЗА в обл. 19 и обл. 17 на рис. 4, а и 4, б соответственно**

Элемент	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
	Обл. 19 на рис. 4, а		Обл. 17 на рис. 4, б	
Углерод	34,24±9,86	41,07	12,95±1,26	17,40
Кислород	65,00±17,05	58,53	76,69±4,86	77,35
Натрий	—	—	2,49±0,14	1,75
Магний	—	—	—	—
Алюминий	0,76±0,15	0,40	0,19±0,06	0,11
Кремний	—	—	0,22±0,06	0,13
Фосфор	—	—	0,16±0,06	0,08
Сера	—	—	—	—
Хлор	—	—	4,12±0,13	1,88
Калий	—	—	1,88±0,09	0,78
Кальций	—	—	1,29±0,08	0,52

**Таблица 3. Распределение элементов в выделенной области (спектр 1) на рис. 5, а**

Элемент	Серия	$C$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	42,36	62,07
Азот	К	3,86	4,85
Кислород	К	21,11	23,22
Натрий	К	1,28	0,98
Магний	К	0,05	0,03
Алюминий	К	0,06	0,04
Кремний	К	0,37	0,23
Фосфор	К	0,62	0,35
Сера	К	0,45	0,24
Хлор	К	0,10	0,05
Калий	К	0,04	0,02
Кальций	К	0,63	0,28
Титан	К	0,03	0,01
Железо	К	0,16	0,05
Никель	К	0,07	0,02
Медь	К	13,88	3,85
Цинк	К	13,27	3,57
Свинец	L	1,66	0,14

ные частицы содержат значительные концентрации кислорода при наличии большого количества углерода. Из сравнительного анализа частиц, синтезированных и описанных в [3], и частицы в данной работе можно заключить, что элементный состав частиц практически идентичен, а следовательно, и процессы их создания должны быть схожими. Кроме того, получение схожих частиц в двух различных экспериментах позволяет сделать вывод о подтверждении результатов одного исследования другим и наоборот.

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

**Исследование поверхности первой половины разрезанной латунной втулки.** Латунная втулка (ЛВ), в которой находился Pd-стержень (см. [1], рис. 1, поз. 8 и 9 соответственно), была разрезана пополам тонкой фрезой, и внутренние поверхности, имевшие контакт с водородом при давлении 0,5 кбар во время облучения  $\gamma$ -квантами, были изучены методами СЭМ и РМЗА. Наиболее характерные объекты, обнаруженные на внутренних частях ЛВ, представлены ниже.

На рис. 5, *а* представлено СЭМ-изображение значительных размеров структуры сложной формы на поверхности ЛВ, в выделенной области (спектр 1) которой проведен РМЗА, а соответствующий характеристический спектр рентгеновского излучения (ХСРИ) представлен на рис. 5, *б*. В табл. 3 приведено распределение элементов в выделенной области на рис. 5, *а*, соответствующее ХСРИ на рис. 5, *б*.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка здесь составляет  $\text{Cu (ат. \%): Zn (ат. \%)} = 51,89:48,11$ , что далеко от соотношения в исходной латуни:  $\text{Cu (ат. \%): Zn (ат. \%)} = 60:40$ . Из табл. 3 видно, что в структуре на рис. 5, *а* присутствуют элементы, начиная от  $Z = 6$  (углерод) до

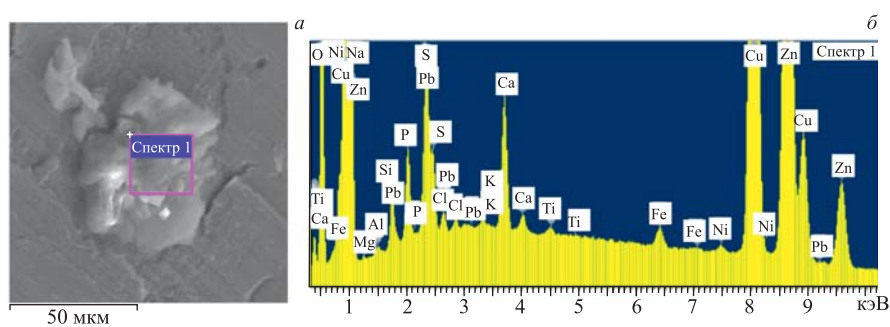


Рис. 5. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (*а*) и ХСРИ (*б*)



$Z = 22$  (титан), а также железо, никель и свинец. Отметим наличие азота, который должен находиться в химически связанном состоянии.

На рис. 6, *а* представлено СЭМ-изображение двух других структур на поверхности ЛВ, в выделенной обл. (спектр 2) которой выполнен РМЗА, а соответствующий ХСРИ представлен на рис. 6, *б*. В табл. 4 приведено распределение элементов в выделенной области на рис. 6, *а* и соответствующее ХСРИ-спектру на рис. 6, *б*.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка здесь составляет  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 62,17 : 37,83$ , что далеко от соотношения в исходной латуни:  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 60 : 40$ . Из табл. 4 видно, что структура на рис. 6, *а*, помимо легких элементов от углерода до кремния, содержит железо, никель, олово и свинец.

