

УДК 621

Исследование продуктов электровзрыва титановых фольг с помощью электронного микроскопа

В. М. Доровской

ИЯР, РНЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия

Л. А. Елесин, В. Л. Столяров

ИРТМ, РНЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия

А. В. Стеблевский

Институт общей и неорганической химии РАН, Москва, Россия

Л. И. Уруцкоев, Д. В. Филиппов

ГНУП РЭКОМ, РНЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия

Представлены результаты исследований остатков титановой фольги после электровзрыва, проведенных с помощью сканирующего электронного микроскопа DSM-960. С использованием приставки Микроспек-2 был проведен количественный анализ химического содержания осадка. Обнаружено, что часть титанового осадка представляет собой пустотелые шарики. Исследованы распределение диаметров шариков и их элементный состав в зависимости от условий эксперимента. Приведены оценки давления газа в шариках, а также результаты масс-спектрометрического анализа остаточного газа.

Пик интереса к экспериментам по электровзрыву проводников пришелся на 60—70-е годы прошлого века [1—3]. Последовавшая с конца 70-х годов масштабная "глобализация" физики плазмы, связанная со строительством больших установок, таких как "Токомак", "Ангара-5" и т. д., привела к естественному оттоку ученых от "настольной" физики. В результате исследования по электровзрыву проводников из физических лабораторий академических институтов перешли в область так называемых сугубо прикладных исследований [4] или в научные лаборатории университетов [5]. В последние годы интерес к взрывающимся проволочкам опять возрос [6, 7] в связи с программами работ по созданию интенсивных источников мягкого рентгеновского излучения.

Из ранних работ по электровзрыву проволочек в воде [8, 9] известно, что при достаточном энерговкладе при разрушении проволочки образуются твердые частицы сферической формы. Однако ни в одной из упомянутых работ не проводился элементный анализ остатков фольги после электровзрыва. В настоящей работе приведены результаты элементного анализа твердых частиц, образующихся в результате электровзрыва титановой фольги. В ходе исследований было установлено, что элементный состав образовавшихся частиц заметно отличается от элементного состава исходной фольги. Авторы настоящей работы связывают этот факт с низкоэнергетической трансформацией ядер химических элементов [10].

Экспериментальные результаты по наблюдению низкоэнергетической трансформации ядер химических элементов в макроскопических масштабах ($\sim 10^{19}$ — 10^{20} ядер) при электровзрыве металлической фольги в жидкостях были опубликованы в [11]. В экспериментах по электровзрыву титановой фольги наблюдается трансформация Ti^{48} в целый "спектр" химических элементов,

что приводит к заметному искажению ($\sim 10\%$) изотопного состава остатков титана. Результаты оказались столь неожиданными, что потребовалась проверка изложенных в [11] экспериментальных фактов. Группа В. Д. Кузнецова (ОИЯИ г. Дубна), осуществив проверочные эксперименты [12], получила результаты, аналогичные [11]. В дополнение к использованным в [11] методикам определения элементного состава и изотопных соотношений ими была применена методика γ -активационного анализа, что позволило выявить ряд более тонких закономерностей.

Описание экспериментальной установки и методик

В экспериментах использовались две конденсаторные батареи емкостью по $C = 1,5 \cdot 10^{-3}$ Ф каждая. Одна батарея заряжалась до напряжения +4,8 кВ, а вторая — до $U = -4,8$ кВ относительно потенциала "земли". В качестве коммутаторов были использованы два разрядника тригatronного типа. Разброс по времени срабатывания разрядников составлял, как правило, не более $\pm 30 \cdot 10^{-6}$ с. Каждая батарея срабатывала на собственную нагрузку (рис. 1), которой служила титановая фольга. Масса титановой фольги (нагрузки) в экспериментах $m = 0,18 \pm 0,01$ г. На рис. 1 схематически представлена одна из двух взрывных камер.

