

P15-2015-33

А. Ю. Дидык\*, Р. Вишнеvский<sup>1,\*\*</sup>, В. А. Семин

СИНТЕЗ МИКРОЧАСТИЦ В ГЕЛИИ  
ПРИ ДАВЛЕНИИ 2,4 кбар  
С ПАЛЛАДИЕВЫМ СТЕРЖНЕМ ВНУТРИ **HeHPC**,  
ОБЛУЧЕННОЙ ТОРМОЗНЫМИ  $\gamma$ -КВАНТАМИ  
С МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИЕЙ 10 МэВ

Направлено в журнал «Письма в ЭЧАЯ»

---

<sup>1</sup> Варшавский политехнический университет, Варшава

\* E-mail: didyk@jinr.ru

\*\* E-mail: roland.wisniewski@gmail.com

Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Семин В. А.

P15-2015-33

Синтез микрочастиц в гелии при давлении 2,4 кбар с палладиевым стержнем внутри HeHPC, облученной тормозными  $\gamma$ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ

Камера высокого давления гелия (HeHPC) (2,4 кбар) с палладиевым стержнем внутри была облучена тормозными  $\gamma$ -квантами с энергией до 10 МэВ в течение  $\approx 3,5 \cdot 10^5$  с. При вскрытии камеры из нее высыпалось более 10 частиц размерами около 1 мм, а на поверхности входного окна (ВО) было обнаружено множество объектов с элементным составом от азота до бария. Внешняя поверхность ВО покрылась зеленовато-желтоватым налетом сложного состава.

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

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2015

Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Semin V. A.

P15-2015-33

The Synthesis of Microparticles in Helium at a Pressure of 2.4 kbar with a Palladium Rod inside HeHPC under Irradiation by Braking  $\gamma$ -Rays with a Maximum Energy of 10 MeV

A helium high-pressure chamber (2.4 kbar) with a palladium rod inside was exposed to braking  $\gamma$ -rays with energies up to 10 MeV during  $\approx 3.5 \cdot 10^5$  s. With the opening of the chamber, more than 10 particles with the size of about 1 mm spilled out, and on the surface of the entrance window (EW) a set of objects with the element composition from nitrogen to barium were found. The outer surfaces of EW were covered with a greenish-yellowish patina of complex composition.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2015

## ВВЕДЕНИЕ

В пионерском цикле работ [1–8] впервые были изучены процессы образования новых элементов и синтеза структур в плотном дейтерии (камера ДНРС) с находящимся внутри палладиевым стержнем при различных давлениях. И впервые были выявлены значительные аномалии в элементных составах обнаруженных структур.

Синтез микрочастиц и структур с вновь полученными химическими составами в водороде (1 кбар) под действием тормозных  $\gamma$ -квантов (10 МэВ) был изучен в [9, 10].

Результаты исследований влияния облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ камеры высокого давления со спектрально-чистым гелием (HeНРС) при давлении 1,1 кбар представлены в [11–14]. Были обнаружены углеродные фольги со стержнями сложного химического состава, ориентированными как вдоль, так и торчащими из поверхности фольг, и другие синтезированные объекты на внутренних поверхностях камеры.

В [15] приведены результаты изучения эффектов образования новых химических элементов и структур в ядерных реакциях в потоках тормозных  $\gamma$ -квантов (10 МэВ) при давлении 3,05 кбар. Условия облучения (длительность, набранный интеграл тока за время облучения и другие параметры эксперимента) такие же, как в [11–14], полученные при этом результаты в общем похожи на данные в [11–14], но эффекты несколько меньше.

Данные по исследованию процессов синтеза новых частиц и структур из образовавшихся новых элементов в плотном водороде при давлении 0,5 кбар с палладиевым стержнем внутри (камера ННРС) также при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с энергией до 10 МэВ приведены в [16, 17].

Результаты исследований воздействия  $\gamma$ -квантов с энергией до 10 МэВ на плотный водород (2,5 кбар) с палладиевым стержнем приведены в [18].

В [19–21] описаны данные, полученные при исследовании ННРС, в которой палладиевый стержень в плотном водороде (3,5 кбар) был заменен на стержень из олова и которая была облучена  $\gamma$ -квантами (10 МэВ). Наряду с другими аномалиями, было обнаружено, что вся внешняя поверхность оловянного стержня покрылась образованиями, состоящими из кремния с углеродом и кислородом.

В ближайшее время будут опубликованы статьи с данными по облучению  $\gamma$ -квантами (с энергией до 10 МэВ): а) ННРС при давлении водорода 3,4 кбар;

- б) ННРС с цинковым стержнем внутри при давлении водорода 3,5 кбар;  
в) ДНРС при давлении дейтерия 2,2 кбар.

В продолжение исследований, выполненных со спектрально-чистым гелием при давлениях 1,1 и 3,05 кбар, без металлических образцов внутри, исключая внутренние стенки НеНРС, представляется целесообразным провести исследования, как и в экспериментах с дейтерием (ДНРС) и водородом (ННРС), с размещением внутри НеНРС образца палладия или другого чистого металла [22, 23].

Феноменологическое описание ядерных реакций деления и синтеза соответственно представлено в [12, 18, 19, 21, 24, 25].

Целью настоящей работы явилось изучение изменений элементного состава в образующихся структурах при облучении спектрально-чистого гелия с палладиевым стержнем внутри НеНРС при давлении 2,4 кбар.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Схематически камера высокого давления гелия (НеНРС) представлена на рис. 1.

Как видно из рисунка, во внутренней реакционной камере диаметром 8 мм из меди (99,99 %) был расположен образец — стержень из особо чистого палладия (менее 50 ppm примесей) (поз. 2) с исходной массой 0,7484 г при длине 5 мм и диаметре 3,99 мм (расчетное значение массы 0,751467 г), закрепленный по центру камеры в двухстороннем специальном держателе. Держатель представлял собой две втулки с внутренним диаметром 4 мм (поз. 4) из меди (99,99 %). Во внутренней реакционной камере находился помимо цилиндрического образца палладия (поз. 2) сборник продуктов реакций (СПР, поз. 3), который также был изготовлен из меди. Входное окно (поз. 1), как

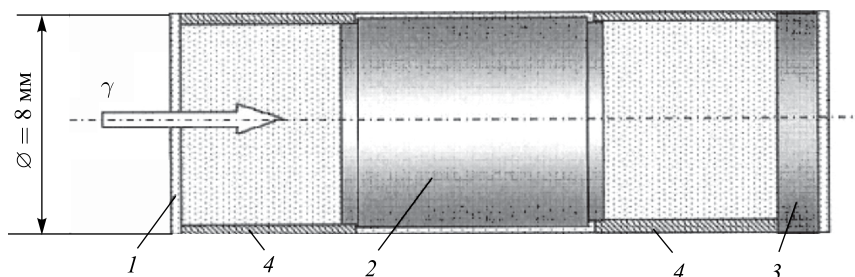


Рис. 1. Схема реакционной камеры, заполненной гелием, с образцом Pd: 1 — входное окно; 2 — Pd-стержень; 3 — сборник продуктов реакций; 4 — две втулки. Между поверхностями входного окна и сборника продуктов реакций находился гелий при давлении 2,4 кбар

и ранее, было изготовлено из бериллиевой бронзы (ББ). НеНРС была заполнена по ранее описанной методике, т. е. путем очистки рабочего газа с помощью трехкратного повторения следующей операции: наполнение НеНРС спектрально-чистым гелием до давления 150 бар и последующий сброс давления до атмосферного. Степень очистки газа составляет  $(1/150)^3 = 2,96 \cdot 10^{-7}$ .

Исходное давление гелия внутри реакционной камеры — 2,4 кбар. При таком давлении массовая плотность гелия приблизительно равна  $0,149 \text{ г} \cdot \text{см}^{-3}$ , а атомная плотность гелия —  $2,228 \cdot 10^{22} \text{ ат. Не} \cdot \text{см}^{-3}$  [10].

Энергия электронов при облучении НеНРС на ускорителе МТ-25 Лаборатории ядерных реакций им. Г. Н. Флерова составляла  $E_e \cong 10 \text{ МэВ}$ , а ток пучка варьировался в пределах 17–24 мкА.

Для получения тормозных  $\gamma$ -квантов использовалась вольфрамовая мишень толщиной 1,0 мм, за которой располагался поглотитель электронов из алюминия толщиной 25 мм. Температура защитной оболочки НеНРС в стационарном режиме при облучении достигала  $104^\circ\text{C}$ . Облучение НеНРС было проведено с перерывами до одного месяца с контролем давления внутри камеры в течение всего времени. В общей сложности время облучения составило 96 ч, т. е.  $\approx 3,5 \cdot 10^5 \text{ с}$ . Странным образом давление в НеНРС за все время облучения и перерыва между облучениями не только не уменьшалось, но даже несколько подросло.

При открывании НеНРС из нее высыпалось 13 частиц темного цвета. Все они были исследованы методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и рентгеновского микронзондового анализа (РМЗА). Результаты представлены ниже.

## ИССЛЕДОВАНИЯ ВХОДНОГО ОКНА ИЗ БЕРИЛЛИЕВОЙ БРОНЗЫ

На рис. 2 представлены изображения боковой поверхности входного окна из бериллиевой бронзы (ВО-ББ) (а) с выделением областей ВО1–ВО4 (б), в которых были проведены РЭМ и РМЗА. Отметим, что области ВО1 и ВО2 покрылись с одной стороны толстым видимым слоем зеленовато-желтоватого цвета.

Как видно из рис. 2, а, вся поверхность резьбы в ВО1 и большая часть гладкой поверхности в ВО2 покрыты толстым слоем зеленовато-желтоватого цвета. В ВО3 визуально не заметно особых изменений, а резьба в ВО4 забита мелкими частичками. РМЗА проводился во всех четырех областях ВО1–ВО4.

Отметим, что сброс давления от оставшегося в НеНРС около 2,2 кбар до атмосферного осуществлялся через ВО, поэтому мощный поток гелия мог вынести в место расположения ВО частицы, которые были слабо связаны с поверхностью реакционной камеры.

На рис. 3, а приведено РЭМ-изображение участка поверхности в области ВО1, в т. 5 и 6 (вся площадь изображения) которой был проведен РМЗА,

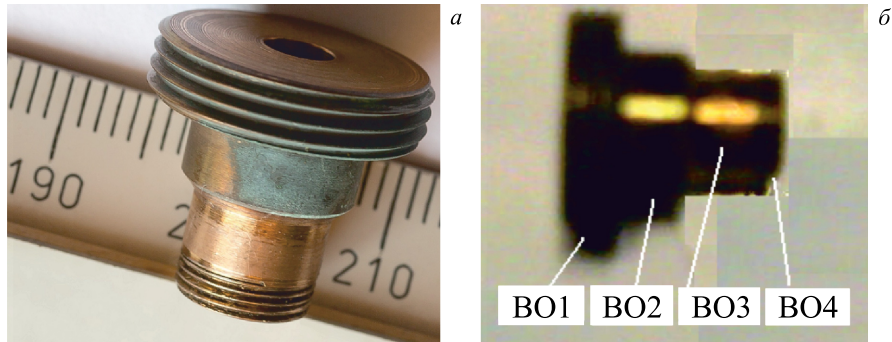


Рис. 2. Оптическое изображение боковой поверхности ВО-ББ (а) с выделением областей ВО1–ВО4 (б), в которых были проведены РЭМ и РМЗА

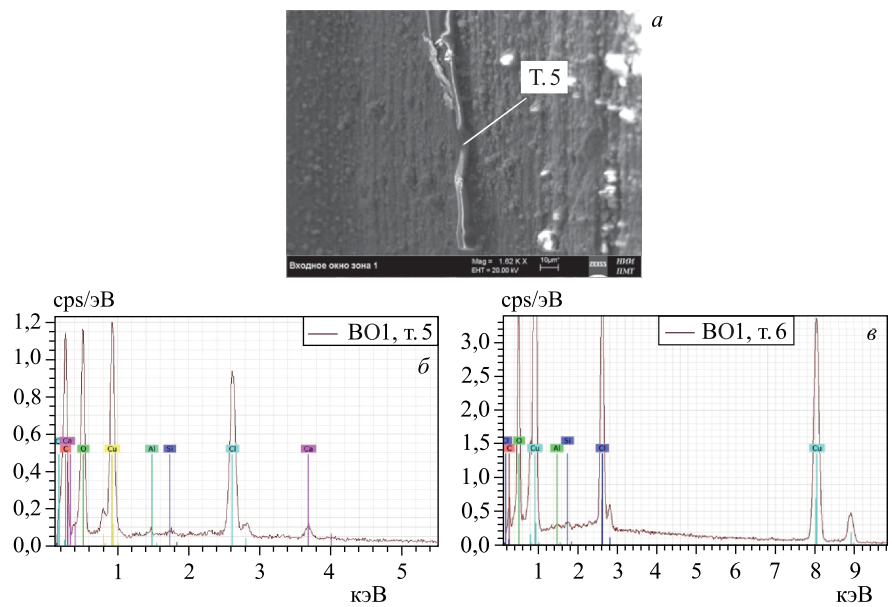


Рис. 3. РЭМ-изображение участка поверхности в области ВО1, в т. 5 и 6 (вся площадь изображения) был проведен РМЗА (а), и соответствующие спектры (б и в)

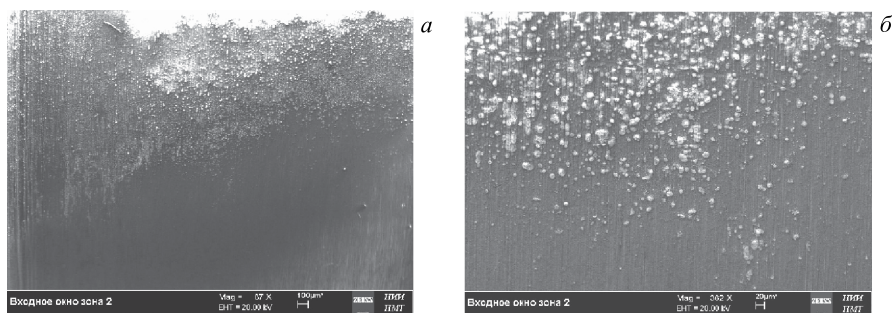
а соответствующие спектры представлены на рис. б и в. При РМЗА на диэлектрической нити (рис. 3, а в т. 5) эта нить прогорела. В табл. 1 представлен элементный состав в т. 5 и 6.