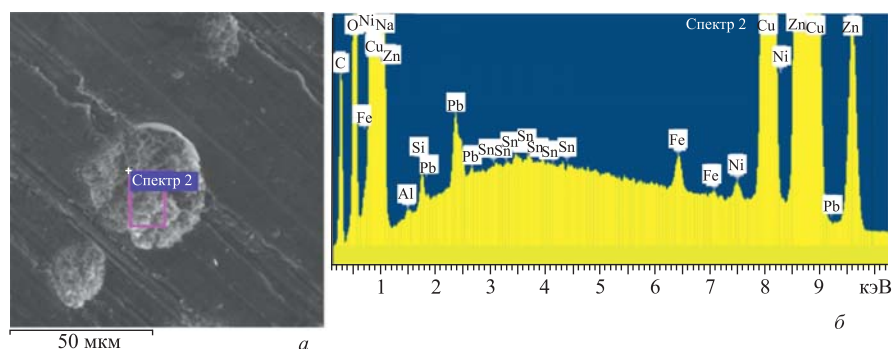


Рис. 6. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (*а*) и ХСРИ (*б*)

Таблица 4. Распределение элементов в выделенной области (спектр 2) на рис. 6, *а*

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	K	15,74	37,04
Кислород	K	18,31	32,34
Натрий	K	1,94	2,39
Алюминий	K	0,08	0,09
Кремний	K	0,28	0,28
Железо	K	0,20	0,10
Никель	K	0,14	0,07
Медь	K	38,59	17,16
Цинк	K	24,15	10,44
Олово	L	0,10	0,06
Свинец	L	0,46	0,06

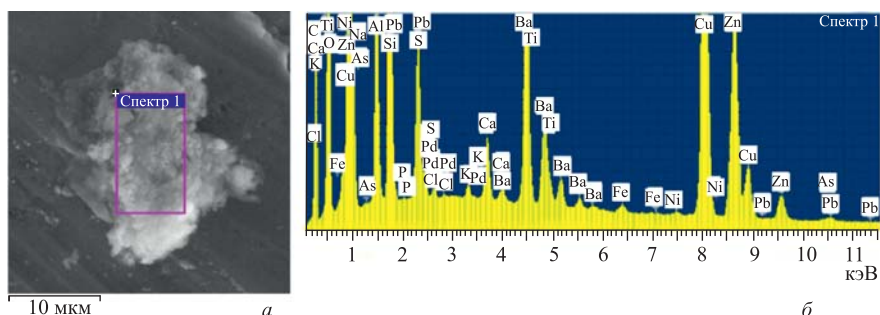


Рис. 7. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (а) и ХСРИ (б)

На рис. 7, а представлено СЭМ-изображение структуры рыхлого вида на поверхности ЛВ, в выделенной области (спектр 1) которой проведен РМЗА, а соответствующий ХСРИ представлен на рис. 7, б. В табл. 5 приведено распределение элементов в выделенной области на рис. 7, а и соответствующее ХСРИ-спектру на рис. 7, б.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $Cu(\text{ат. \%}) : Zn(\text{ат. \%}) = 61,13 : 38,87$ , что также отличается от соотношения в исходной латуни:  $Cu(\text{ат. \%}) : Zn(\text{ат. \%}) = 60 : 40$ . Отметим, что эта рыхлая

Таблица 5. Распределение элементов в выделенной области (спектр 1) на рис. 7, а

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	К	18,48	31,34
Кислород	К	38,98	49,64
Натрий	К	0,89	0,78
Алюминий	К	5,26	3,97
Кремний	К	6,88	4,99
Фосфор	К	0,02	0,01
Сера	К	2,27	1,44
Хлор	К	0,12	0,07
Калий	К	0,12	0,06
Кальций	К	0,63	0,32
Титан	К	0,76	0,32
Железо	К	0,15	0,05
Никель	К	0,07	0,03
Медь	К	11,48	3,68
Цинк	К	7,52	2,34
Мышьяк	К	0,09	0,02
Палладий	L	0,10	0,02
Барий	L	5,86	0,87
Свинец	L	0,33	0,03

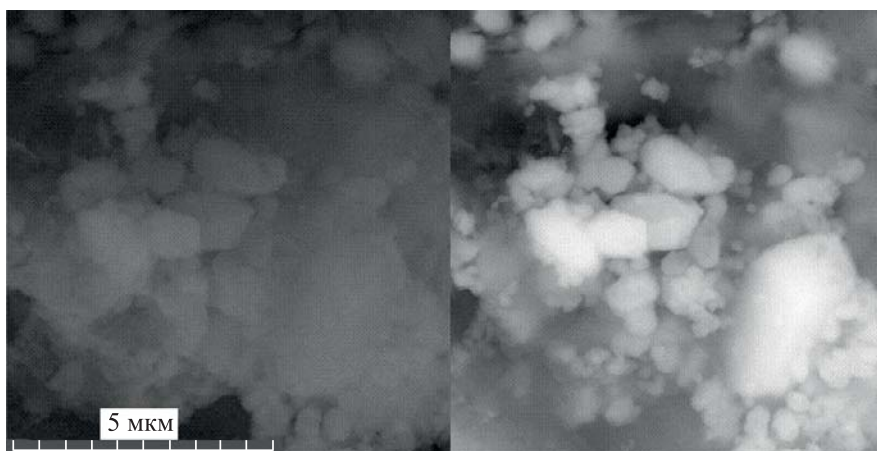


Рис. 8. Увеличенное СЭМ-изображение структуры на рис. 7, *a*

структура содержит новые элементы, которые отсутствовали в изученных ранее структурах, такие как мышьяк ( $Z = 33$ ), палладий ( $Z = 46$ ) и барий ( $Z = 56$ ). Особенно удивляет наличие бария, который более тяжелый элемент, чем присутствовавший в эксперименте палладий. Отметим высокие концентрации алюминия (3,97 ат. %) и кремния (4,99 ат. %). На рис. 8 представлены СЭМ-изображения в увеличенном масштабе структуры на рис. 7, *a* во вторичных (слева) и отраженных электронах (справа). Был дополнительно выполнен элементный анализ при сканировании по полосе вдоль рис. 8, распределения элементов приведены на рис. 9.