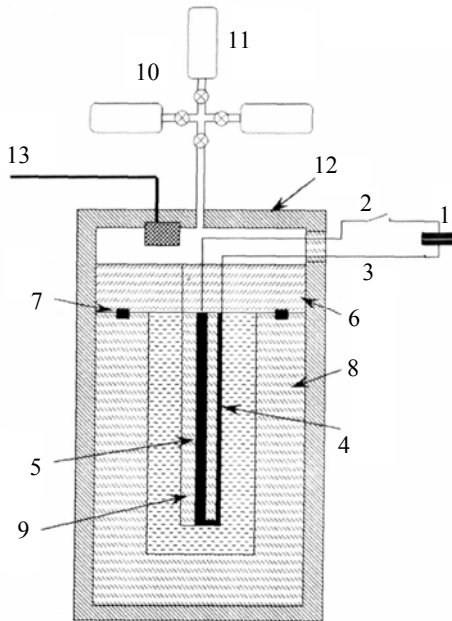


Рис. 1. Схема экспериментальной установки:

- 1 — конденсаторная батарея; 2 — разрядник; 3 — кабель;
 4 — фольга; 5 — электрод; 6 — полиэтиленовая крышка;
 7 — уплотнение; 8 — взрывная камера; 9 — жидкость;
 10 — вентили; 11 — баллоны; 12 — корпус из нержавеющей стали;
 13 — датчик давления

Для исследования структуры осадков и их химического состава применяли цифровой растровый электронный микроскоп DSM-960, оснащенный приставкой Микроспек-2, предназначенной для проведения количественного рентгеновского дифракционно-дисперсного микроанализа состава образца, начиная с углерода с точностью $\pm 0,01\%$ и чувствительностью $0,001\%$. Все измерения проводили при одинаковых условиях, т. е. при ускоряющем напряжении 20 кВ и угле наклона $\theta = 0^\circ$ по отношению к падающему пучку. Увеличение варьировалось в интервале $\times 500$ — 2000 раз. Полученные результаты рассчитывали на компьютере по программе Frame Z. A. F. Correction Program Version X1.00 © Copyright Microspec Corporation 1987, 1988.

Образцы проб осадков для исследования готовили следующим образом. Осадок в водянном растворе помещали в ультразвуковую ванну УЗДН-0,25 и облучали ультразвуком в течение 15 с , при этом проходил процесс размешивания осадка. Далее проводили повторное облучение в течение 15 с , и в это время пипеткой отбирали каплю взвеси примерно 3 — 4 мг , которую помещали на алюминиевую полированную пластину, расположенную в эксикаторе, где каплю высушивали при комнатной температуре. Полученный таким образом образец помещали в камеру электронного микроскопа DSM-960, где проводили исследования содержания элементов от Ti до U.

Образец шарика из пробы—осадка выбирали тонким пинцетом под оптическим микроскопом МБС-2 при увеличении $\times 50$. Выбранный шарик приклеивали к держателю образцов с помощью токопроводящего клея Dotite. Образец исходной фольги также приклеивали к держателю токопроводящим клеем.

Ввиду того, что пробы для исследования либо приклеивали к держателю, либо просто помещали на металлический держатель, из анализируемых элементов были исключены химические элементы, входящие в материал подложки или клея, т. е. алюминий, серебро.

Результаты исследований

В настоящей работе представлены результаты только тех экспериментов по электровзрыву, в качестве электрической нагрузки служила титановая фольга, а в качестве диэлектрической среды использовался дистиллят. В ряде экспериментов в дистиллят добавлялось от $0,15$ до 10% тяжелой воды (D_2O). Пробоотбор и подготовка пробы после электровзрыва осуществлялись по методике, описанной выше.