**Таблица 1. Элементный состав в области ВО1 с зеленовато-желтоватым покрытием в т. 5 и 6 (вся площадь изображения) на рис. 3, а**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 5		Т. 6	
Углерод	К	42,92 ± 6,12	57,42	12,58 ± 2,43	28,67
Кислород	К	35,56 ± 5,00	35,71	24,02 ± 3,42	41,08
Магний	К	0,15 ± 0,04	0,10	—	—
Алюминий	К	0,16 ± 0,04	0,09	0,08 ± 0,03	0,08
Кремний	К	0,10 ± 0,03	0,06	0,15 ± 0,04	0,14
Сера	К	0,11 ± 0,03	0,05	0,14 ± 0,03	0,12
Фосфор	К	—	—	0,03 ± 0,03	0,03
Хлор	К	5,87 ± 0,23	2,66	8,08 ± 0,32	6,24
Кальций	К	0,52 ± 0,05	0,21	—	—
Кобальт	К	—	—	0,12 ± 0,04	0,06
Медь	К	14,62 ± 0,46	3,70	54,81 ± 1,62	23,60

Как видно из таблицы, концентрации углерода (57,42 и 28,67 ат. %), кислорода (35,71 и 41,08 ат. %), а также хлора ( $5,87 \pm 0,23$  и  $8,08 \pm 0,32$  вес. %) весьма высоки. А основной элемент ВО — медь — проявляется слабо, так как концентрации 3,70 и 23,60 ат. % относительно невелики. Следовательно, зеленовато-желтоватое покрытие обусловлено наличием оксида меди и, возможно, хлорида меди.

На рис. 4, а приведена переходная зона в ВО2 на «гладком» участке от поверхности без «зелени» (внизу) при увеличении  $\times 87$  к области, покрытой «зеленью» (вверху), а на рис. 4, б при увеличении  $\times 362$  — поверхность, покрытая множественными частицами, которые и обуславливают зеленовато-желтоватый цвет покрытия.



**Рис. 4. РЭМ-изображения части поверхности в области ВО2 с различными множественными структурами при увеличениях  $\times 87$  (а) и  $\times 362$  (б)**

На рис. 5, *a* представлена «гладкая» поверхность с «зеленью» в области ВО2 с малым увеличением ( $\times 322$ ), на рис. 5, *б* — с большим увеличением ( $\times 1950$ ), на рис. 5, *в* и *г* — спектры в т. 1 и 2 соответственно. В табл. 2 дан элементный состав в этих точках.

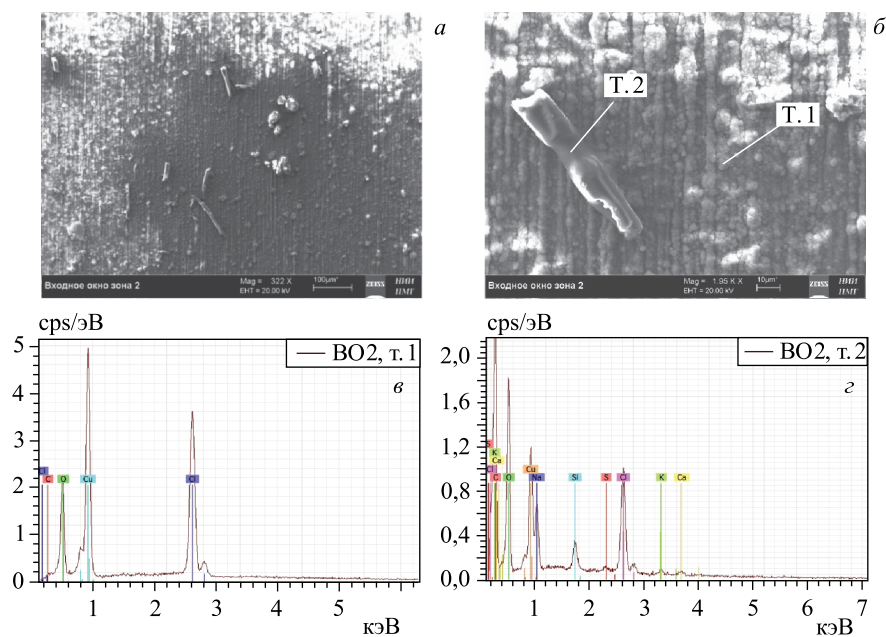


Рис. 5. РЭМ-изображения частей поверхности в области ВО2 с РМЗА в т. 1 и 2 (*a*, *б*) и спектры (*в* и *г*). Структура в т. 2 ужалась при РМЗА

**Таблица 2. Элементный состав в области ВО2 с зеленовато-желтоватым покрытием в т. 1 и 2 на рис. 5, *б***

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	
		T. 1	C, ат. %	T. 2	C, ат. %
Углерод	K	$6,72 \pm 1,51$	16,75	$35,79 \pm 4,56$	48,57
Кислород	K	$24,82 \pm 3,34$	46,42	$41,10 \pm 4,90$	42,90
Натрий	K	—	—	$3,06 \pm 0,21$	2,17
Кремний	K	$0,07 \pm 0,03$	0,08	$0,91 \pm 0,06$	0,53
Сера	K	—	—	$0,13 \pm 0,03$	0,07
Хлор	K	$12,16 \pm 0,44$	10,27	$4,92 \pm 0,17$	2,26
Калий	K	—	—	$0,51 \pm 0,05$	0,21
Кальций	K	—	—	$0,43 \pm 0,05$	0,17
Кобальт	K	$0,15 \pm 0,04$	0,08	—	—
Медь	K	$56,07 \pm 1,56$	26,40	$12,15 \pm 0,36$	3,12



Как видно из таблицы, концентрации углерода (16,75 и 48,57 ат. %), кислорода (46,42 и 42,90 ат. %), а также хлора (10,27 и 2,26 ат. %) весьма высоки. Концентрации меди невелики: 26,40 и 3,12 ат. %. Следовательно, зеленовато-желтоватое покрытие, возможно, обусловлено наличием оксида меди и соединения хлора.

На рис. 6, *a–в* представлены три области: с «гладкой» поверхностью, с «зеленью», с различными структурами в VO<sub>2</sub>. РМЗА проведен в т. 3 (рис. 6, *a*) и т. 4 (рис. 6, *в*). В табл. 3 показан соответствующий элементный состав.

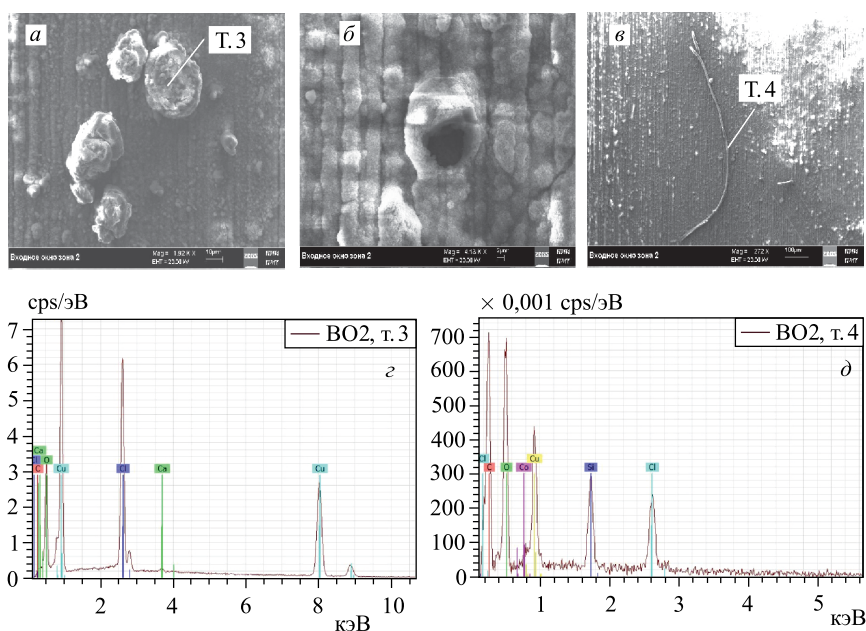


Рис. 6. РЭМ-изображения частей поверхности в области VO<sub>2</sub> с различными структурами (*a–в*), в т. 3 и 4 проведен РМЗА, со спектрами (*г, д*)

Таблица 3. Элементный состав в т. 3 (рис. 6, *a*) и т. 4 на рис. 6, *в* в области VO<sub>2</sub>

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 3	Т. 4	
Углерод	К	Мало углерода*	$45,12 \pm 10,55$	56,82
Кислород	К	Мало кислорода*	$41,00 \pm 9,50$	38,76
Кремний	К	Мало кремния	$2,03 \pm 0,17$	1,09
Хлор	К	Много хлора*	$2,71 \pm 0,19$	1,16
Кальций	К	Присутствует кальций	—	—
Медь	К	Много меди*	$9,13 \pm 0,59$	2,17

\*В левой половине табл. 3 полученные значения сравниваются с оценочными значениями в табл. 4.

Круглые структуры, образующие покрытие с кратером в центре, на дне которого обнаружены множественные мелкие частицы (рис. 6, *a* и спектр на рис. 6, *z*), по-видимому, имеют состав типа  $\text{CuCl}_2$ . Длинная нить на рис. 6, *в* (примерно 800 мкм) содержит много углерода (56,82 ат.%) и кислорода (38,76 ат.%) наряду с кремнием ( $2,03 \pm 0,17$  вес.%) и хлором ( $2,71 \pm 0,19$  вес.%).

На рис. 7 приведены два РЭМ-изображения участков области ВОЗ с сильно изъязвленными поверхностями. РЭМ-изображения на рис. 7, *a* и *б* получены при увеличениях  $\times 4090$  и  $\times 2590$  соответственно. Особо отметим, что даже следов от механической обработки на изъязвленных поверхностях не видно. В табл. 4 представлен элементный состав, полученный с помощью РМЗА с площади т. 7 на рис. 7, *б*.

Видно, что изъязвленная поверхность содержит в основном медь (49,51 ат.%), относительно высокие концентрации углерода (33,16 ат.%) и кислорода (17,19 ат.%).

Так же, как и в промеренных выше областях (см. рис. 3, *a*, т. 6 (табл. 1) и рис. 5, *б*, т. 1 (табл. 2)), здесь присутствует кобальт — 0,14 ат. %.

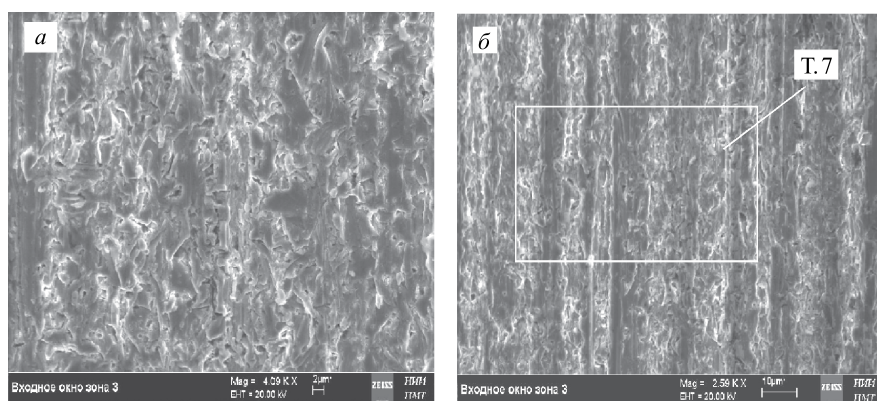


Рис. 7. РЭМ-изображения двух участков в ВОЗ с сильно изъязвленной поверхностью, в т. 7 проведен РМЗА

Таблица 4. Элементный состав с площади т. 7 на рис. 7, *б*

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$10,41 \pm 2,34$	33,16
Кислород	К	$7,18 \pm 1,38$	17,19
Кобальт	К	$0,22 \pm 0,04$	0,14
Медь	К	$82,19 \pm 2,39$	49,51

На рис. 8, *a–в* представлена поверхность в области резьбы  $BO_4$ , в т. 8 и 9 проведен РМЗА, на рис. 8, *г, д* — соответствующие спектры. В табл. 5 приведен элементный состав в указанных точках.