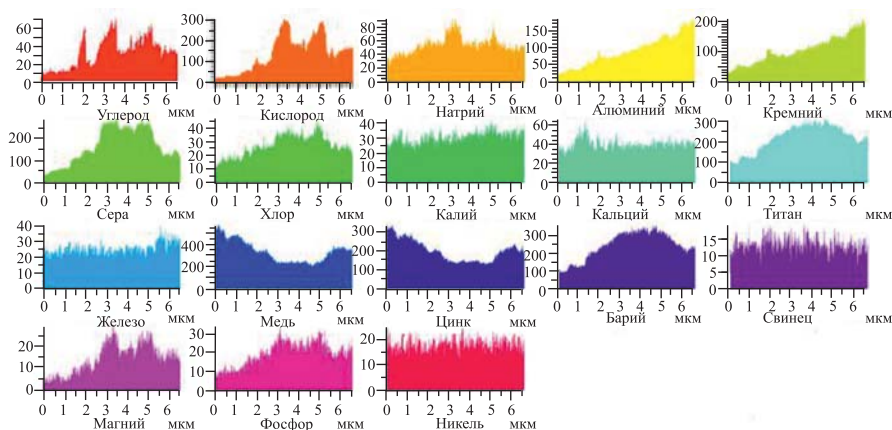


Рис. 9. Распределения элементов, полученные при проведении РМЗА при сканировании по полосе вдоль наиболее рыхлой части структуры

Как видно из рис. 9, часть структуры на рис. 8 состоит преимущественно из кислорода (до 300 отн. ед.), серы (до 250 отн. ед.), титана (до 300 отн. ед.) и бария (до 350 отн. ед.), включая углерод (до 60 отн. ед.), натрий (до 80 отн. ед.), хлор (до 40 отн. ед.), фосфор (до 35 отн. ед.) и магний (до 25 отн. ед.). Концентрации алюминия и кремния при сканировании по полосе изменяются линейно, не отражая структуру частицы. Все значения элементов взяты в максимумах их распределений, а концентрации меди и цинка в этих максимумах падают от значений 500 до 200 отн. ед. и от 300 до 120 отн. ед. соответственно.

На рис. 10, *а* представлено СЭМ-изображение двух структур на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на котором выполнен РМЗА, а соответствующие распределения элементов приведены на рис. 10, *б*.

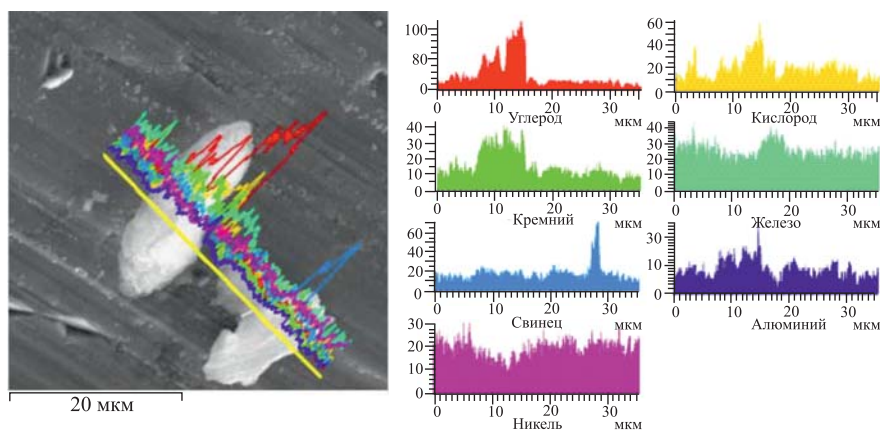


Рис. 10. СЭМ-изображение двух структур на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на котором выполнен РМЗА (*а*), и соответствующие распределения (*б*)

Как видно из рис. 10, *а*, структура слева состоит преимущественно из углерода (до 110 отн. ед.), кислорода (до 50 отн. ед.), кремния (до 40 отн. ед.), а структура справа содержит значительное количества свинца в виде пика (до 70 отн. ед.).

На рис. 11, *а* представлено СЭМ-изображение крупной частицы с размерами 425 мкм на 226 мкм, которая была обнаружена на резьбе втулки, а на рис. 11, *б* приведен ХСРИ примерно со всей площади структуры. В табл. 6 представлен элементный состав этой структуры.

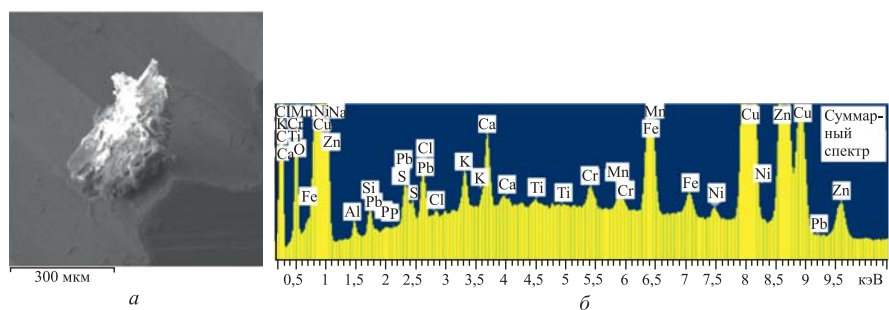


Рис. 11. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (а) и ХСРИ (б)

Таблица 6. Элементный состав структуры на рис. 11, а

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	K	47,89	72,66
Кислород	K	13,24	15,09
Натрий	K	1,53	1,22
Алюминий	K	0,22	0,15
Кремний	K	0,27	0,18
Фосфор	K	0,03	0,02
Сера	K	0,14	0,08
Хлор	K	0,38	0,20
Калий	K	0,26	0,12
Кальций	K	0,49	0,22
Титан	K	0,05	0,02
Хром	K	0,20	0,07
Марганец	K	0,13	0,04
Железо	K	2,01	0,65
Никель	K	0,19	0,06
Медь	K	23,60	6,77
Цинк	K	8,59	2,39
Свинец	L	0,77	0,07

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $\text{Cu (ат. \%)} : \text{Zn (ат. \%)} = 73,91 : 26,09$ , что далеко от соотношения в исходной латуни:  $\text{Cu (ат. \%)} : \text{Zn (ат. \%)} = 60 : 40$ . Как видно, данная структура имеет сложный элементный состав.