По структуре исследованные образцы представляют собой серое губчатое вещество с высоким содержанием сферических и несферических частиц диаметром от долей микрона до $\sim 1\text{ мкм}$. Типичная электронно-микроскопическая фотография осадка—пробы представлена на рис. 2. Для описываемой серии экспериментов структура осадков всех проб практически одинакова. Отличие состоит лишь в количестве, размере и преимущественной форме частиц, содержащихся в пробе. Количество частиц в пробе, их размер и форма зависят от условий эксперимента, т. е. от массы нагрузки и величины тока, прошедшего за время импульса.

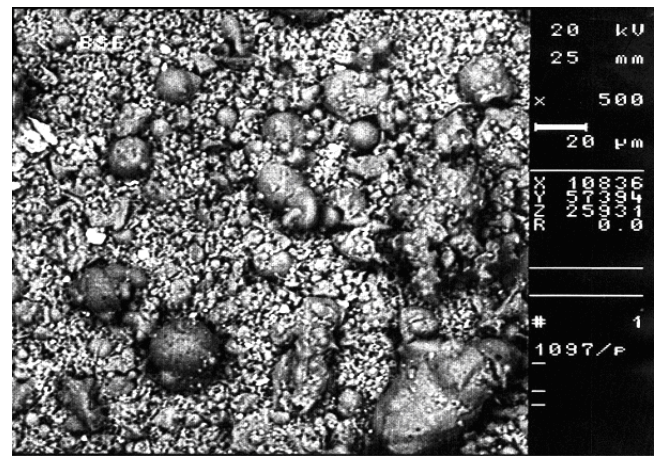


Рис. 2. Типичная электронно-микроскопическая фотография осадка (увеличение $\times 500$)

Типичное распределение частиц по диаметру представлено на рис. 3. Построение гистограммы количества частиц в зависимости от их диаметра проводили с помощью измерителя и бинокулярной лупы при увеличении $\times 10$ по фотографиям, заснятым при увеличении электронного микроскопа $\times 1000$. Надо отметить, что точность таких измерений невысока, и полученные данные могут служить только как ориентировочные. Из рис. 3 видно, что основная масса частиц имеет размер порядка нескольких микрон. Однако, как уже отмечалось выше, в пробах встречаются частицы размером $\approx 10\text{ мкм}$ и даже сотен микрон.

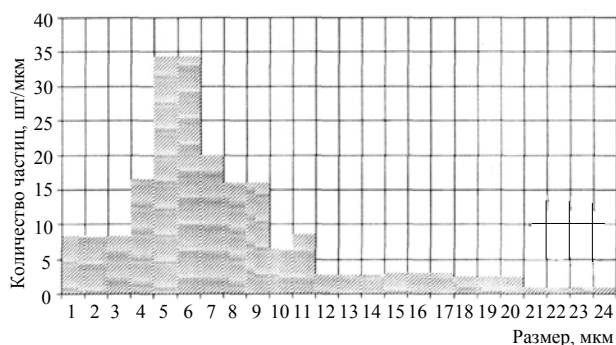


Рис. 3. Распределение частиц по размерам

Некоторые крупные частицы имели сетку трещин на внешней поверхности. Поэтому была осуществлена попытка разрушить отдельные крупные сферические частицы механически. Для этого отдельные крупные шарики под оптическим микроскопом при увеличении $\times 200$ разрушали простым нажатием специально заточенного пинцета на внешнюю поверхность.

На рис. 4 представлена электронно-микроскопическая фотография отдельно взятой сферической частицы (шарика), из которой видно, что сферические частицы имеют довольно правильную форму, близкую к сфере и полую внутри. Сферический вид отдельных частиц характерен для всех исследованных нами осадков, отличием служили размеры этих частиц и толщина стенок.