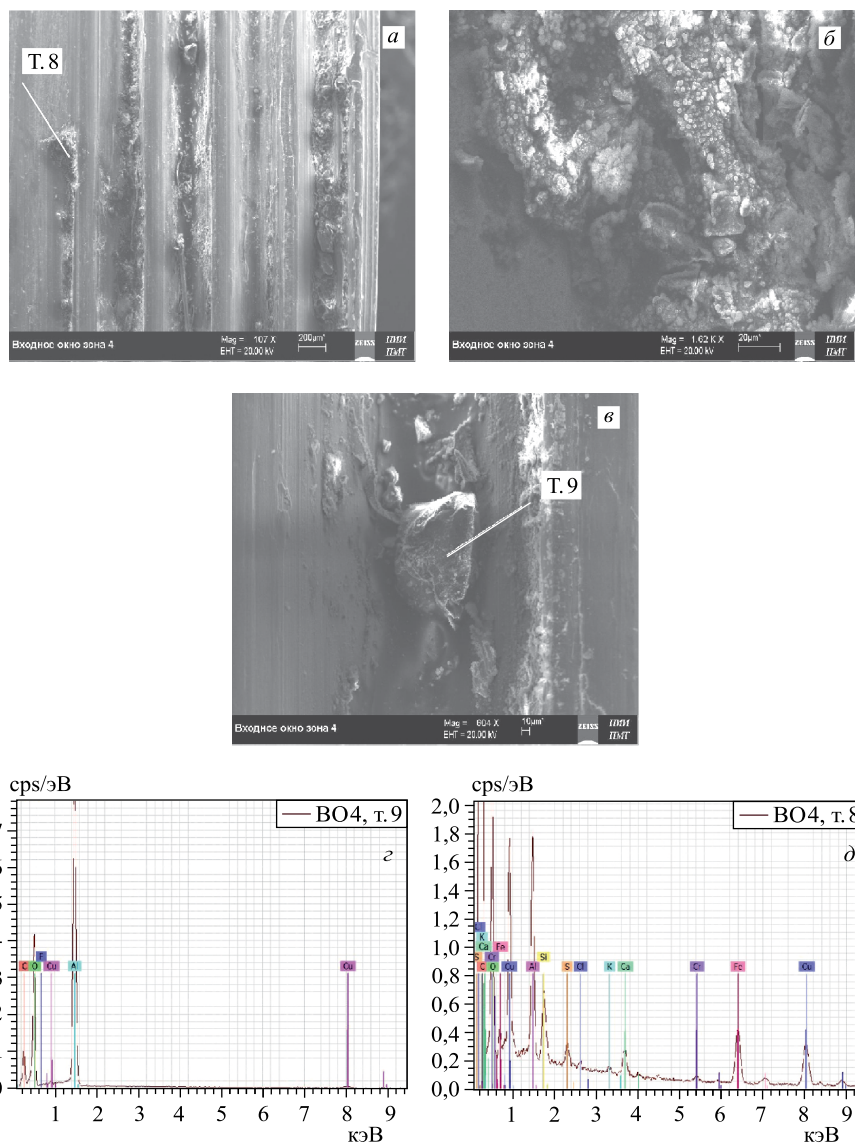


Рис. 8. РЭМ-изображения с разным увеличением поверхности в области резьбы  $BO_4$  (*a–в*), в т. 8 и 9 проведен РМЗА, и соответствующие спектры (*г* и *д*)

**Таблица 5. Элементный состав в т. 8 и 9 на рис. 8, а и в**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 8		Т. 9	
Углерод	К	51,07 ± 5,30	64,67	25,90 ± 3,82	35,31
Кислород	К	31,00 ± 3,43	29,46	48,57 ± 5,81	49,72
Фтор	К	—	—	1,25 ± 0,38	1,08
Алюминий	К	2,77 ± 0,14	1,56	21,88 ± 1,00	13,28
Кремний	К	0,86 ± 0,06	0,47	—	—
Сера	К	0,42 ± 0,04	0,20	—	—
Хлор	К	0,13 ± 0,03	0,05	—	—
Калий	К	0,11 ± 0,03	0,04	—	—
Кальций	К	0,73 ± 0,05	0,28	—	—
Хром	К	0,30 ± 0,04	0,09	—	—
Железо	К	4,89 ± 0,15	1,33	—	—
Медь	К	7,73 ± 0,22	1,85	2,40 ± 0,16	0,62

Как видно из таблицы, в т. 8 во впадине резьбы присутствуют в большом количестве углерод (64,67 ат. %), кислород (29,46 ат. %), алюминий (1,56 ат. %), железо (1,33 ат. %) и ряд других элементов. В частице (т. 9) содержатся углерод (35,31 ат. %), кислород (49,72 ат. %), много алюминия (13,28 ат. %) и фтор (1,08 ат. %) в связанном состоянии.

**Таблица 6. Элементный состав в т. 10 и 11 на рис. 9, б и г**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 10		Т. 11	
Углерод	К	66,07 ± 9,90	77,53	57,07 ± 7,41	82,38
Кислород	К	16,12 ± 3,08	14,20	6,93 ± 1,35	7,51
Алюминий	К	14,17 ± 0,83	7,40	0,16 ± 0,04	0,10
Кремний	К	0,09 ± 0,03	0,04	—	—
Сера	К	0,15 ± 0,04	0,06	0,12 ± 0,03	0,07
Хлор	К	—	—	0,08 ± 0,03	0,04
Кальций	К	—	—	0,07 ± 0,03	0,03
Ванадий	К	—	—	0,36 ± 0,04	0,12
Хром	К	—	—	1,45 ± 0,08	0,48
Железо	К	0,13 ± 0,04	0,03	24,66 ± 0,71	7,65
Медь	К	3,27 ± 0,18	0,73	4,37 ± 0,18	1,19
Вольфрам	L	—	—	4,73 ± 0,22	0,45

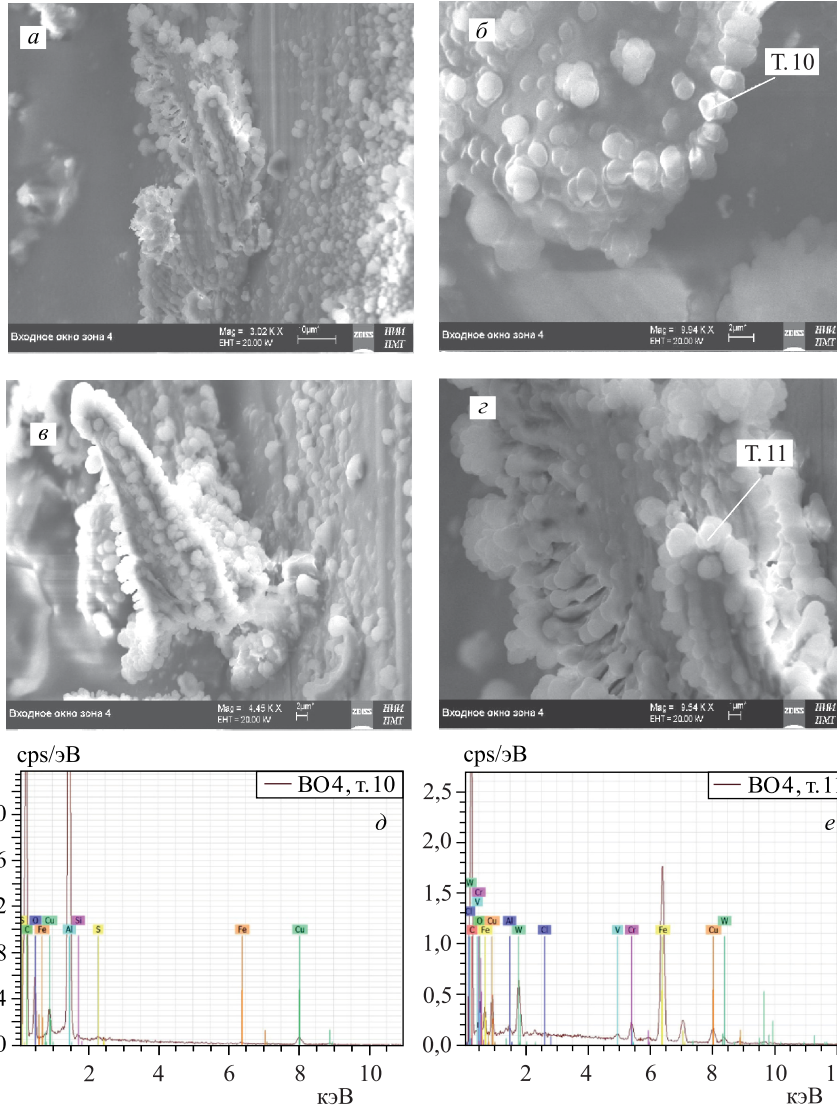


Рис. 9. РЭМ-изображения структур в виде шариков (*a, б*) и шариков «на ножках» (*в, г*) в резбовых углублениях в VO4 при различных увеличениях, в т. 10 и 11 был проведен РМЗА; соответствующие спектры (*д, е*)

Отметим, что, по-видимому, «шарики» диаметрами порядка 2 мкм (см. рис. 8, *б*) состоят из углерода. Их особенно хорошо видно на РЭМ-изображениях очень своеобразных фигур (рис. 9, *а-г*). Шарiki заполняют впадины

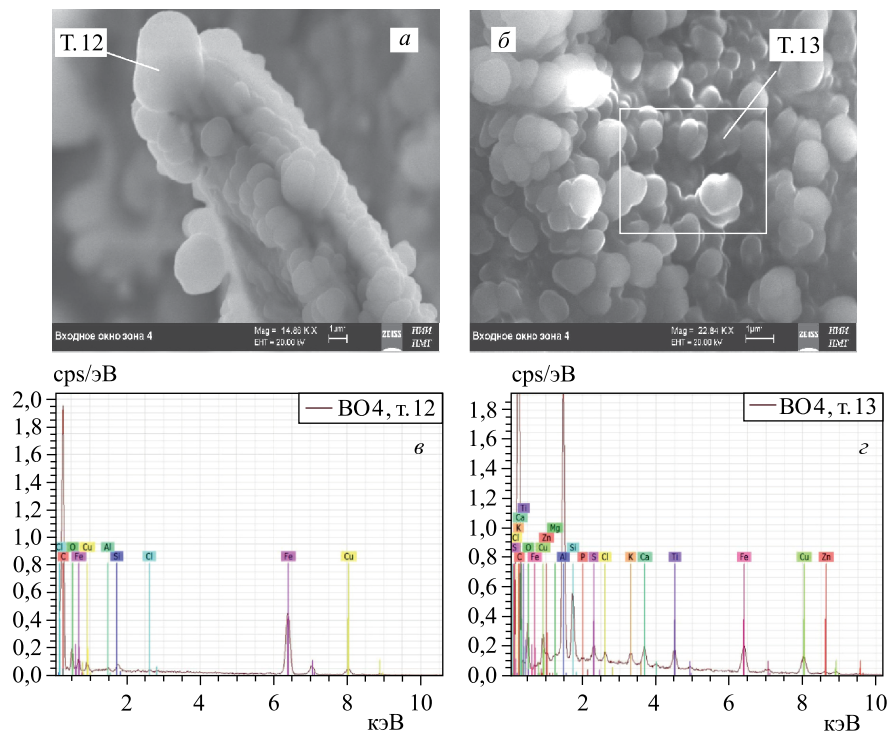


Рис. 10. РЭМ-изображения структур, состоящих из шариков (*a, б*), в т. 12 и 13 проведен РМЗА, со спектрами (*в, з*)

между резбовыми углублениями в BO4. В т. 10 и 11 был проведен РМЗА, соответствующие спектры представлены на рис. 9, *д, е*. В табл. 6 приведен элементный состав в вышеуказанных точках.

Как видно, в шарике в т. 10 много углерода ( $66,07 \pm 9,90$  вес. %) и алюминия ( $14,17 \pm 0,83$  вес. %), присутствуют: кислород ( $16,12 \pm 3,08$  вес. %), медь ( $3,27 \pm 0,18$  вес. %) и железо ( $0,13 \pm 0,04$  вес. %).

В т. 11 очень много углерода (82,38 ат. %), относительно мало кислорода (7,51 ат. %), присутствует ряд металлов: ванадий ( $0,36 \pm 0,04$  вес. %), хром ( $1,45 \pm 0,08$  вес. %), медь ( $4,37 \pm 0,18$  вес. %) и вольфрам ( $4,73 \pm 0,22$  вес. %), а также в большом количестве железо ( $24,66 \pm 0,71$  вес. %).

На рис. 10, *a* и *б* представлены два РЭМ-изображения структур, состоящих из шариков, в т. 12 и 13 проведен РМЗА, на рис. 10, *в, з* — соответствующие спектры. В табл. 7 приведен элементный состав в т. 12 и 13.

Как видно, верхушка структуры на рис. 10, *a* (т. 12) содержит огромное количество углерода (82,90 ат. %), большое количество железа

Таблица 7. Элементный состав в т. 12 и 13 на рис. 10, а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 12		Т. 13	
Углерод	К	66,38 ± 9,05	82,90	63,44 ± 5,23	79,14
Кислород	К	11,98 ± 2,43	11,24	11,24 ± 1,25	10,52
Магний	К	—	—	0,32 ± 0,04	0,20
Алюминий	К	0,14 ± 0,04	0,08	9,31 ± 0,32	5,17
Кремний	К	0,30 ± 0,05	0,16	2,18 ± 0,09	1,16
Фосфор	К	—	—	0,10 ± 0,03	0,05
Сера	К	0,14 ± 0,04	0,06	0,48 ± 0,04	0,22
Хлор	К	0,11 ± 0,04	0,05	0,33 ± 0,04	0,14
Калий	К	—	—	0,42 ± 0,04	0,16
Кальций	К	—	—	0,84 ± 0,05	0,31
Титан	К	—	—	1,63 ± 0,06	0,51
Хром	К	—	—	0,03 ± 0,03	0,01
Марганец	К	0,16 ± 0,04	0,05	—	—
Железо	К	17,28 ± 0,54	4,64	3,89 ± 0,10	1,03
Медь	К	3,50 ± 0,18	0,83	4,99 ± 0,13	1,18
Цинк	Л	—	—	0,80 ± 0,05	0,18

(17,28 ± 0,54 вес. %) и меди (3,50 ± 0,18 вес. %) и относительно небольшое количество кислорода (11,24 ат. %).

Распределение концентраций элементов с площади т. 13 гораздо более богатое: здесь также много углерода (79,14 ат. %), немного кислорода (10,52 ат. %), много алюминия (5,17 ат. %) и кремния (1,16 ат. %), выросла концентрация серы (0,22 ат. %). Кроме того, появились титан (0,51 ат. %), цинк (0,18 ат. %), калий (0,16 ат. %) и кальций (0,31 ат. %) наряду с высоким содержанием железа (3,89 ± 0,10 вес. %) и меди (4,99 ± 0,13 вес. %). Можно сделать вывод, что эта сложная структура конденсировалась из газовой фазы и выросла на подложке из алюминия.

На рис. 11 представлены РЭМ-изображения серии интересных структур, напоминающих друзы минералов в природе.

РМЗА этих структур не проводился, так как они похожи на ранее проанализированные.

На рис. 12, а и б представлены два РЭМ-изображения структур, в т. 14 и 15 которых проведен РМЗА, на рис. 12, в, г — соответствующие спектры. В табл. 8 приведены элементные составы в т. 14 и 15.