**Исследование поверхности второй половины разрезанной латунной втулки.** На рис. 12 приведено СЭМ-изображение внутренней поверхности ЛВ, покрытой крупными структурами (слева — во вторичных электронах, а справа — в отраженных). Можно сделать вывод, что эти структуры состоят из более легких элементов, чем ЛВ, т. е. меди и латуни.

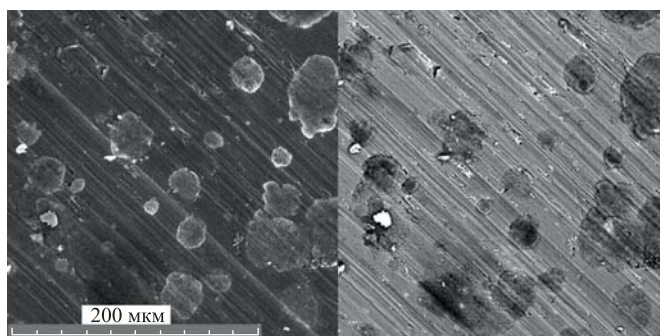


Рис. 12. СЭМ-изображение внутренней поверхности ЛВ

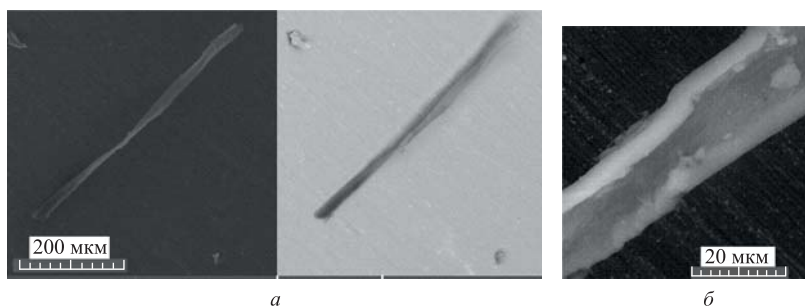


Рис. 13. СЭМ-изображение длинной структуры в виде половинки трубки (а), слева во вторичных, а справа в отраженных электронах, и увеличенное изображение этой структуры (б)

На рис. 13 представлено СЭМ-изображение длинной структуры в виде половинки не полностью свернувшейся трубки с длиной 510 мкм при ширине в максимуме 20,4 мкм, слева во вторичных, а справа в отраженных электронах (а), и увеличенное изображение этой структуры (б).

На рис. 14, *а* представлено СЭМ-изображение этой структуры на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на которой выполнен РМЗА, а соответствующие распределения элементов приведены на рис. 14, *б*.

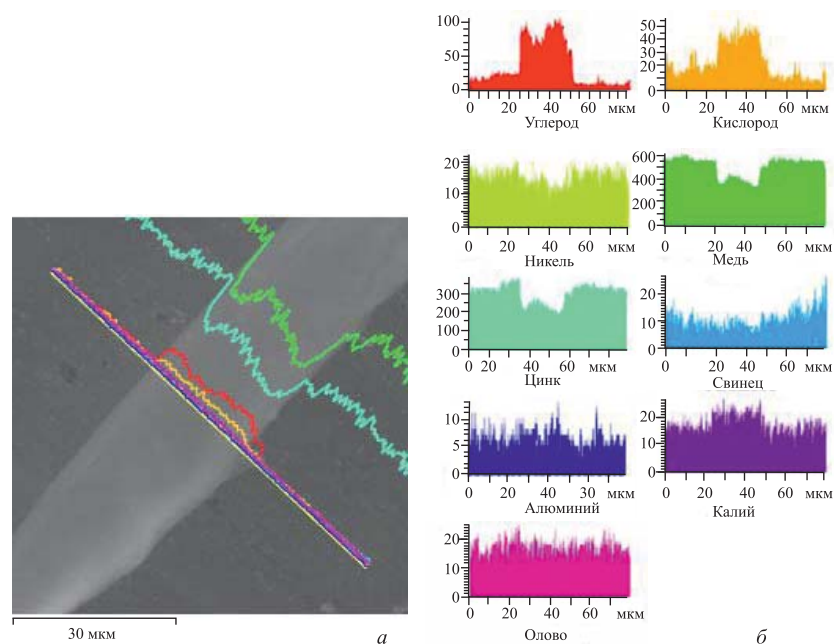


Рис. 14. СЭМ-изображение структур на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на котором выполнен РМЗА (*а*), и соответствующие распределения (*б*)

Как видно, структура состоит из углерода (до 100 отн. ед.), кислорода (до 50 отн. ед.) и калия (до 25 отн. ед.).

На рис. 15 приведено СЭМ-изображение структуры в виде «тора», слева во вторичных, а справа в отраженных электронах.

На рис. 16, *а* представлено СЭМ-изображение частицы в виде «тора», а на рис. 15, *б* — ХСРИ с выделенной площади. В табл. 7 приведен элементный состав этой структуры.

Соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $\text{Cu (ат. \%)} : \text{Zn (ат. \%)} = 51,85 : 48,15$ , что далеко от соотношения в исходной латуни:  $\text{Cu (ат. \%)} : \text{Zn (ат. \%)} = 60 : 40$ . Можно сделать вывод, что ввиду крайне низких процентных концентраций меди и цинка данная структура состоит преимущественно из углерода и кислорода, но следует также учитывать, что в нее может входить и водород.