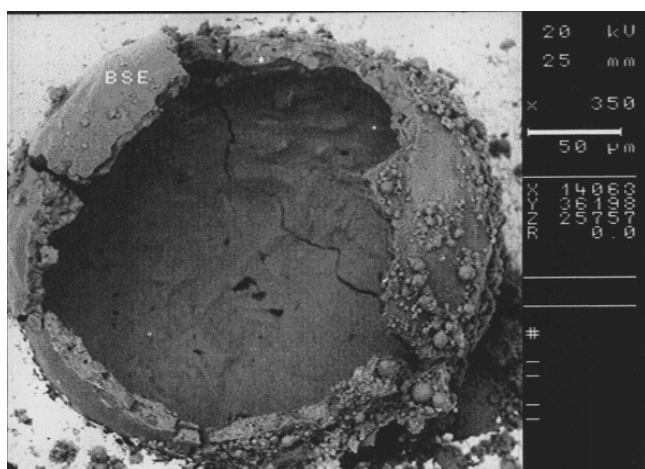


Рис. 4. Электронно-микроскопическая фотография отдельно взятой сферической частицы (проба № 597 в режиме обратнорассеянных электронов; увеличение $\times 350$)

Толщина стенки частицы, представленной на рис. 4, около 10 мкм. На внешней поверхности сферы видны более мелкие сферические частицы, которые "приклеились" к большой частице. Внутренняя поверхность поллой частицы довольно гладкая, но в ней имеются трещины. По характеру излома стенки поллой сферы можно сказать, что разрушение было хрупким, т. е. сферические частицы довольно хрупкие.

Как показали дальнейшие исследования разрушенных частиц, они представляют собой тонкостенные оболочки. Толщина стенки оболочки имела размер 1—10 мкм. В зависимости от условий эксперимента внутри этих оболочек наблюдали более мелкие частицы разме-

ром от 1 мкм до размера чуть меньшего, чем размер основной частицы. В первом случае мелкие частицы находились как бы в ячейках, во втором случае более мелкие частицы стремились разрушить оболочку и выйти наружу, при этом они искажали внешнюю поверхность оболочки, образуя вздутия.

У заметного количества частиц наблюдались множественные круглые отверстия диаметром до нескольких микрон, которые образовывались при выходе газов из внутренней области частиц наружу. На рис. 5 представлена частица неправильной формы, на поверхности которой отчетливо видны отверстия и трещины.

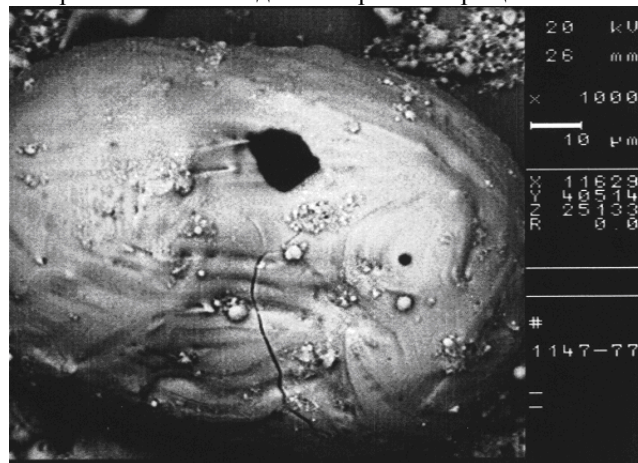


Рис. 5. Электронно-микроскопическая фотография отдельно взятой частицы неправильной формы (проба № 1147; увеличение $\times 1000$)

Результаты микрорентгеноспектрального анализа

При микрорентгеноспектральном анализе проб было обнаружено, что химический состав примесей в значительной мере неоднороден и находится в зависимости от формы и размера частиц. Для описания этой зависимости частицы пробы были условно разделены на следующие группы:

- *губчатая составляющая*: почти однородная масса, содержащая мелкие (до 2 мкм) частицы как правильной, так и неправильной формы;
- *частицы неправильной формы*;
- *частицы правильной формы*: частицы, округлой формы, близкой к сферической.