В центральной части структуры черного цвета, состоящей из шариков (рис. 12, а), обнаружено много углерода (66,15 ат. %), мало кислорода (5,24 ат. %), много серы (6,04 ат. %), присутствуют в значительных количе-

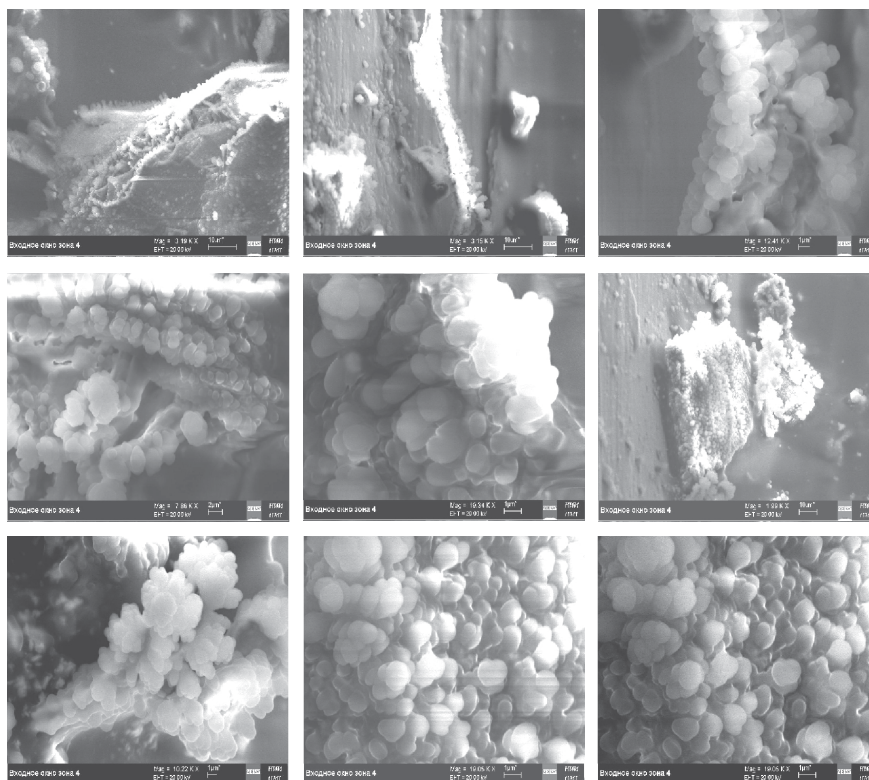


Рис. 11. РЭМ-изображения серии интересных структур

ствах алюминий (1,30 ат. %), кремний (1,25 ат. %), хлор (1,99 ат. %), кальций (1,24 ат. %) и много железа (3,50 ат. %) наряду с медью (13,29 ат. %).

А частица шириной примерно 80 мкм и длиной более 100 мкм с кристаллографической огранкой (рис. 12, б) содержит много алюминия ( $19,26 \pm 1,15$  вес. %), углерода (62,23 ат. %) и кислорода (26,54 ат. %).

На рис. 13 приведены РЭМ-изображения ряда объектов иного вида в области ВО4. Часть структур, например, на рис. 13, а, б, скорее всего, содержит много алюминия.

На рис. 14, а представлена структура сложного вида, в т. 16 которой проведен РМЗА, а на рис. 14, б — соответствующий спектр. В табл. 9 показан элементный состав в т. 16.

На рис. 15, а приведена структура слоистого типа с шариками на ее поверхности, в т. 17 и 18 сделан РМЗА, по результатам которого на рис. 15, б, в представлены спектры. В табл. 10 дан элементный состав в т. 17 и 18.



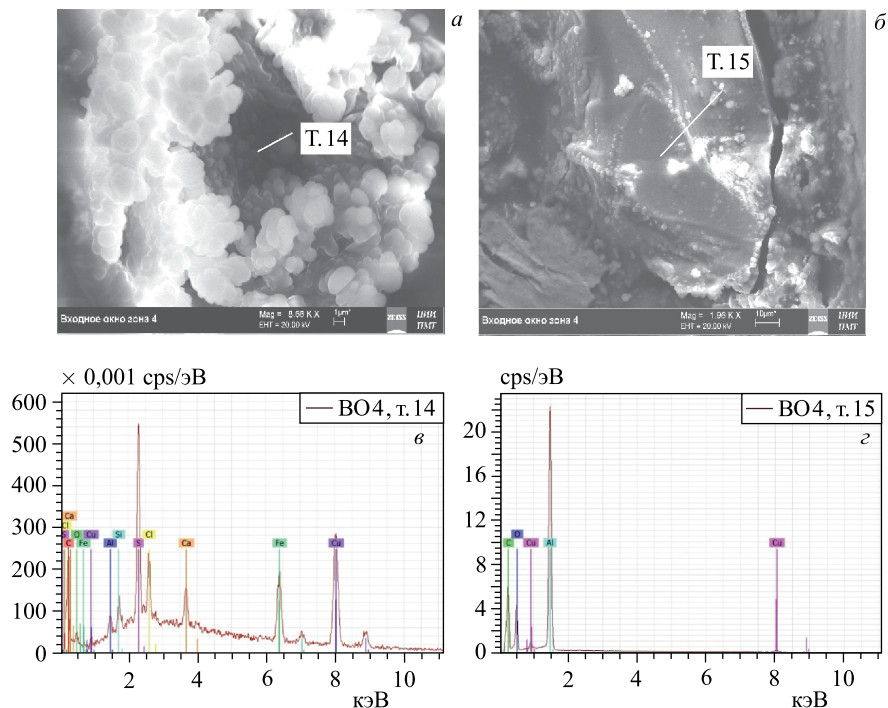


Рис. 12. РЭМ-изображения структур (а, б), в т. 14 и 15 которых проведен РМЗА; соответствующие спектры (в, г)

Таблица 8. Элементный состав в т. 14 и 15 на рис. 12, а и б

Элемент	Серия	(C ± ΔC), вес. %		(C ± ΔC), вес. %	
		T. 14	C, ат. %	T. 15	C, ат. %
Углерод	К	34,51 ± 2,64	66,15	49,99 ± 7,64	62,23
Кислород	К	3,64 ± 0,46	5,24	28,40 ± 4,52	26,54
Алюминий	К	1,53 ± 0,07	1,30	19,26 ± 1,15	10,68
Кремний	К	1,52 ± 0,06	1,25	—	—
Сера	К	8,41 ± 0,16	6,04	—	—
Хлор	К	3,06 ± 0,08	1,99	—	—
Кальций	К	2,15 ± 0,06	1,24	—	—
Железо	К	8,49 ± 0,13	3,50	—	—
Медь	К	36,68 ± 0,46	13,29	2,35 ± 0,14	0,55

Как видно, структура типа «стружки» (т. 17) состоит преимущественно из железа (21,12 ат. %) с присутствием большого количества углерода (64,76 ат. %), фтора в химически связанном состоянии (3,00 ат. %) и меди

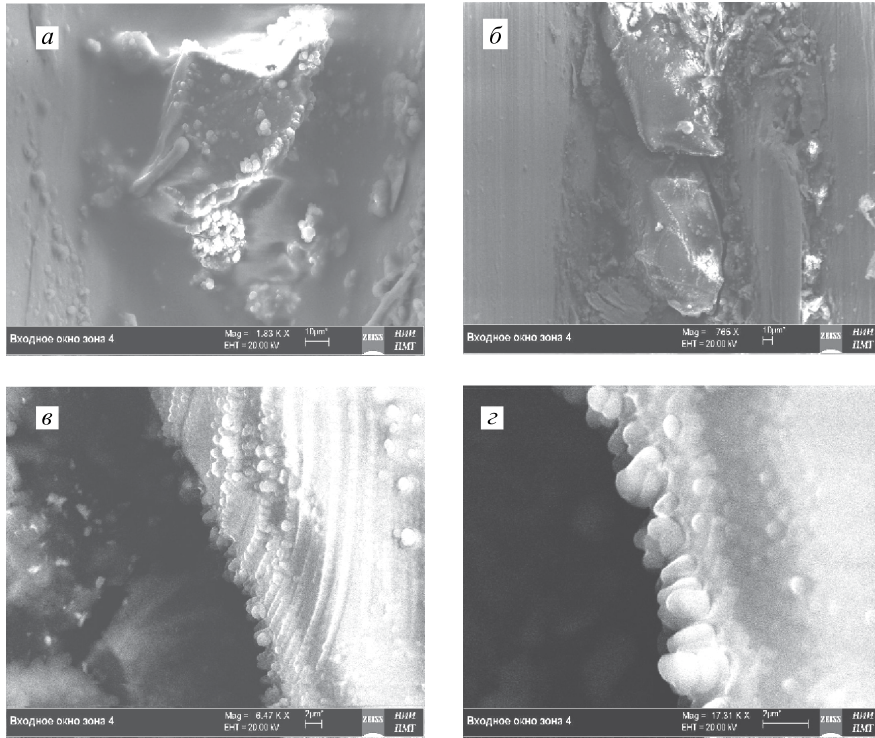


Рис. 13. РЭМ-изображения серии структур

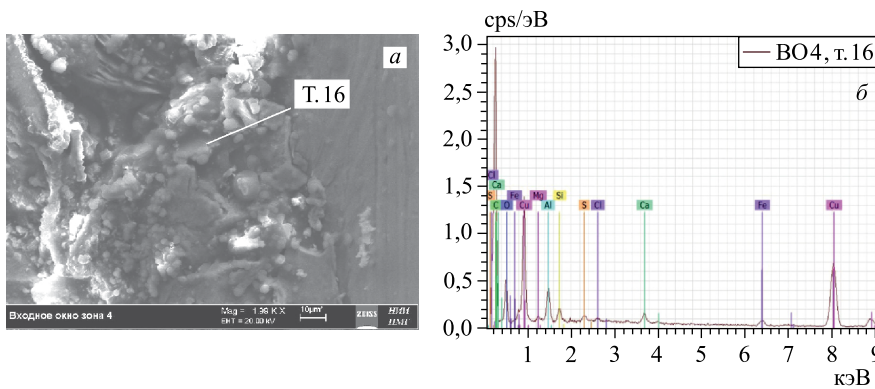


Рис. 14. Структура сложного вида (*a*), в т. 16 которой проведен РМЗА, и соответствующий спектр (*б*)

Таблица 9. Элементный состав в т. 16 на рис. 14, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %
Углерод	К	$58,63 \pm 6,51$	78,51
Кислород	К	$13,14 \pm 1,90$	13,21
Магний	К	$0,37 \pm 0,05$	0,25
Алюминий	К	$1,82 \pm 0,11$	1,08
Кремний	К	$0,45 \pm 0,05$	0,26
Сера	К	$0,22 \pm 0,04$	0,11
Хлор	К	$0,12 \pm 0,03$	0,06
Кальций	К	$0,72 \pm 0,05$	0,29
Железо	К	$0,73 \pm 0,05$	0,21
Медь	К	$23,80 \pm 0,61$	6,02

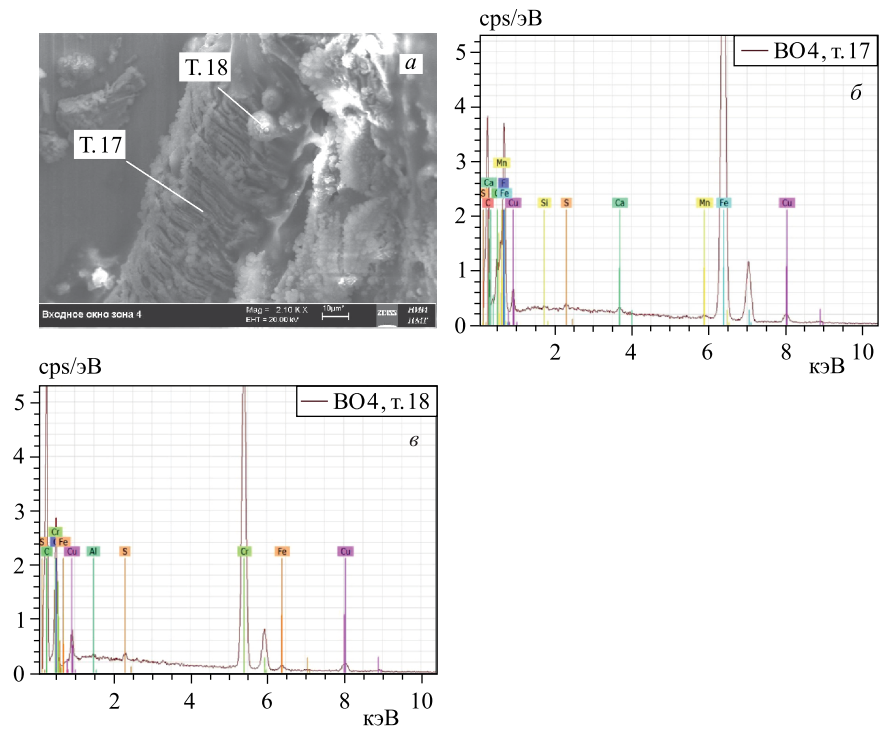


Рис. 15. РЭМ-изображение структуры слоистого типа с шариками на ее поверхности (а), в т. 17 и 18 проведен РМЗА; соответствующие спектры (б, в)

Таблица 10. Элементный состав в т. 17 и 18 на рис. 15, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 17		Т. 18	
Углерод	К	34,71 ± 4,97	64,76	43,22 ± 5,68	63,95
Кислород	К	7,09 ± 1,24	9,92	21,80 ± 3,14	24,22
Фтор	К	2,54 ± 0,51	3,00	—	—
Алюминий	К	—	—	0,03 ± 0,03	0,02
Кремний	К	0,04 ± 0,03	0,03	—	—
Сера	К	0,17 ± 0,04	0,12	0,16 ± 0,03	0,09
Кальций	К	0,20 ± 0,04	0,11	—	—
Хром	К	—	—	31,58 ± 0,91	10,79
Марганец	К	0,24 ± 0,04	0,10	—	—
Железо	К	52,63 ± 1,54	21,12	0,68 ± 0,06	0,22
Медь	К	2,38 ± 0,12	0,84	2,53 ± 0,12	0,71

(0,84 ат. %), которая присутствует, возможно, от подложки. А структура типа застывшей капли (т. 18) содержит большое количество хрома (10,79 ат. %) и опять же много углерода (63,95 ат. %).