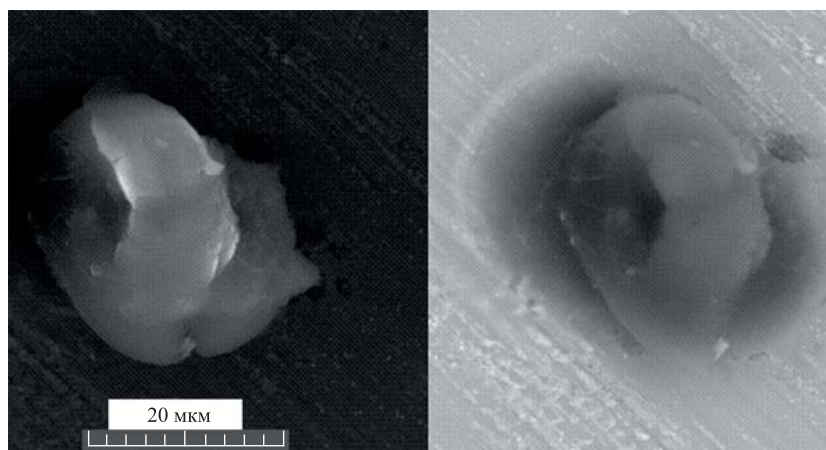


Рис. 15. СЭМ-изображение структуры в виде «тора» слева во вторичных, а справа в отраженных электронах

**Таблица 7. Элементный состав структуры на рис. 16, а**

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	К	48,77	61,78
Кислород	К	35,02	33,30
Натрий	К	1,88	1,25
Магний	К	0,14	0,09
Алюминий	К	0,20	0,11
Кремний	К	0,30	0,16
Фосфор	К	0,04	0,02
Хлор	К	0,35	0,15
Калий	К	0,15	0,06
Кальций	К	0,15	0,06
Железо	К	0,06	0,02
Никель	К	0,04	0,01
Медь	К	6,44	1,54
Цинк	К	6,15	1,43
Свинец	L	0,32	0,02



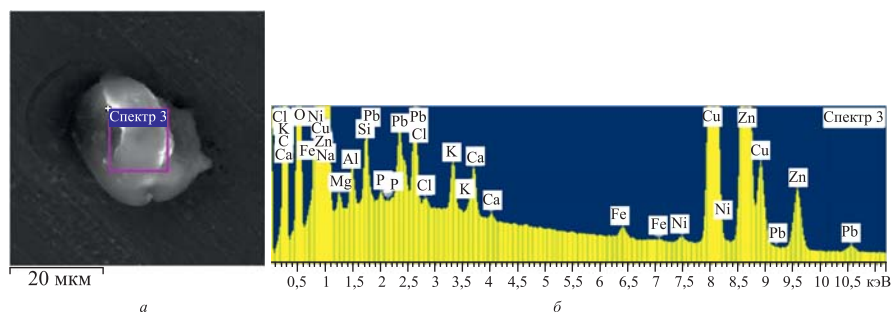


Рис. 16. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (а) и ХСРИ (б)

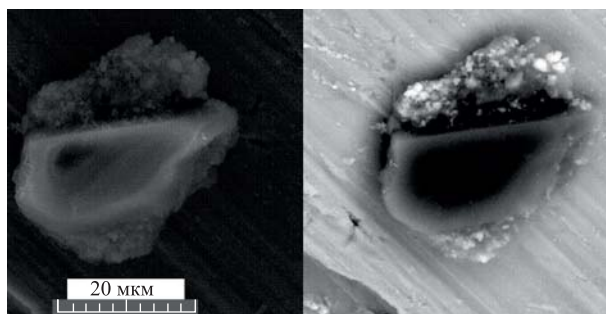


Рис. 17. СЭМ-изображение структуры в виде плотной частицы и более мелких вкраплений, слева во вторичных, а справа в отраженных электронах

На рис. 17 приведено СЭМ-изображение структуры в виде плотной частицы и более мелких вкраплений, слева во вторичных, а справа в отраженных электронах.

В отраженных электронах (справа на рис. 17, а) светлые частицы имеют больший порядковый номер элементов, чем более темные. Поэтому светлые частицы сверху и снизу плотной частицы должны иметь порядковый номер элемента больше, чем порядковые номера подложки из меди и цинка.

На рис. 18, а представлено СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на котором выполнен РМЗА, а соответствующие распределения элементов приведены на рис. 18, б.

Из распределений на рис. 18, б можно сделать вывод о том, что плотная центральная частица состоит из: кремния (до 800 отн. ед.), кислорода (до 400 отн. ед.) и магния (до 50 отн. ед.), а светлые мелкие частицы сверху

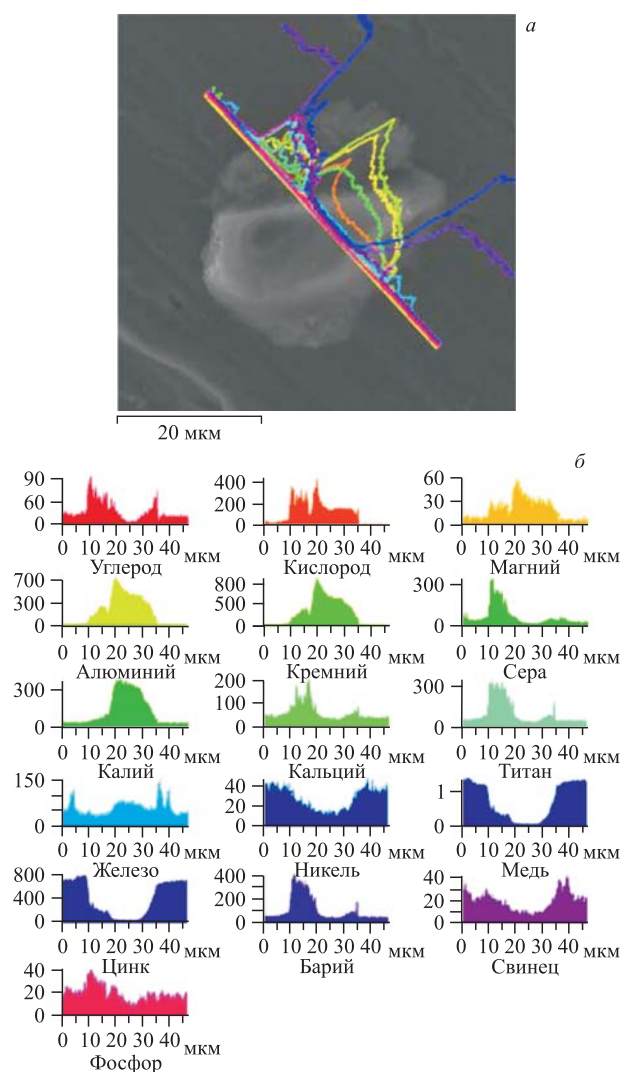


Рис. 18. СЭМ-изображение структур на поверхности ЛВ, вдоль выделенной полосы на котором выполнен РМЗА (а), и соответствующие распределения (б)