Конечно, подобное деление является достаточно условным, однако статистическая обработка результатов измерений показала обоснованность такой классификации. Распределение примесей зависело не только от размеров и формы частиц, но и от условий эксперимента. В качестве общих тенденций можно обратить внимание на следующее:

- в *губчатой составляющей* максимальное содержание легких примесей: Na, K, Si, а также Fe и Ni, которые являются основными примесями исходной фольги, отсутствуют Au и As, а содержание Pb — минимальное;
- в *полых частицах сферической формы* максимальное содержание тяжелых примесей (Au, As и Pb);

• в *частицах неправильной формы* часто фиксируется максимальное содержание Co и меньшее по сравнению с частицами правильной формы количество примесей тяжелых элементов.

В табл. 1 приведены результаты микрорентгеноспектрального анализа одного из экспериментов: элементный состав исходной фольги, выполненный для 12 химических элементов, состав частицы, расположенной в середине фотографии на рис. 6. Следует отметить, что по поверхности элементный состав частиц меняется незначительно. В последних двух колонках табл. 1 приведены результаты усредненного элементного состава, сделанного для выборки из десятка частиц сферической и частиц неправильной формы.

Таблица 1

Результаты микрорентгеноспектрального анализа (мас. %; ошибка ±0,01, предел обнаружения 0,001)

Элемент	Исходная фольга	Частица из рис. 6	Частицы неправильной формы	Частицы сферической формы
O		39,73	46,653	40,589
Ti	99,2	59,4	52,4	58,4
V	0,51	0,45	0,49	0,44
Cr	0,017	0,02	0,02	0
Fe	0,164	0,08	0,24	0,18
Co	0,059	0,03	0,001	0,015
Ni	0,027	0,02	0,016	0,03
Cu	0,02	0,04	0,12	0,03
As	0,00	0,06	0,04	0,055
Sb	0,00	0,06	0,01	0,005
Au	0,00	0,04	0,006	0,25
Pb	0,00	0,07	0,004	0,006

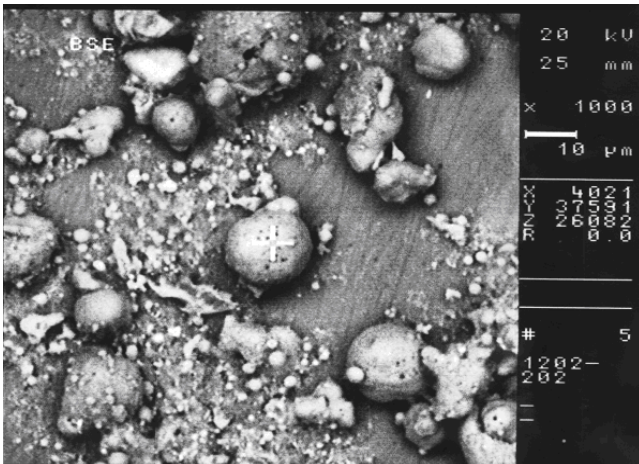


Рис. 6. Электронно-микроскопическая фотография отдельно взятой частицы (проба № 1202; увеличение x1000)

Можно предположить, что если изменение состава примесей является результатом низкоэнергетической ядерной трансформации, то этот процесс происходит именно в некоторых клас-терах, а внутренняя полость "шариков" формируется в результате появляющихся газов.

Анализ газов, содержащихся в частицах

Из рис. 4 и 5 видно, что образующиеся "шарики" являются внутри полыми. Можно предположить, что при образовании таких шаров происходит их "раздувание" газом изнутри. Возможны два механизма раздувания:

- *горячий*, при котором давление внутреннего газа компенсируется поверхностным натяжением расплавленной оболочки;
- *холодный*, при котором давление газа компенсируется упругими силами оболочки.

Несложно оценить давление газа внутри шарика и количество молекул. Заметим, что две модели раздувания качественно дают одинаковые зависимости избыточного давления от радиуса шара.