Проанализируем состав структуры из шариков на рис. 16, а, спектр которой в т. 19 представлен на рис. 16, б. Элементный состав белых светлых шариков описан в табл. 11.

Из табл. 11 можно сделать вывод, что все светлые шарики состоят преимущественно из углерода (74,39 ат. %) и кислорода (21,41 ат. %), включают металлы: титан ( $0,05 \pm 0,03$  вес. %), хром ( $0,03 \pm 0,03$  вес. %) и железо

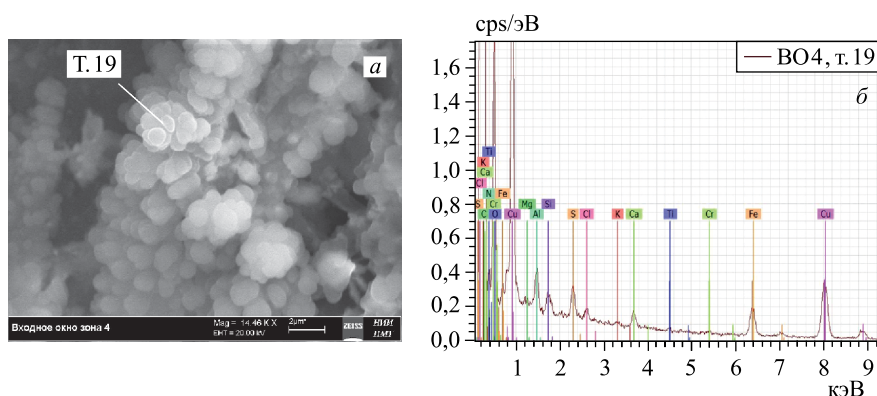


Рис. 16. РЭМ-изображение структуры из светлых шариков (а) со спектром в т. 19 (б)

Таблица 11. Элементный состав светлых шариков в т. 19 на рис. 16,а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %
Углерод	К	$62,90 \pm 8,12$	74,39
Кислород	К	$25,24 \pm 3,79$	21,41
Магний	К	$0,33 \pm 0,05$	0,19
Алюминий	К	$0,59 \pm 0,06$	0,31
Кремний	К	$0,21 \pm 0,04$	0,11
Сера	К	$0,35 \pm 0,04$	0,15
Хлор	К	$0,13 \pm 0,03$	0,05
Калий	К	$0,04 \pm 0,03$	0,01
Кальций	К	$0,26 \pm 0,04$	0,09
Титан	К	$0,05 \pm 0,03$	0,01
Хром	К	$0,03 \pm 0,03$	0,01
Железо	К	$1,55 \pm 0,08$	0,39
Медь	К	$8,34 \pm 0,30$	1,86

( $1,55 \pm 0,08$  вес. %), а также элементы от магния ( $0,33 \pm 0,05$  вес. %) до кальция ( $0,26 \pm 0,04$  вес. %). Для сравнения см. рис. 9, б и г, т. 10 и 11, табл. 6; рис. 10, а и б, т. 12 и 13, табл. 7.

#### ИЗМЕРЕНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ВХОДНОГО ОКНА ИЗ БЕРИЛЛИЕВОЙ БРОНЗЫ В МЕСТЕ ВЫХОДА $\gamma$ -КВАНТОВ

На торце ВО, т. е. в месте выхода  $\gamma$ -квантов в НеНРС, были также обнаружены значительные аномалии. На рис. 17, а приведено РЭМ-изображение сильно видоизмененной центральной части с диаметром изменений примерно 500 мкм, а на рис. 17, б — изменения в полосе.

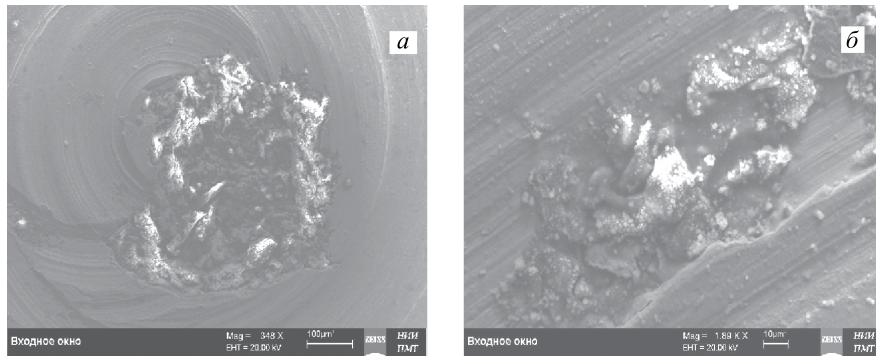


Рис. 17. РЭМ-изображения значительно видоизмененной центральной части ВО (а) и изменения в полосе (б)

Ниже представим результаты детальных исследований обнаруженных аномалий. РЭМ-изображение на рис. 18, *а* показывает изменения в полосе на торце ВО — комплекс из множества частиц различных размеров, в т. 32 проведен РМЗА, соответствующий спектр дан на рис. 18, *б*. В табл. 12 приведен элементный состав в т. 32.

Как видно из таблицы, комплекс из множества частиц на рис. 18, *а* содержит большое количество углерода (71,56 ат. %), азот в химически связанном состоянии (11,14 ат. %), а также алюминий (0,62 ат. %), серу (0,74 ат. %), кальций (0,23 ат. %) и железо (0,14 ± 0,03 вес. %). При этом концентрация кислорода относительно небольшая (9,74 ат. %).

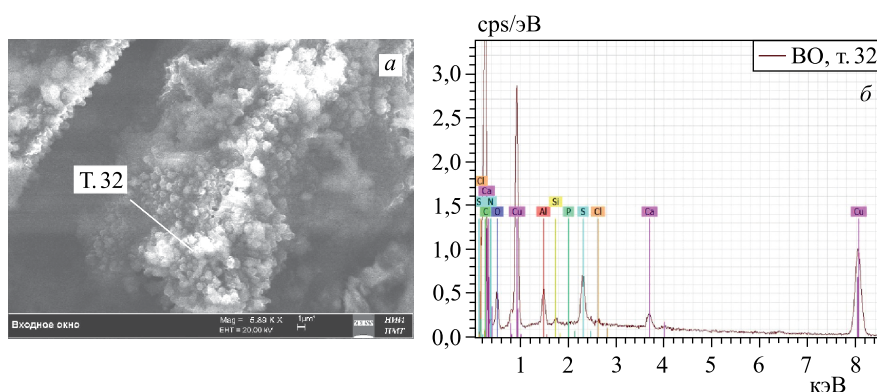


Рис. 18. РЭМ-изображение изменений в полосе на торце ВО (*а*), в т. 32 проведен РМЗА, и соответствующий спектр (*б*)

Таблица 12. Элементный состав в т. 32 на рис. 18, *а*

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$53,86 \pm 5,68$	71,56
Азот	К	$9,78 \pm 1,61$	11,14
Кислород	К	$9,76 \pm 1,35$	9,74
Алюминий	К	$1,06 \pm 0,07$	0,62
Кремний	К	$0,13 \pm 0,03$	0,07
Сера	К	$1,49 \pm 0,07$	0,74
Хлор	К	$0,11 \pm 0,03$	0,05
Кальций	К	$0,59 \pm 0,04$	0,23
Железо	К	$0,14 \pm 0,03$	0,04
Медь	К	$23,08 \pm 0,58$	5,80

На рис. 19, *a* представлена разрушенная часть поверхности вблизи центра ВО, а РМЗА проведен в т. 33, на рис. 19, *б* — спектр. В табл. 13 приведен соответствующий элементный состав.

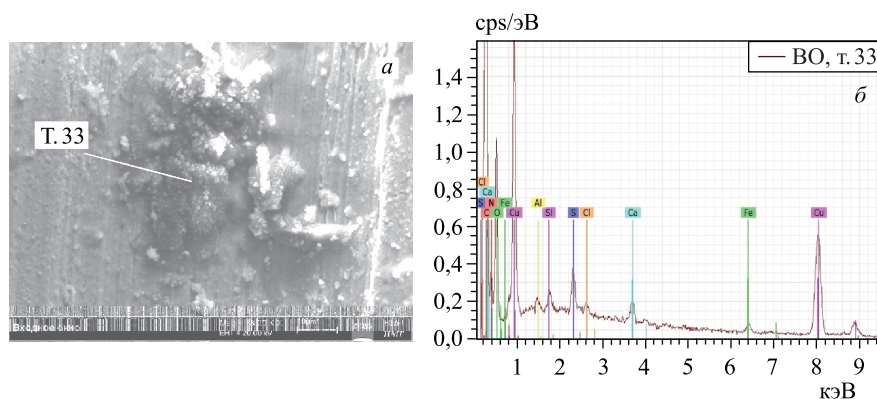


Рис. 19. РЭМ-изображение разрушенной части поверхности вблизи центра ВО (*a*), РМЗА проведен в т. 33; соответствующий спектр (*б*)

**Таблица 13. Элементный состав в т. 33 на рис. 19, *a***

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$43,29 \pm 5,27$	55,69
Азот	К	$16,21 \pm 2,86$	17,88
Кислород	К	$22,46 \pm 3,20$	21,69
Алюминий	К	$0,13 \pm 0,04$	0,07
Кремний	К	$0,23 \pm 0,04$	0,13
Сера	К	$0,56 \pm 0,05$	0,27
Хлор	К	$0,18 \pm 0,04$	0,08
Кальций	К	$0,42 \pm 0,04$	0,16
Железо	К	$0,37 \pm 0,04$	0,10
Медь	К	$16,16 \pm 0,46$	3,93

В заключение этого раздела представим на рис. 20, *a* другие обнаруженные на торце ВО структуры, в т. 34 и 35 проведен РМЗА, а на рис. 20, *б* и *в* — соответствующие спектры. В табл. 14 представлен элементный состав в т. 34.

Как видно из таблицы, в т. 34, т. е. на темном участке РЭМ-изображения, содержится много углерода (63,35 ат. %) и азот в связанном состоянии или в порах (7,83 ат. %), относительно мало кислорода (11,19 ат. %), присут-

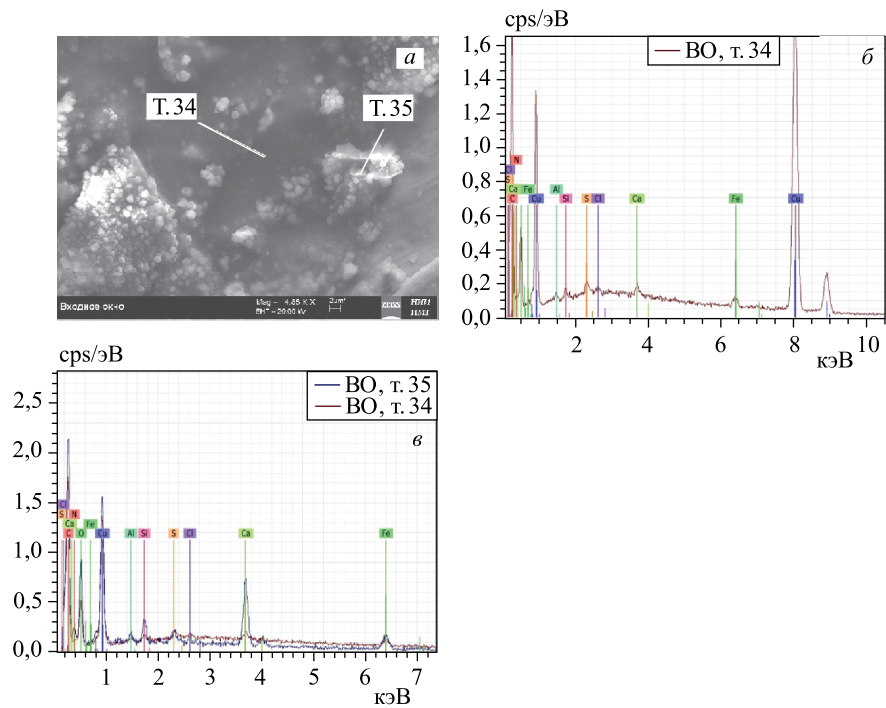


Рис. 20. РЭМ-структуры, обнаруженные на торце ВО (а), в т. 34 и 35 проведен РМЗА, и соответствующие спектры (б и в)

Таблица 14. Элементный состав в т. 34 на рис. 20,а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %
Углерод	К	$35,59 \pm 3,76$	63,35
Азот	К	$8,37 \pm 0,95$	7,83
Кислород	К	$8,37 \pm 1,09$	11,19
Алюминий	К	$0,28 \pm 0,04$	0,22
Кремний	К	$0,29 \pm 0,04$	0,22
Сера	К	$0,36 \pm 0,04$	0,24
Хлор	К	$0,16 \pm 0,03$	0,09
Кальций	К	$0,34 \pm 0,04$	0,18
Железо	К	$0,62 \pm 0,05$	0,24
Медь	К	$48,88 \pm 1,03$	16,44



ствует железо (0,24 ат. %) и элементы от алюминия (0,22 ат. %) до кальция (0,18 ат. %).

Как видно из рис. 20, в, спектры в т. 34 и 35 накладываются один на другой, но амплитуды линий различные, т.е. элементный состав также различный.

### РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ СИНТЕЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ

Как было написано выше, при открывании HeHPC из нее высыпалось 13 синтезированных при облучении частиц. На рис. 21, а представлены три частицы из обнаруженных (с увеличением 174 X), а на рис. 21, б-г — соответствующие спектры для 1-й, 2-й и 3-й частиц. В табл. 15 приведен элементный состав 1-й, 2-й и 3-й частиц.