и снизу от центральной частицы из: бария (до 400 отн. ед.), свинца (до 40 отн. ед.), железа (до 120 отн. ед.), титана (до 300 отн. ед.), серы (до 300 отн. ед.), углерода (до 90 отн. ед.) и фосфора (до 40 отн. ед.).

На рис. 19 представлен суммарный ХСРИ, соответствующий элементному составу при сканировании РМЗА по полосе на рис. 18, а в табл. 8 приведены концентрации элементов.

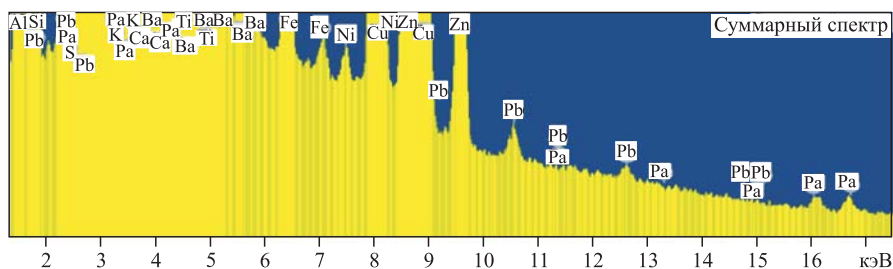


Рис. 19. Суммарный ХСРИ, соответствующий РМЗА по полосе на рис. 18 а

Таблица 8. Элементный состав структуры на рис.18,а

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	К	18,14	35,01
Кислород	К	25,69	37,22
Магний	К	0,47	0,45
Алюминий	К	7,23	6,21
Кремний	К	7,31	6,03
Сера	К	0,79	0,57
Калий	К	1,55	0,92
Кальций	К	0,33	0,19
Титан	К	0,29	0,14
Железо	К	0,63	0,26
Никель	К	0,09	0,03
Медь	К	20,94	7,64
Цинк	К	13,80	4,89
Барий	L	2,21	0,37
Свинец	L	0,48	0,05
Протактиний	M	0,05	0,00

Из табл. 8 видно, что структура содержит значительные количества алюминия (6,21 ат. %), кремния (6,03 ат. %), бария (2,21 вес. %), свинца (0,48 вес. %). Наиболее удивительный факт — обнаружение протактиния. Но это, скорее всего, ошибка измерений.

Здесь соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $Cu(ат. \%):Zn(ат. \%) = 60,97:39,03$ , что близко к соотношению для исходной лагуны:  $Cu(ат. \%):Zn(ат. \%) = 60:40$ .

На рис. 20 приведено СЭМ-изображение разветвленной структуры на поверхности ЛВ, напоминающей трубку с покрывающими ее образованиями (слева — во вторичных, а справа в отраженных электронах).

На рис. 21,а приведен участок этой структуры с выделенной областью, в которой был сделан РМЗА, на рис. 21,б — соответствующий ХСРИ, а в табл. 9 представлены концентрации элементов.

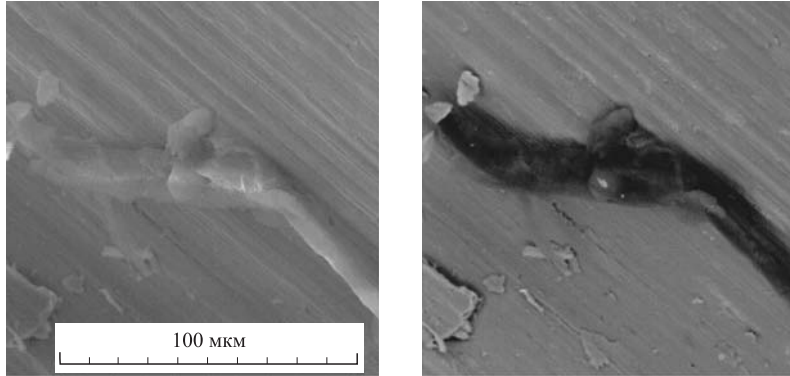


Рис. 20. СЭМ-изображение разветвленной структуры на поверхности ЛВ, слева во вторичных, а справа в отраженных электронах