Для *горячего* процесса несложно записать оценку [13]

$$P_L = 4 \frac{\alpha}{R}, \tag{1}$$

где P_L — давление газа;
 α — коэффициент поверхностного натяжения;
 R — радиус шара.

Для титана температура плавления $T_{sm} = 1881$ К; α (2000 К) = 1,5 Дж/м². Из (1) и уравнения состояния несложно оценить количество молекул газа в шаре

$$N = \frac{16}{3} \pi \frac{1}{k} \frac{R^2 \alpha}{T},$$

где k — постоянная Больцмана;
 T — температура.

Для шарика размером ~100 мкм количество атомов составляет ~10¹³.

Для *холодного* процесса [14]

$$P = \frac{\sigma_{max} h}{R}, \tag{2}$$

где σ_{max} — предельное напряжение материала шара (предел текучести);
 h — толщина стенки шара.

Для титана $\sigma_{max} \sim 10^8$ Дж/м³, т. е. числитель в (2) для шарика толщиной 1 мкм равен ~100, что на порядок больше, чем в оценке (1). Получаемое в этом приближении количество молекул газа составляет ~10¹⁴⁻¹⁵ молекул/частицу.

Полученные оценки позволили надеяться на экспериментальное измерение количественного и качественного состава газа, содержащегося в получаемых частицах ("шариках"). Для этой цели после электровзрыва отобранная проба помещалась под оптический микроскоп, с помощью специального ситечка отбирались те частицы, которые плавали на поверхности жидкости, так как именно такие частицы и являются полыми. Затем полученная проба высушивалась при комнатной температуре.

Для исследования состава газа на базе квадрупольного газового масс-спектрометра [10] была собрана

экспериментальная установка, схема которой изображена на рис. 7.

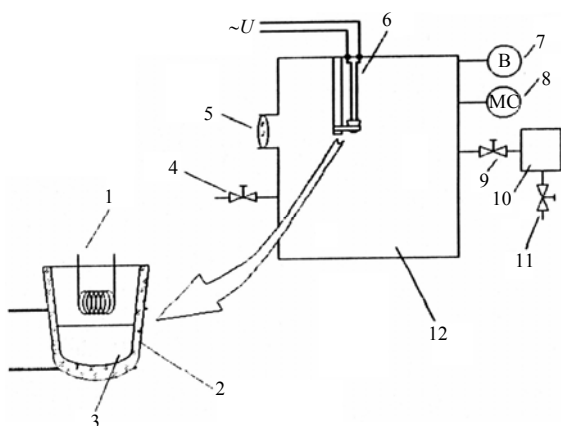


Рис. 7. Схема экспериментальной установки для исследования состава газа:

- 1 — нагреватель; 2 — тигель; 3 — исследуемый материал;
4, 11 — вентили вакуумной откачки; 5 — окно;
6 — токоподводы; 7 — вакуумметр; 8 — масс-спектрометр;
9 — вентиль перепускной; 10 — накопительный объем;
12 — испытательный объем

Установка обладает следующими свойствами.

Собственное газовыделение испытательного объема пренебрежимо мало. Объем оснащен токопроводами, оптическим окном для дистанционного измерения температуры образца, ионизационным вакуумным масс-спектрометром, вакуум-метрическими преобразователями, вентилем вакуумной откачки, присоединенным через перепускной вентиль накопительного объема с собственной системой вакуумной откачки.

Специально для данного эксперимента собрано устройство нагрева образца. Оно включает тигель из жаропрочной керамики, держатель и нагреватель. Держатель и нагреватель изготовлены из вольфрамовой проволоки

диаметром 0,7 мм. Нагреватель имеет форму цилиндрической спирали из 10 витков диаметром 5 и шагом 0,5 мм.

Исследуемый порошок заполняет тигель примерно на треть, спираль полностью опущена в тигель на расстояние около 3 мм от поверхности порошка. Верхняя поверхность нагревателя (спирали) видна в оптическое окно.