Видно, что во всех трех частицах содержится много кислорода — 54,39, 63,23 и 52,42 ат. %. В 1-й и 2-й частицах относительно мало углерода — 13,06 и 19,09 ат. % — в отличие от 3-й частицы — 38,39 ат. %. Во всех трех частицах содержится много магния (5,02, 0,58 и 0,50 ат. %), натрия

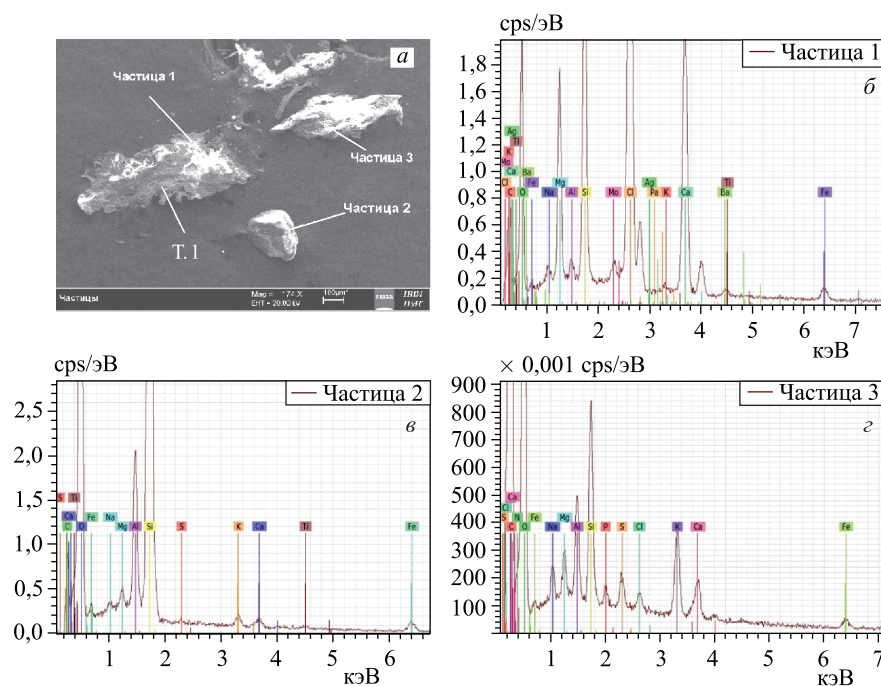


Рис. 21. РЭМ-изображение трех частиц (а) и соответствующие спектры для 1-й, 2-й и 3-й частиц (б-г)

Таблица 15. Элементный состав 1-й, 2-й и 3-й частиц

Элемент	Серия	Частица 1		Частица 2		Частица 3	
		(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %	(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %	(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %
Углерод	К	7,30 ± 1,37	13,06	13,12 ± 2,35	19,09	30,83 ± 3,94	38,39
Азот	К	—	—	—	—	4,73 ± 0,99	5,05
Кислород	К	40,51 ± 4,31	54,39	57,88 ± 7,21	63,23	56,08 ± 6,70	52,42
Натрий	К	1,03 ± 0,09	0,96	0,82 ± 0,09	0,62	1,09 ± 0,10	0,71
Магний	К	5,68 ± 0,28	5,02	0,80 ± 0,08	0,58	0,81 ± 0,07	0,50
Алюминий	К	0,59 ± 0,05	0,47	3,41 ± 0,20	2,21	1,26 ± 0,09	0,70
Кремний	К	6,36 ± 0,24	4,87	21,45 ± 1,00	13,35	1,76 ± 0,10	0,94
Фосфор	R	—	—	—	—	0,18 ± 0,03	0,09
Сера	К	—	—	0,13 ± 0,03	0,07	0,34 ± 0,04	0,16
Хлор	К	21,44 ± 0,59	12,99	—	—	0,22 ± 0,04	0,09
Калий	К	0,20 ± 0,03	0,11	0,40 ± 0,04	0,18	1,48 ± 0,07	0,57
Кальций	К	13,01 ± 0,33	6,98	0,33 ± 0,04	0,14	0,72 ± 0,05	0,27
Титан	К	0,18 ± 0,04	0,08	0,16 ± 0,04	0,06	—	—
Железо	К	1,64 ± 0,07	0,63	1,51 ± 0,09	0,47	0,50 ± 0,05	0,13
Молибден	L	1,61 ± 0,08	0,36	—	—	—	—
Барий	L	0,45 ± 0,04	0,07	—	—	—	—

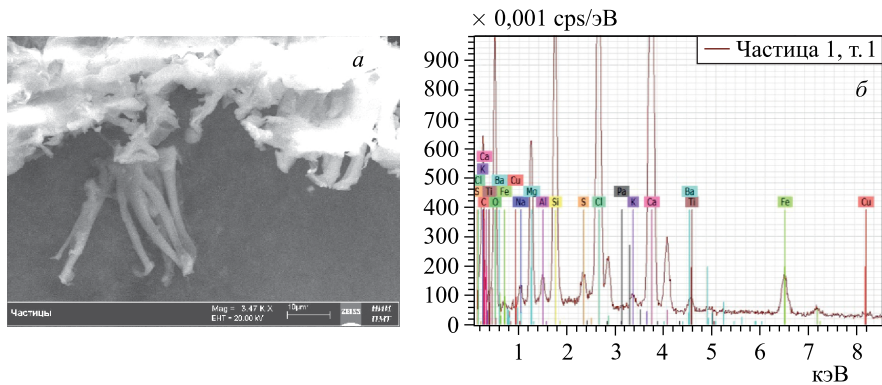


Рис. 22. РЭМ-изображение отростков частицы 1 (а) и спектр в т. 1 (б)

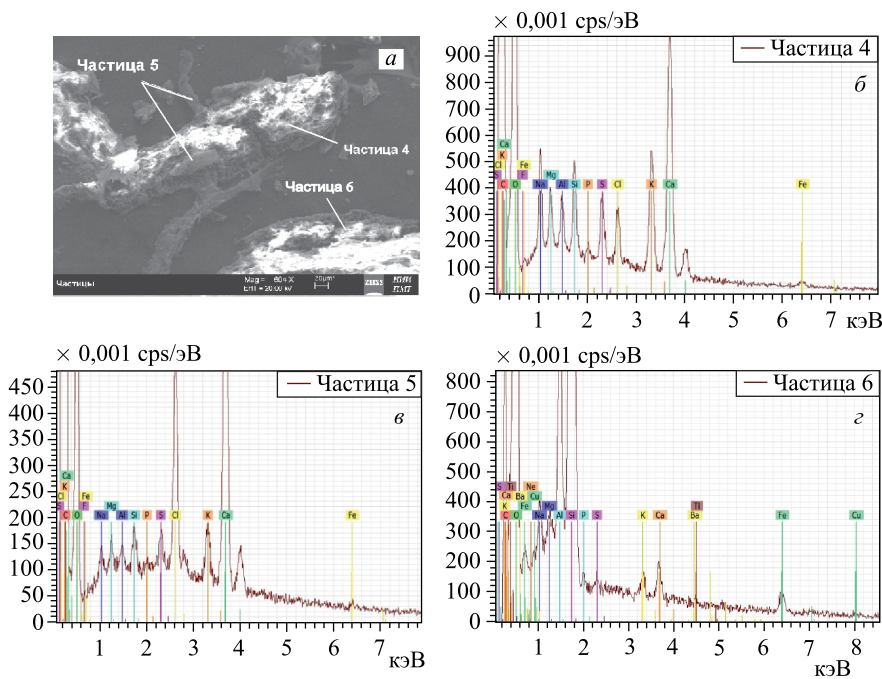


Рис. 23. РЭМ-изображения 4-й, 5-й и 6-й частиц (а), РМЗА проведен в каждой; соответствующие спектры (б–г)

(0,96, 0,62 и 0,71 ат. %) и железа (0,63, 0,47 и 0,13 ат. %). В 1-й частице найдено много хлора (12,99 ат. %) и кальция (6,98 ат. %). Во всех трех частицах обнаружено относительно много алюминия (0,47, 2,21 и 0,70 ат. %)

Таблица 16. Элементный состав 4-й, 5-й и 6-й частиц на рис. 23, а

Элемент	Серия	Частица 4		Частица 5		Частица 6	
		(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %	(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %	(C ± ΔC), вес. %	C, ат. %
Углерод	К	32,42 ± 4,11	41,14	46,11 ± 3,61	56,27	14,77 ± 2,08	21,22
Кислород	К	55,74 ± 6,66	53,09	42,43 ± 3,47	38,87	57,78 ± 5,85	62,30
Фтор	К	0,66 ± 0,23	0,53	0,55 ± 0,16	0,42	—	—
Неон	К	—	—	—	—	0,27 ± 0,09	0,23
Натрий	К	1,90 ± 0,16	1,26	0,51 ± 0,05	0,32	0,60 ± 0,06	0,45
Магний	К	0,78 ± 0,07	0,49	0,34 ± 0,04	0,21	0,24 ± 0,04	0,17
Алюминий	К	0,52 ± 0,05	0,29	0,18 ± 0,03	0,10	1,96 ± 0,11	1,26
Кремний	К	0,60 ± 0,05	0,33	0,29 ± 0,04	0,15	22,14 ± 0,84	13,60
Фосфор	R	0,07 ± 0,03	0,04	0,17 ± 0,03	0,08	—	—
Сера	К	0,49 ± 0,05	0,23	0,41 ± 0,04	0,19	0,01 ± 0,03	0,00
Хлор	К	0,45 ± 0,04	0,19	2,38 ± 0,08	0,99	—	—
Калий	К	1,67 ± 0,08	0,65	0,59 ± 0,04	0,22	0,31 ± 0,04	0,14
Кальций	К	4,44 ± 0,16	1,69	5,87 ± 0,04	2,15	0,64 ± 0,05	0,27
Титан	К	—	—	—	—	0,06 ± 0,03	0,02
Железо	К	0,26 ± 0,04	0,07	0,15 ± 0,03	0,04	0,85 ± 0,06	0,26
Медь	К	—	—	—	—	0,16 ± 0,04	0,04
Барий	L	—	—	—	—	0,19 ± 0,04	0,02

и кремния (4,87, 13,35 и 0,94 ат. %). В 1-й частице присутствуют молибден ( $Z = 42$ ,  $1,61 \pm 0,08$  вес. %) и барий ( $Z = 56$ ,  $0,45 \pm 0,04$  вес. %).

Как видно из рис. 21, *а*, в частице 1 снизу образовались отростки, часть из которых с большим увеличением (3,47 КХ) приведена на рис. 22, *а*, а спектр в т. 1 представлен на рис. 22, *б*. Длина отростков достигает примерно 38 мкм при диаметре 3–4 мкм.

Спектр на рис. 22, *б* практически совпадает со спектром на рис. 21, *б*, за исключением наличия пика от меди.

На рис. 23, *а* приведены РЭМ-изображения 4-й, 5-й и 6-й частиц, РМЗА проведен в каждой, на рис. 23, *б–г* — соответствующие спектры. В табл. 16 описан элементный состав частиц на рис. 23, *а*.

Как видно, в 4-й частице содержится много углерода (41,14 ат. %), кислорода (53,09 ат. %), химически связанного фтора (0,53 ат. %), много натрия (1,26 ат. %), магния (0,49 ат. %) и кальция ( $4,44 \pm 0,16$  вес. %) наряду с железом ( $0,26 \pm 0,04$  вес. %). В 5-й частице также найдено большое количество углерода (56,27 ат. %), кислорода (38,87 ат. %), фтора (0,42 ат. %), хлора ( $2,38 \pm 0,08$  вес. %), кальция ( $5,87 \pm 0,04$  вес. %) и железа ( $0,15 \pm 0,03$  вес. %). В 6-й частице много кислорода (62,30 ат. %), углерода (21,22 ат. %), возможно, присутствует в порах неон (0,23 ат. %), очень много кремния (13,60 ат. %) и алюминия (1,26 ат. %). Обнаружены также титан ( $0,15 \pm 0,03$  вес. %), железо ( $0,85 \pm 0,06$  вес. %), медь ( $0,16 \pm 0,04$  вес. %) и барий ( $0,16 \pm 0,04$  вес. %). Отметим, что все элементы рассчитываются специальной программой обработки спектров и измерены с точностью выше, чем ошибка измерения.

На рис. 24, *а* и *б* представлены РЭМ-изображения 7-й и 8-й частиц, на рис. 24, *в* и *г* — соответствующие спектры этих частиц. В табл. 17 приведен их элементный состав. 7-я частица — слоистая, а 8-я содержит много меди.

Видно, что 7-я частица содержит много кислорода (66,54 ат. %), относительно мало углерода (20,43 ат. %), химически связанный фтор (0,94 ат. %), а также химические элементы от натрия ( $0,42 \pm 0,06$  вес. %) до калия ( $0,01 \pm 0,03$  вес. %), включая, возможно, аргон в порах ( $0,03 \pm 0,03$  вес. %). Найдено большое количество кальция ( $24,06 \pm 0,78$  вес. %), присутствуют железо ( $0,16 \pm 0,04$  вес. %) и медь ( $0,12 \pm 0,04$  вес. %).

Частица 8 содержит много углерода (48,19 ат. %), относительно мало кислорода (13,34 ат. %), много алюминия (5,01 ат. %) и большое количество меди (32,46 ат. %).

Возможно, при РМЗА была исследована микрочастица меди, поэтому такая высокая концентрации меди, однако внешне частица 8 размером 128 мкм по ширине и 285 мкм по длине не похожа на отколовшийся при механической обработке кусок меди.