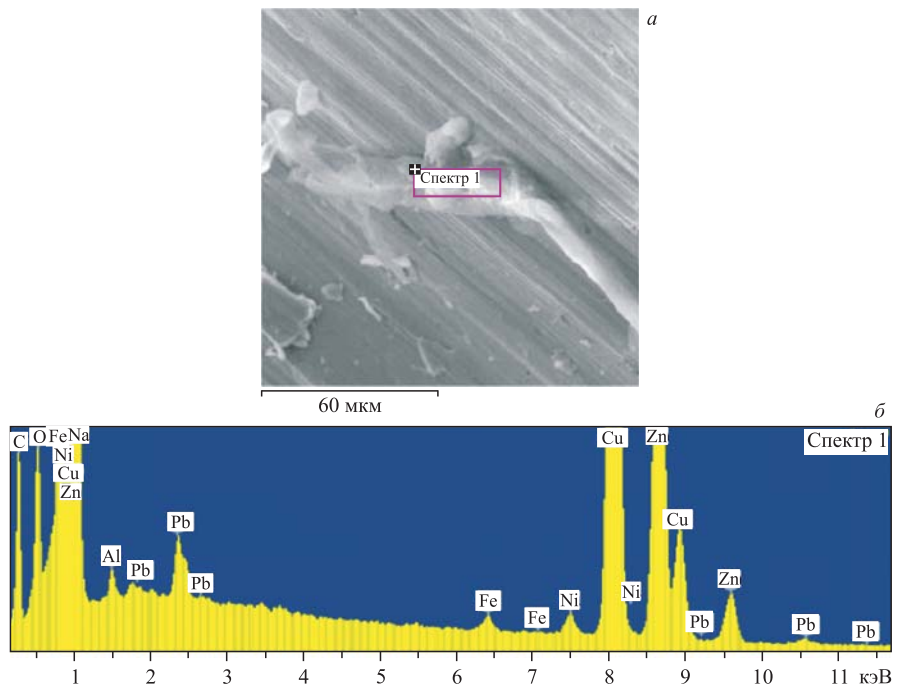


Рис. 21. СЭМ-изображение структуры на поверхности ЛВ (а) и ХСРИ (б)

Таблица 9. Концентрации элементов, измеренные РМЗА в выделенной области (спектр 1)

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	К	33,98	59,08
Кислород	К	15,80	20,62
Натрий	К	6,48	5,88
Алюминий	К	0,68	0,53
Железо	К	0,21	0,08
Никель	К	0,43	0,15
Медь	К	25,51	8,38
Цинк	К	16,33	5,21
Свинец	L	0,57	0,06

Здесь соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 60,66 : 38,34$ , что очень близко к соотношению в исходной латуни:  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 60 : 40$ . Как видно, структура содержит много углерода (59,08 ат. %), кислорода (20,62 ат. %) и натрия (5,88 ат. %) и, возможно, водород.

На рис. 22 приведен ХСРИ, измеренный РМЗА на срезе ЛВ, и в табл. 10 представлены соответствующие концентрации элементов.

Как видно из табл. 10, соотношение относительных концентраций меди и цинка составляет  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 62,08 : 37,92$ , что сильно отличается от аналогичного соотношения в исходной латуни:  $Cu \text{ (ат. \%)} : Zn \text{ (ат. \%)} = 60 : 40$ .

Чтобы убедиться в отсутствии свинца в исходной латуни, из которой была изготовлена ЛВ, образец латуни был распилен тем же способом, что и латунная втулка (см. рис. 22 и табл. 10), и на разрезе был проведен РМЗА,

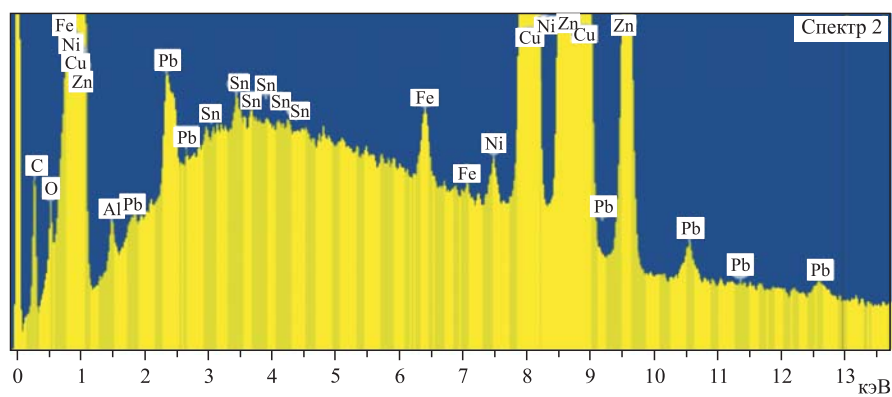


Рис. 22. ХСРИ, измеренный на срезе латунной втулки

который показал полное отсутствие свинца даже в минимальном количестве (см. ХСРИ на рис. 23 и элементный состав в табл. 11).

**Таблица 10. Элементный состав на поверхности среза ЛВ**

Элемент	Серия	C, вес. %	C, ат. %
Углерод	К	9,29	34,63
Кислород	К	1,13	3,16
Алюминий	К	0,35	0,57
Железо	К	0,25	0,20
Никель	К	0,21	0,16
Медь	К	53,69	37,84
Цинк	К	33,73	23,11
Олово	L	0,22	0,08
Свинец	L	1,14	0,25

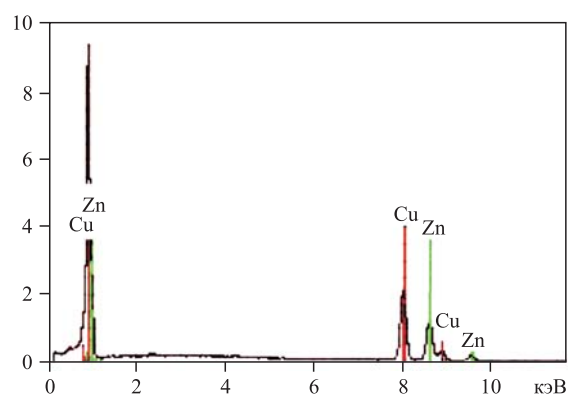


Рис. 23. ХСРИ, измеренный на исходной латуни, из которой изготовлена ЛВ

**Таблица 11. Элементный состав на поверхности среза ЛВ**

Элемент	Z	Серия	(C ± ΔC) вес. %	C ат. %
Медь	29	К	58,92 ± 3,06	59,61
Цинк	30	К	41,08 ± 2,26	40,39

Даже если предположить присутствие свинца в исходной латуни в очень малом количестве, при котором чувствительности РМЗА не хватает для его

обнаружения, и то, что в процессе облучения происходит кластеризация примесных атомов свинца, то можно показать, что подобная кластеризация за счет процессов активационной диффузии невозможна согласно законам Фика [2–4].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе изучены элементный состав и структура поверхности относительно крупной синтезированной частицы (с размерами 1,5 мм на 0,75 мм) и проведено сравнение ее химического состава и оптических свойств с двумя синтезированными частицами, которые описаны в [3].