Измерения проводили по следующей процедуре. Фоновый эксперимент был предназначен для измерения абсолютного количества примесей, содержащихся в вакуумной системе и самом тигле, а также химического состава их примесей. В испытательный объем (73 л) помещался тигель без порошка. Объем без предварительного прогрева в течение 15 ч откачивался до давления $2 \cdot 10^{-7}$ Торр. Откачка перекрывалась. Измерялось фоновое газовыделение. Оно составляло $2 \cdot 10^{-6}$ л·Торр/с. Включался нагреватель. Мощность нагревателя составляла 320 Вт, температура свечения нагревателя превышала 1600°C . Давление в течение 5 мин выросло до величины $5 \cdot 10^{-3}$ Торр и стабилизировалось. Нагрев выключался, давление не менялось, после чего газ из испытательного объема перепускался в откаченный накопительный объем. Испытательный объем откачивался до фонового давления, и в него дозированно перепускался накопленный газ из накопительного объема для масс-спектрометрического анализа. Затем для набора статистики операция повторялась. Результаты масс-анализа показаны в табл. 2.

1. После электровзрыва титановой фольги в воде в осадке обнаружены сферические полые частицы, заполненные H_2 . В некоторых частицах давление водорода столь велико, что приводит к разрушению последних.

2. Обращает на себя внимание факт отсутствия O_2 (кислорода) в пустотелых частицах.

Таблица 2

Состав газа, выделившегося из исходной фольги и порошкового осадка

Показатель	Количество молекул $\text{H}_2/\text{г}$	Состав, %/частица				
		H_2	H_2O	CO	CO_2	Другое
Фон	—	—	5	20	20	10
Фольга	10^{19}	23	24	24	26	3
Порошок	$5 \cdot 10^{20}$	75	20	5	—	—

Измерение состава газа, содержащегося в пробе: в тигель засыпали часть исследуемого порошка $\sim 0,3$ г, после чего тигель тщательно взвешивали с точностью не хуже $\pm 0,1$ %. После этого тигель помещали в измерительный объем и очень медленно откачивали во избежание ударной волны и выброса порошка из тигля. Далее осуществлялась процедура нагрева, описанная выше. Но в отличие от фоновых измерений давление выделившегося газа в накопительном объеме стабилизировалось на уровне 0,2 Торр, а его состав определялся водородом.

После откачки измерительного объема тигель с порошком нагревали второй раз. Мощность нагревателя была поднята до 750 Вт. При максимальной мощности нагревателя давление выросло до величины всего $5 \cdot 10^{-3}$ Торр. Выделение водорода отсутствовало.

Далее точно такую же процедуру проводили для следующей порции порошка. Результаты измерений усреднялись. Выделившееся количество водорода составило $4,6 \pm 0,9 \cdot 10^{20}$ молекул H_2 на грамм порошка.

По аналогичной процедуре были проведены измерения газосодержания исходной титановой фольги. Давление в накопительном объеме после нагрева тигля составило $P \sim 2,5 \cdot 10^{-3}$ Торр, или $4,5 \cdot 10^{19}$ атомов на 1 г фольги (см. табл. 2).

Таким образом, количество водорода, первоначально содержащегося в исходной фольге, составило 10^{19} молекул H_2 на 1 г фольги, что в ~ 50 раз меньше, чем в исследуемом порошке.

Анализ результатов измерений качественного состава и количества газовых примесей позволяет утверждать, что входящие в состав газовыделения являются в основ-

ном поверхностными и приповерхностными (но не объемными) примесями, а газ, содержащийся в исследуемом порошке, на ~95 % состоит из водорода.

Выводы

Несмотря на то что результаты, представленные в настоящей работе, носят в основном качественный характер, тем не менее, на наш взгляд, можно сделать определенные выводы.

3. Зарегистрировано неоднородное содержание примесей Ti по различным топологическим фрагментам пробы.