На рис. 25 представлены РЭМ-изображения: частицы 9 (*а*), которая состоит из более мелких оплавленных частичек, и частицы 10 (*б*), имеющей

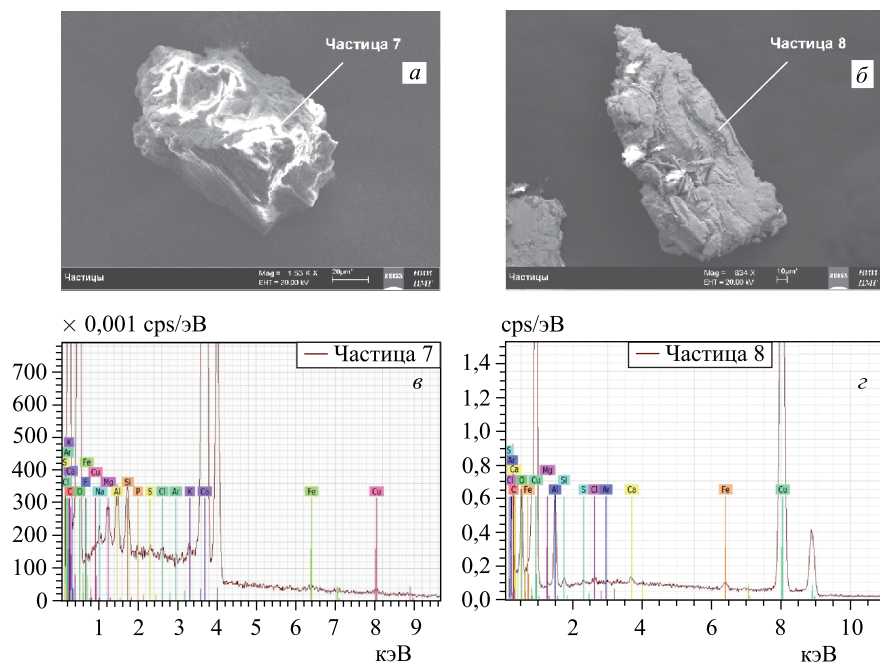


Рис. 24. РЭМ-изображения 7-й и 8-й частиц (а, б) со спектрами (в и г)

Таблица 17. Элементный состав 7-й и 8-й частиц

Элемент	Серия	Частица 7		Частица 8	
		$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	K	13,69 ± 2,09	20,43	19,12 ± 2,84	48,19
Кислород	K	59,24 ± 7,77	66,54	7,05 ± 1,08	13,34
Фтор	K	1,00 ± 0,34	0,94	—	—
Натрий	K	0,42 ± 0,06	0,33	—	—
Магний	K	0,37 ± 0,05	0,27	0,12 ± 0,04	0,15
Алюминий	K	0,47 ± 0,05	0,31	4,47 ± 0,25	5,01
Кремний	K	0,36 ± 0,05	0,23	0,24 ± 0,04	0,26
Фосфор	R	0,02 ± 0,03	0,01	—	—
Сера	K	0,03 ± 0,03	0,01	0,07 ± 0,03	0,06
Хлор	K	0,06 ± 0,03	0,03	0,13 ± 0,03	0,11
Аргон	K	0,03 ± 0,03	0,02	—	—
Калий	K	0,01 ± 0,03	0,00	—	—
Кальций	K	24,06 ± 0,78	10,79	0,24 ± 0,04	0,18
Железо	K	0,16 ± 0,04	0,05	0,41 ± 0,04	0,22
Медь	K	0,12 ± 0,04	0,03	68,15 ± 1,82	32,46

более крупную «головную» часть (снизу) и длинный «хвост» из скрученной двойной спирали. Соответствующие спектры показаны на рис. 25, в и г.

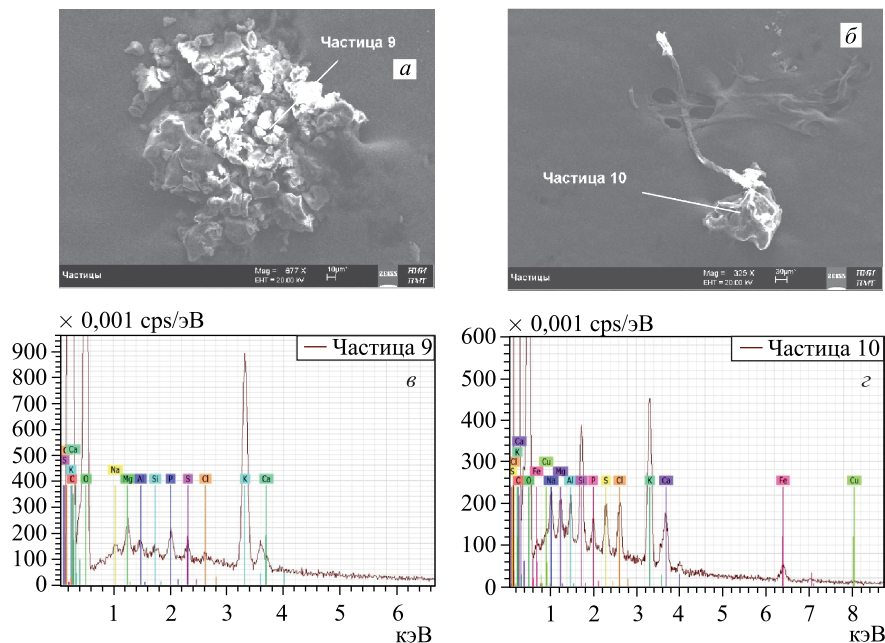


Рис. 25. РЭМ-изображения 9-й частицы (а) и 10-й частицы (б) и соответствующие спектры (в, з)

На рис. 26 приведено РЭМ-изображение «хвоста» частицы 10 (а) со спектром (б). Здесь очень хорошо видно, что «хвост» закручивается в структуру типа двойной спирали, о чем говорилось ранее. В табл. 18 представлен элементный состав 9-й частицы (рис. 25, а) и «хвоста» 10-й (рис. 26, а) частицы.

Из таблицы можно сделать следующие выводы: в частице 9 содержится много углерода (42,47 ат. %) и кислорода (55,59 ат. %), элементы от натрия ( $0,11 \pm 0,04$  вес. %) до кальция ( $0,19 \pm 0,04$  вес. %) при высоком содержании калия ( $4,16 \pm 0,16$  вес. %); в частице 10, помимо значительного количества углерода (61,04 ат. %), содержится много кислорода (30,79 ат. %), натрия ( $2,91 \pm 0,19$  вес. %), хлора ( $2,64 \pm 0,10$  вес. %), калия ( $3,98 \pm 0,13$  вес. %), кальция ( $2,53 \pm 0,09$  вес. %) и металлы: железо ( $3,13 \pm 0,11$  вес. %), никель ( $0,07 \pm 0,03$  вес. %), медь ( $0,80 \pm 0,06$  вес. %) и цинк ( $0,66 \pm 0,06$  вес. %).

Сравнивая спектры на рис. 25, в и 26, б, можно сделать вывод, что в «хвосте» присутствуют пики от никеля и цинка в отличие от самой частицы.

На рис. 27 приведены РЭМ-изображения 11-й и 12-й частиц (а и б), а также их спектры (в и г). В табл. 19 представлен элементный состав 11-й и 12-й частиц.

Как видно, составы 11-й и 12-й частиц похожи: много углерода (43,33 и 48,71 ат. %), кислорода (49,32 и 48,37 ат. %), натрия ( $2,35 \pm 0,15$  и  $1,08 \pm 0,11$  вес. %), магния ( $0,38 \pm 0,05$  и  $0,54 \pm 0,06$  вес. %), алюминия

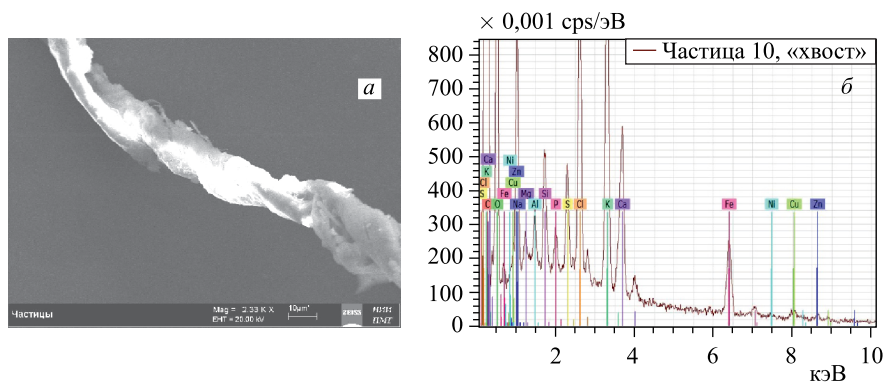


Рис. 26. РЭМ-изображение «хвоста» частицы 10 (а) со спектром (б)

Таблица 18. Элементный состав 9-й и «хвоста» 10-й частиц

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$C$ , ат. %	
		Частица 9		Частица 10, «хвост»	
Углерод	K	34,66 ± 4,41	42,47	48,25 ± 5,14	61,04
Кислород	K	60,44 ± 7,34	55,59	32,42 ± 3,71	30,79
Натрий	K	0,11 ± 0,04	0,07	2,91 ± 0,19	1,92
Магний	K	0,18 ± 0,04	0,11	0,45 ± 0,05	0,28
Алюминий	K	0,08 ± 0,03	0,04	0,43 ± 0,05	0,24
Кремний	K	0,04 ± 0,03	0,02	0,68 ± 0,05	0,37
Фосфор	R	0,09 ± 0,03	0,04	0,30 ± 0,04	0,15
Сера	K	0,04 ± 0,03	0,02	0,75 ± 0,05	0,36
Хлор	K	0,01 ± 0,03	0,00	2,64 ± 0,10	1,13
Калий	K	4,16 ± 0,16	1,57	3,98 ± 0,13	1,55
Кальций	K	0,19 ± 0,04	0,07	2,53 ± 0,09	0,96
Железо	K	—	—	3,13 ± 0,11	0,85
Никель	K	—	—	0,07 ± 0,03	0,02
Медь	K	—	—	0,80 ± 0,06	0,19
Цинк	K	—	—	0,66 ± 0,06	0,15

( $0,75 \pm 0,06$  и  $0,45 \pm 0,05$  вес. %), кремния ( $0,50 \pm 0,04$  и  $0,59 \pm 0,06$  вес. %), серы ( $0,46 \pm 0,04$  и  $0,49 \pm 0,05$  вес. %), калия ( $2,10 \pm 0,08$  и  $1,33 \pm 0,07$  вес. %) и кальция ( $1,34 \pm 0,06$  и  $1,31 \pm 0,07$  вес. %). В 11-й частице в некоторых областях наблюдается высокое содержание железа ( $6,42 \pm 0,17$  вес. %) и хлора ( $2,62 \pm 0,10$  вес. %).

На рис. 28 приведены: РЭМ-изображение 13-й частицы сложной формы (а) и ее спектр (б). Надо отметить, что спектр этой частицы похож на спектр 2-й частицы на рис. 21, в. В 13-й частице также присутствует много кремния. В табл. 20 приведен элементный состав 13-й частицы на рис. 28, а.

В 13-й частице содержится много кислорода ( $69,18$  ат. %), относительно мало углерода ( $13,25$  ат. %), очень много кремния ( $24,29 \pm 1,12$  вес. %), натрия



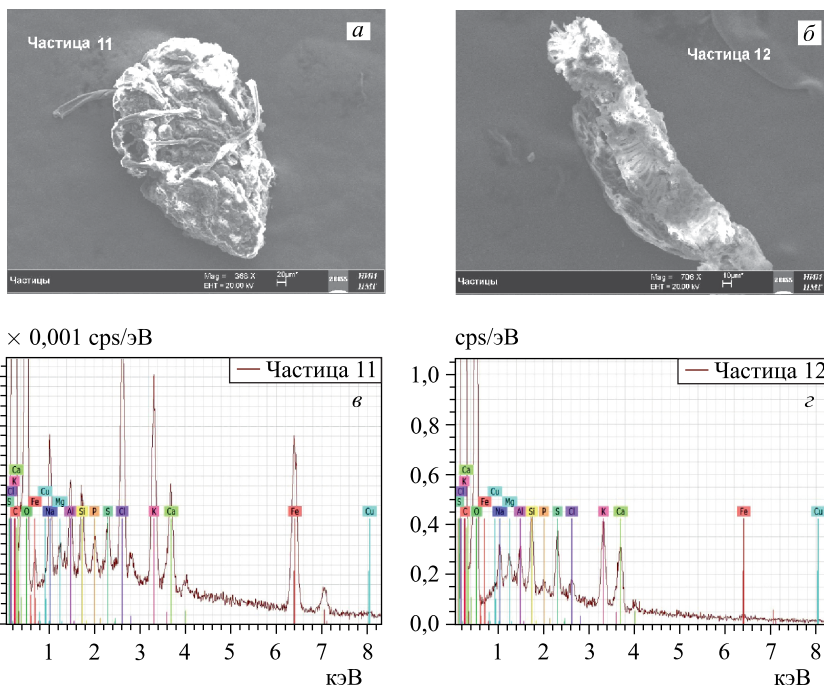


Рис. 27. РЭМ-изображения 11-й и 12-й частиц (а и б), а также их спектры (в и г)

Таблица 19. Элементный состав 11-й и 12-й частиц на рис. 27, а, б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	
		Частица 11	C, ат. %	Частица 12	C, ат. %
Углерод	K	32,86 ± 3,35	43,33	40,33 ± 5,30	48,71
Кислород	K	49,93 ± 7,34	49,32	53,35 ± 6,85	48,37
Натрий	K	2,35 ± 0,15	1,62	1,08 ± 0,11	0,68
Магний	K	0,38 ± 0,05	0,24	0,54 ± 0,06	0,32
Алюминий	K	0,75 ± 0,06	0,44	0,45 ± 0,05	0,24
Кремний	K	0,50 ± 0,04	0,28	0,59 ± 0,06	0,30
Фосфор	R	0,24 ± 0,04	0,12	0,08 ± 0,03	0,04
Сера	K	0,46 ± 0,04	0,23	0,49 ± 0,05	0,22
Хлор	K	2,62 ± 0,10	1,17	0,19 ± 0,04	0,08
Калий	K	2,10 ± 0,08	0,85	1,33 ± 0,07	0,49
Кальций	K	1,34 ± 0,06	0,53	1,31 ± 0,07	0,47
Железо	K	6,42 ± 0,17	1,82	0,16 ± 0,04	0,04
Медь	K	0,15 ± 0,04	0,04	0,09 ± 0,04	0,02

(1,13 ± 0,11 вес. %), магния (0,60 ± 0,07 вес. %), алюминия (1,25 ± 0,10 вес. %) и в небольшом количестве железо (0,36 ± 0,05 вес. %).