Все три синтезированные частицы являются диэлектриками, а по данным рентгеноструктурного анализа — это аморфные структуры со сложным углеводородным составом, который отсутствует в соответствующих справочных библиотеках по РА. Окончательные результаты РА будут представлены в отдельной статье. Фотографии этих частиц, полученные с использованием специального приспособления для макросъемки на фотоаппарате, позволили установить, что эти частицы прозрачные (см. рис. 1, *a, б*).

РМЗА показал, что синтезированная частица (см. рис. 1, рис. 2 и табл. 1) состоит преимущественно из углерода (16,20 ат. %), кислорода (64,10 ат. %) и азота (15,88 ат. %), а также в ней присутствуют натрий (0,64 ат. %), магний, алюминий, кремний, фосфор, сера (0,52 ат. %), хлор (0,60 ат. %), калий (0,40 ат. %) и кальций (1,09 ат. %). А две описанные в [19] частицы содержат углерод (41,07 ат. % и 17,40 ат. %), кислород (58,53 ат. % и 77,35 ат. %), натрий (1,75 ат. %), алюминий, кремний, фосфор, хлор (1,88 ат. %), калий (0,78 ат. %) и кальций (0,52 ат. %) (см. рис. 3, 4 и табл. 2). Можно сделать вывод, что элементный состав этих трех частиц очень похож, хотя есть и отличия, например, наличие значительного количества азота в частице описываемого в данной работе эксперимента.

На внутренних поверхностях латунной втулки, имевших контакт с водородом, обнаружены относительно крупные образования (см. рис. 5, *a, б, a, 7, a, 10, a, 11, a, 15, a, 16, a, 17, 18, a*) со сложными составами. Например, структура на рис. 5, *a* содержит углерод — 62,07 ат. %, азот — 4,85 ат. %, кислород — 23,22 ат. % и элементы от натрия до кальция, а также титан, железо, никель и свинец (1,66 вес. %). Следует отметить, что в некоторых структурах помимо отмеченных выше элементов присутствуют: олово (см. рис. 6, *a*, табл. 4), барий — 5,86 вес. % (см. рис. 7, *a*, табл. 5) и 2,21 вес. % (см. рис. 18, *a*, табл. 8). На поверхности ЛС обнаружены протяженные трубки (см. рис. 13, 14, *a* и 19, 20, *a*) с содержанием углерода 59,08 ат. %, кислорода 20,62 ат. %, натрия 5,88 ат. %, а также свинца 0,57 вес. % (см. рис. 20, *a*, табл. 9). Встре-

чаются структуры кольцевого типа с содержанием углерода 61,78 ат. % и кислорода 33,30 ат. % с сопутствующими элементами от натрия до кальция, а также с железом, никелем и свинцом (см. рис. 16, а, табл. 7). На срезе ЛС обнаружен свинец — 1,14 вес. % и олово — 0,22 вес. % вместе с углеродом — 34,63 ат. %, кислородом — 3,16 ат. % и алюминием — 0,57 ат. % (рис. 21, табл. 10).

Следует отметить, что в целом обнаруженные в данной работе структуры и частицы и их элементный состав подтверждают результаты, полученные при исследовании элементов камеры ННРС с давлением водорода 1 кбар при облучении  $\gamma$ -квантами [2, 3].

Снижение давления молекулярного водорода в два раза и его количества в камере ННРС в данном эксперименте по сравнению с предыдущим [2, 3] уменьшило как количество образовавшихся объектов, так и их разнообразие (см., например, структуры на основе свинца в работе [3]).

Возможные модельные подходы на основе ядерных реакций слияния (восходящие реакции) и деления (нисходящие реакции) с учетом возможных вкладов от атомных процессов рассеяния  $\gamma$ -квантов на атомах мишени для объяснения полученных результатов представлены в работах [2–4].

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

## ЛИТЕРАТУРА

1. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Синтез новых структур на поверхности Pd-стержня и элементов ННРС и их химический состав при ядерных реакциях под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с пороговой энергией 10 МэВ в молекулярном водороде при давлении 0,5 кбар. Препринт ОИЯИ Р15-2014-6. Дубна, 2014. 33 с.
2. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Синтез микрочастиц в молекулярном водороде при давлении 1 кбар при ядерных реакциях под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с пороговой энергией 10 МэВ. Химический состав и структуры на внутренних поверхностях компонент камеры высокого давления. Препринт ОИЯИ Р15-2014-2. Дубна, 2014. 43 с.
3. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Синтез микрочастиц в молекулярном водороде при давлении 1 кбар при ядерных реакциях под действием тормозных  $\gamma$ -квантов



с пороговой энергией 10 МэВ. Химический состав синтезированных частиц и структур на поверхности реакционной камеры. Препринт ОИЯИ Р15-2014-3. Дубна, 2014. 42 с.

4. Дидык А. Ю., Вишневский Р. Изменения структуры и элементного состава Pd стержня и сборника продуктов реакций, облученных 10 МэВ-ными тормозными  $\gamma$ -квантами в молекулярном водороде при давлении 2,5 кбар. Препринт ОИЯИ Р15-2013-80. Дубна, 2013. 32 с.; Письма в ЭЧАЯ. 2014 (в печати).

Получено 30 января 2014 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 14.03.2014.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 1,6. Уч.-изд. л. 2,0. Тираж 225 экз. Заказ № 58207.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований  
141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6.

E-mail: [publish@jinr.ru](mailto:publish@jinr.ru)

[www.jinr.ru/publish/](http://www.jinr.ru/publish/)