4. В сферических частицах обнаружено наличие тяжелых примесей (Pb, Au, As, Sb), отсутствовавших в исходной фольге.

5. Замечена зависимость процентного содержания примесей от формы частиц.

6. Из-за ограничения объема настоящей статьи в ней не приведены результаты масс-спектрометрических анализов Ti. В работах [10—12] подробно описаны методики измерений изотопных соотношений Ti и приведены результаты измерений для опытов с аналогичными параметрами (ток, напряжение, масса фольги и т. д.). На основании обнаруженных изотопных искажений Ti (в сторону обеднения Ti^{48}) можно предположить, что появление тяжелых примесей связано с низкоэнергетической трансформацией ядер Ti^{48} .

С. В. Петрушко, В. Л. Шевченко за помощь в проведении экспериментов, а А. А. Рухадзе за постоянное внимание и поддержку работы.

Л и т е р а т у р а

1. Чейс В. Г.// УФН. 1965. Т. 85. С. 381.
2. Взрывающиеся проволочки/ Ред. А. А. Рухадзе — М.: ИЛ, 1963.
3. Электрический взрыв проводников/ Ред. А. А. Рухадзе, И. С. Шпигель. — М.: Мир, 1965.
4. Наугольных К. А., Рой Н. А. Электрические разряды в воде. — М.: Наука, 1971.
5. Мартынюк М. М. Фазовые переходы при импульсном нагреве. — М.: УДН, 1999.
6. Воробьев В. С., Мальшенко С. П.// ЖЭТФ. 1997. Т. 111. № 6. С. 2016.
7. Гуськов С. Ю., Иваненков Г. В., Минкалеев А. Р., Пикус С. А., Хаммер Д., Шелковенко Т. А.// Письма в ЖЭТФ. 1998. Т. 67. № 8. С. 531.
8. Кварцхалава И. Ф., Плотто А. А., Чернов А. А., Бондаренко В. В.// ЖЭТФ. 1956. Т.30. № 1. С. 42.
9. Лебедев С. В.// Там же. 1957. Т. 32. № 2. С. 199.
10. Уруцкоев Л. И., Филиппов Д. В.// ПФ. 2004. № 2. С. 30.
11. Уруцкоев Л. И., Ликсонов В. И., Циноев В. Г.// Там же. 2000. № 4. С. 83.
12. Kunznetsov V. D., Mishinsky G. V., Penkov F. M., Arbutov F. M., Zhemenuk V. I.// Ann. Fond. Louis de Broglie. 2003. V. 28. № 2. P. 173
13. Гегузин Я. Е. Пузыри. — М.: Наука, 1985. С. 25.
14. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Теоретическая физика. Т. VII. Теория упругости. — М.: Физматлит, 2001. С. 34.

Статья поступила в редакцию 16 июня 2005 г.

Авторы выражают благодарность

А. А. Гуляеву, А. П. Говоруну,

Research of yields of an electrical explosion of titanium foils by an electron microscope

V. M. Dorovskoj

INR, Kurchatov Institute — Russian Scientific Center, Moscow, Russia

L. A. Elesin, V. L. Stoliarov

IRTМ, Kurchatov Institute — Russian Scientific Center, Moscow, Russia

A. V. Steblevskij

Institute for General and Inorganic Chemistry, Moscow, Russia

L. I. Urutskoev, D. V. Filippov

REKOM, Kurchatov Institute — Russian Scientific Center, Moscow, Russia

The results of researches of the rests of a titanic foil after the electric explosion, carried out with the help of scanning electronic microscope DSM-960 are submitted in the paper. The quantitative analysis of the sediment chemical contents has been carried out with using the attachment Microspec-2. The received qualitative result is: the part of a titanic sediment represents the hollow balls. Distribution of diameters of balls and their element structure is investigated depending on conditions of experiment. Estimations of gas pressure in balls and results of mass spectrometry analysis of residual gas are given also.