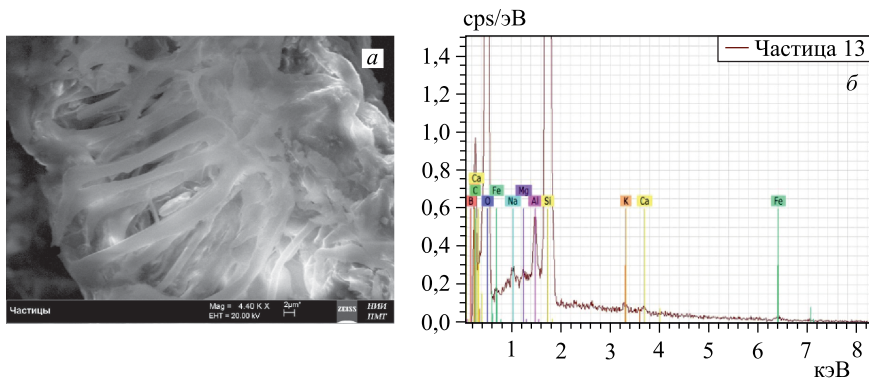


Рис. 28. РЭМ-изображение 13-й частицы сложной формы (а) и ее спектр (б)

Таблица 20. Элементный состав 13-й частицы на рис. 28, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$9,05 \pm 1,84$	13,25
Кислород	К	$62,99 \pm 7,83$	69,18
Натрий	К	$1,13 \pm 0,11$	0,86
Магний	К	$0,60 \pm 0,07$	0,44
Алюминий	К	$1,25 \pm 0,10$	0,82
Кремний	К	$24,29 \pm 1,12$	15,20
Калий	К	$0,16 \pm 0,04$	0,07
Кальций	К	$0,17 \pm 0,04$	0,07
Железо	К	$0,36 \pm 0,05$	0,11

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

В данной работе представлены результаты по РЭМ- и РМЗА-исследованиям только ВО (рис. 1, поз. 1) и синтезированных частиц. Данные, полученные при изучении двух реакционных втулок (рис. 1, поз. 4), палладиевого стержня (рис. 1, поз. 2) и сборника продуктов реакций (рис. 1, поз. 3), будут представлены в отдельной статье ввиду значительного количества имеющейся информации.

По результатам РЭМ- и РМЗА-исследований ВО из бериллиевой бронзы можно сделать вывод, что при большом времени облучения ( $\approx 3,5 \cdot 10^5$  с) НенРС с палладиевым стержнем внутри значительные изменения произошли на внешней боковой и торцевой поверхностях ВО. Боковая поверхность ВО покрылась толстым слоем зеленовато-желтоватого цвета, что хорошо видно на рис. 2, а, 4 и 5 (т. 1 и 2), состоящим преимущественно из углерода (16,72 ат. %), кислорода (46,42 ат. %) и хлора (10,72 ат. %) (табл. 2).

Значительные изменения претерпела часть боковой поверхности ВО, обозначенная как ВО4 (рис. 2, б), представляющая собой резьбу с большим ко-

личеством различных структур во впадинах резьбы. В частности, была обнаружена частица с кристаллографической огранкой, состоящей из углерода (35,31 ат. %), кислорода (49,72 ат. %), фтора (1,08 ат. %), меди (0,62 ат. %) и значительного количества алюминия (13,28 ат. %). Особый интерес представляют структуры в виде шариков и шариков на «ножках», которые покрывают неоднородности на резьбе. На рис. 9, *г* в т. 11 содержание углерода составляет 82,38 ат. %, на рис. 10 в т. 12 и 13 — 82,90 и 79,14 ат. % соответственно. При этом в т. 13 также присутствуют металлы: титан (0,51 ат. %), хром (0,01 ат. %), железо (1,03 ат. %), медь (1,18 ат. %) и цинк (0,18 ат. %). На рис. 11 представлены углеродные структуры в виде друз, а на рис. 16, *а, б* в т. 19 концентрация углерода также высока — 74,39 ат. %.

Структуры в виде шариков на рис. 10, *а, б* в т. 12 и 13 (табл. 7) содержат много железа и меди: 4,64 и 0,83 ат. %; 1,03 и 1,18 ат. % соответственно.

На торцевой части ВО на рис. 18, *а, б* в т. 32; на рис. 19, *а, б* в т. 33 и рис. 20 в т. 34 и 35 присутствуют углерод и азот в связанном химическом состоянии: 71,56 и 11,14 ат. %; 55,69 и 17,88 ат. %; 63,35 и 7,83 ат. % соответственно.

Все синтезированные частицы были изучены методами РЭМ и РМЗА. В 1-й частице (рис. 21, *а, б*, табл. 15) мало углерода (13,06 ат. %), много кислорода (54,39 ат. %), натрия (0,96 ат. %), магния (5,02 ат. %), кремния (4,87 ат. %), хлора (12,99 ат. %) и кальция (6,98 ат. %). Присутствуют металлы: титан (0,08 ат. %), железо (0,63 ат. %), молибден (0,36 ат. %) — и полуметалл барий (0,07 ат. %).

Во 2-й частице (рис. 21, *а, в*) содержание углерода — 19,09 ат. %, кислорода — 63,23 ат. % и кремния — 13,35 ат. %, присутствует железо.

В 3-й частице (рис. 21, *а, г*) обнаружены: углерод (38,39 ат. %), много кислорода (52,42 ат. %) и химически связанного азота (5,05 ат. %), имеются: натрий (0,71 ат. %), магний (0,50 ат. %), алюминий (0,70 ат. %), кремний (0,94 ат. %) и калий (0,57 ат. %).

В 4-й частице (рис. 23, *а, б*) наблюдаются сравнимые концентрации углерода (41,14 ат. %) и кислорода (53,09 ат. %), присутствуют: химически связанный фтор (0,53 ат. %), натрий (1,26 ат. %), много калия (0,65 ат. %) и кальция (1,69 ат. %).

В 5-й частице (рис. 23, *а, в*) преобладает углерод (56,27 ат. %), наблюдается высокая концентрация кислорода (38,87 ат. %), много хлора (0,99 ат. %) и кальция (2,15 ат. %).

В 6-й частице (рис. 23, *а, г*) много кислорода (62,30 ат. %), алюминия (1,26 ат. %) и кремния (13,60 ат. %), присутствуют титан (0,02 ат. %), медь (0,04 ат. %) и барий (0,02 ат. %).

Отметим наличие во всех трех частицах (4-й, 5-й и 6-й) железа: 0,07, 0,04 и 0,26 ат. % соответственно.

В 7-й частице (рис. 24, *а, в*) много кислорода (66,54 ат. %), много кальция (10,79 ат. %), обнаружен фтор (0,94 ат. %), и, что удивительно: в спектре

проявились линии аргона (0,02 ат. %), который может находиться только в порах частицы или по границам зерен.

В 8-й частице (рис. 24, *a, z*) много углерода (48,19 ат. %) и меди (32,46 ат. %), а также алюминия (5,01 ат. %).

В 9-й частице (рис. 25, *a, в*) наблюдаются сравнимые концентрации углерода (42,47 ат. %) и кислорода (55,59 ат. %), а также присутствуют в малых количествах элементы от натрия (0,07 ат. %) до кальция (0,07 ат. %).

В 10-й частице (рис. 25, *a, z*) много углерода (61,04 ат. %), меньше кислорода (30,79 ат. %), относительно много натрия (1,92 ат. %), хлора (1,13 ат. %) и калия (1,55 ат. %) с кальцием (0,96 ат. %). Присутствуют металлы: железо (0,85 ат. %), никель (0,02 ат. %), медь (0,19 ат. %) и цинк (0,15 ат. %).

В 11-й частице (рис. 27, *a, в*) содержится: углерод (43,33 ат. %), кислород (49,32 ат. %), много натрия (1,62 ат. %), хлора (1,17 ат. %), калия (0,85 ат. %), кальция (0,53 ат. %) и железа (1,82 ат. %).

В 12-й частице (рис. 27, *a, z*) обнаружены углерод (48,71 ат. %) и кислород (48,37 ат. %) в равных пропорциях, элементы от натрия (0,68 ат. %) до кальция (0,47 ат. %), а также металлы — железо (0,04 ат. %) и медь (0,02 ат. %).

В 13-й частице, сложной формы (рис. 28), содержится много кислорода (69,18 ат. %), кремния (15,20 ат. %), натрия (0,86 ат. %), магния (0,44 ат. %) и алюминия (0,82 ат. %).

Следует сделать по всем измерениям два замечания.

1. Отметим, что значительное количество кислорода практически во всех частицах может быть связано с процессами окисления их поверхностей после вынимания из атмосферы гелия и обусловлено промежутком времени до исследований методами РЭМ и РМЗА.

2. При РМЗА водород, дейтерий и гелий не регистрируются.

Для интерпретации полученных результатов по обнаруженным химическим элементам феноменологическое описание ядерных реакций деления палладия и синтеза элементов из гелия концептивно представлено в [12, 18, 19, 21, 24, 25].

#### ЛИТЕРАТУРА

1. *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. 22001. P. 1–6.
2. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R.* Nuclear Reactions in Deuterium-Saturated Palladium under Irradiation by 10 MeV  $\gamma$ -Quanta in Dense Molecular Deuterium at 1.2 kbar Pressure // *Eur. Phys. Lett.* 2013. V. 103. 42002. P. 1–6.
3. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R.* Chemical Composition and Structural Phase Changes of Novel Synthesized Structure and of Pd Sample under  $\gamma$ -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.
4. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Синтез новых структур в плотном газообразном дейтерии и насыщенном дейтерием палладии при ядерных реакциях, инициирован-

- ных  $\gamma$ -квантами // Физика и химия обработки материалов. 2012. №5. С. 5–13; Препринт ОИЯИ P15-2012-50. Дубна, 2012.
5. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T.* Deuteron Disintegration, Thermonuclear and Nuclear Fission Reactions Induced by  $\gamma$ -Quanta in D-Saturated Palladium and Dense Deuterium Gas with Synthesis of New Structures // J. Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2013. V. 7, No. 2. P. 239–247.
  6. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R.* Synthesis of New Structures in Dense Deuterium Gas and Deuterated Palladium under Nuclear Reactions Induced by  $\gamma$  Quanta // Inorganic Materials: Applied Research. 2013. V. 4, No. 3. P. 5–13.
  7. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T.* Changes of Surface Structure and Elemental Composition of Pd Rod and Collector of Nuclear Reaction Products Irradiated with 10-MeV  $\gamma$ -Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10, No. 7. P. 804–819; Препринт ОИЯИ P15-2013-15. Дубна, 2013. 34 с.
  8. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T.* Changes of Surface Structure and Elemental Composition of Components of Deuterium High-Pressure Chamber with Pd Rod Inside Irradiated with 10-MeV  $\gamma$ -Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10, No. 7. P. 820–832; Препринт ОИЯИ P15-2013-20. Дубна, 2013. 29 с.
  9. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Синтез микрочастиц в водороде (1 кбар) под действием тормозных  $\gamma$ -квантов (10 МэВ) на внутренних поверхностях компонентов камеры высокого давления // Письма в ЭЧАЯ. 2015. Т. 12. № 1(192). С. 171–198.
  10. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Синтез микрочастиц в водороде (1 кбар) под действием тормозных  $\gamma$ -квантов (10 МэВ) в реакционной камере // Письма в ЭЧАЯ. 2015. Т. 12, № 1(192). С. 199–230.
  11. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R., Wilczynska-Kitowska T.* The Carbon-Based Structures Synthesized through Nuclear Reactions in Helium at 1.1 kbar Pressure under Irradiation with Braking  $\gamma$ -Rays of 10 MeV Threshold Energy // Eur. Phys. Lett. 2015. V. 109. 22001. P. 1–6.
  12. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Свойства структур на основе углерода, синтезированных в ядерных реакциях в гелии при давлении 1,1 кбар под действием облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-38. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  13. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Ядерные реакции, синтез химических элементов и новых структур в плотном гелии при давлении 1,1 кбар при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-50. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  14. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Вилчиньска-Китовска Т.* Синтез структур на основе углерода в ядерных реакциях под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с пороговой энергией 10 МэВ в спектрально-чистом гелии при давлении 1,1 кбар // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2015. № 11. С. 84–95.
  15. *Дидык А. Ю., Вишневецкий Р.* Синтез новых структур и образование химических элементов в плотном гелии при давлении 3,05 кбар при облучении тормозными

- $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-87. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
16. 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 P15-2014-6. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  17. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. 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. Препринт ОИЯИ P15-2014-7. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  18. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Structure and Chemical Composition Changes of Pd Rod and Reaction Product Collector Irradiated by 10 MeV Braking Gamma Quanta inside High Pressure Chamber Filled with 2.5 kbar Molecular Hydrogen // Phys. Part. Nucl. Lett. 2014. V. 11, No. 4. P. 513–527; Препринт ОИЯИ P15-2013-80. Дубна, 2013.
  19. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Ядерные реакции с синтезом микрочастиц в водороде при давлении 3,5 кбар в присутствии олова при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-89. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  20. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Ядерные реакции с синтезом микрочастиц в ННРС при давлении 3,5 кбар водорода с цилиндром из олова под действием облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-88. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (направлено).
  21. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Вилчиньска-Китовска Т., Исхакова Л. Д. Синтез микрочастиц в плотном водороде при давлении 3,5 кбар с оловянным стержнем под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ P15-2014-104. Дубна, 2014.
  22. Дидык А. Ю. Ядерные реакции синтеза и деления химических элементов и образование новых структур в плотных газах  $H_2$ ,  $D_2$  и He при облучении 10-МэВ  $\gamma$ -квантами // Физика и химия обработки материалов. 2015. № 2. С. 5–19.
  23. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Образование новых структур и элементов в плотных газах  $H_2$ ,  $D_2$  и He при облучении  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2015 (направлено).
  24. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Properties of Hydrogen and Its Isotopes under High Pressure, and Technological Applications. Dubna: JINR, 2013. 320 p.
  25. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Phenomenological Nuclear-Reaction Description in Deuterium-Saturated Palladium and Synthesized Structure in Dense Deuterium Gas under  $\gamma$ -Quanta Irradiation // Part. Nucl., Lett. 2013. V. 10, No. 3(180). P. 437–457; JINR Preprint E15-2012-35. Dubna, 2012.

Получено 12 мая 2015 г.

Редактор *А. И. Петровская*

Подписано в печать 23.10.2015.

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

Усл. печ. л. 2,4. Уч.-изд. л. 3,6. Тираж 225 экз. Заказ № 58665.

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/)