

P15-2015-34

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

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ  
НОВЫХ СТРУКТУР И ЭЛЕМЕНТОВ В HeHPC  
С ПАЛЛАДИЕВЫМ СТЕРЖНЕМ ВНУТРИ  
ПРИ ДАВЛЕНИИ 2,4 КБАР В РЕЗУЛЬТАТЕ  
ВОЗДЕЙСТВИЯ ТОРМОЗНЫХ  $\gamma$ -КВАНТОВ  
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., Вишневецки Р., Семин В. А.

P15-2015-34

Исследование процессов образования новых структур и элементов в HeHPC с палладиевым стержнем внутри при давлении 2,4 кбар в результате воздействия тормозных  $\gamma$ -квантов с максимальной энергией 10 МэВ

Камера высокого давления гелия (2,4 кбар) с палладиевым стержнем внутри была облучена тормозными  $\gamma$ -квантами (с энергией до 10 МэВ) в течение длительного времени ( $\approx 3,5 \cdot 10^5$  с). При вскрытии камеры на стенках обеих внутренних втулок, на боковой и торцевых поверхностях палладиевого стержня и сборника продуктов реакций были обнаружены множественные объекты с элементным составом от азота до бария. Особенно значительные изменения претерпел палладиевый стержень, который покрылся множественными пятнами, состоящими из цинка и азота. Исследуется образование новых элементов и структур, и проводится сравнение с двумя предыдущими экспериментами в HeHPC без палладиевого стержня внутри.

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.

P15-2015-34

A Study of the Formation of New Structures and Elements in HeHPC with Palladium inside at a Pressure of 2.4 kbar under the Influence of 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) for a long time ( $\approx 3.5 \times 10^5$  s). On opening the chamber, multiple objects with element composition from nitrogen to barium were detected on the walls of both the internal sleeves, on the side and end surfaces of the palladium cylinder and collector of the reaction products. The palladium rod underwent especially significant changes: it became covered with multiple spots of zinc oxide. A model of the formation of new elements and structures is briefly discussed, and comparison with two previous HeHPC experiments without palladium is carried out.

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

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

## ВВЕДЕНИЕ

Результаты цикла исследований протекания ядерных реакций деления и слияния с образованием химических элементов и с синтезом из них новых частиц, структур и покрытий кратко описаны во введении к работе [1].

Данная статья является продолжением описания обнаруженных аномалий в камере высокого давления спектрально чистого гелия с палладиевым стержнем внутри (HeHPC) после облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ, которые не вошли в [1]. Поэтому в этой работе будут представлены результаты исследований поверхности палладиевого стержня, двух втулок и сборника продуктов ядерных и химических реакций.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Схема экспериментальной камеры высокого давления гелия (HeHPC) и условия облучения тормозными  $\gamma$ -квантами представлены в работе [1].

**РЭМ- и РМЗА-исследования торца палладиевого стержня со стороны входа  $\gamma$ -квантов.** На рис. 1, *a* и *b* приведены два изображения участков поверхности торца палладиевого стержня (ПС) при увеличениях 1,96 КХ и 7,11 КХ, полученные с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ); в т. 28 проведен рентгеновский микрозондовый анализ (РМЗА), соответствующий спектр показан на рис. 1, *в*. В табл. 1 описаны концентрации элементов в т. 28 рис. 1, *б*.

Можно сделать вывод, что исследованная с помощью РМЗА структура во впадине на торце ПС состоит преимущественно из меди (19,93 ат. %) с очень большой концентрацией кислорода (45,66 ат. %), также присутствуют в большом количестве химически связанные азот (23,33 ат. %) и фтор (3,83 ат. %). Отметим отсутствие углерода!

На рис. 2, *a* и *b* представлены две относительно крупные структуры, в т. 29 и 30 которых проведен РМЗА, на рис. 2, *в* и *г* — соответствующие спектры. В табл. 2 приведены концентрации элементов.

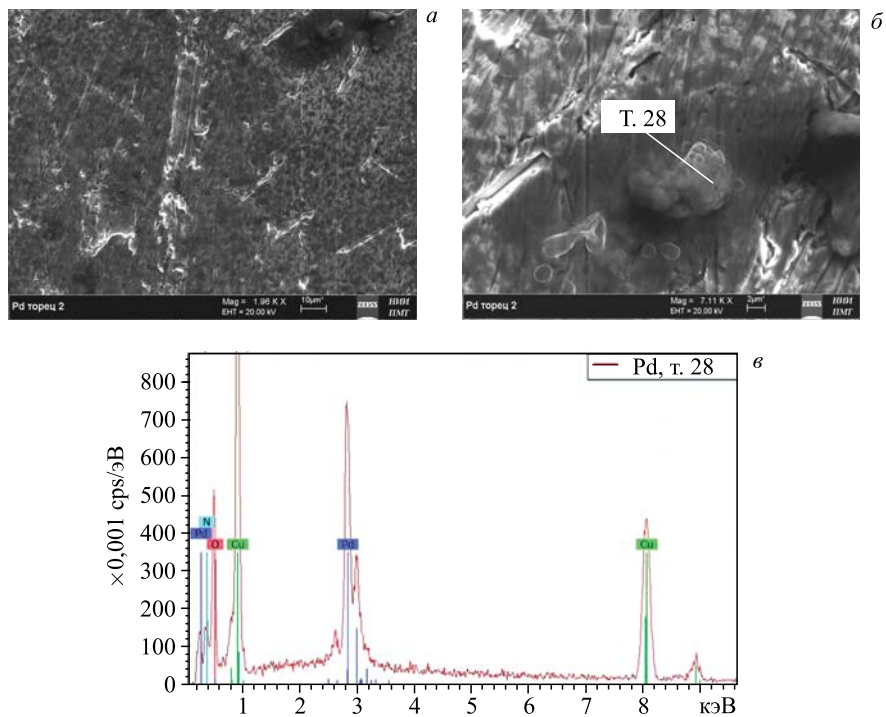


Рис. 1. РЭМ-изображения двух участков поверхности торца ПС (а, б), в т. 28 проведен РМЗА, и соответствующий спектр (в)

Таблица 1. Концентрации элементов в т. 28 на рис. 1, б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %
Азот	К	$10,50 \pm 2,75$	23,33
Кислород	К	$23,46 \pm 4,51$	45,66
Фтор	К	$2,34 \pm 0,91$	3,83
Хлор	К	$0,86 \pm 0,08$	0,76
Медь	К	$40,68 \pm 1,27$	19,93
Палладий	L	$22,16 \pm 0,78$	6,49

Изученные структуры содержат углерод (68,59 и 49,58 ат. %), кислород (23,85 и 32,98 ат. %) и медь (0,43 и 0,46 ат. %). В структуре на рис. 2, а присутствуют: титан (0,85 ат. %), медь (0,43 ат. %) и цирконий (0,14 ат. %), а также элементы от химически связанного фтора (0,40 ат. %) до серы (0,16 ат. %).

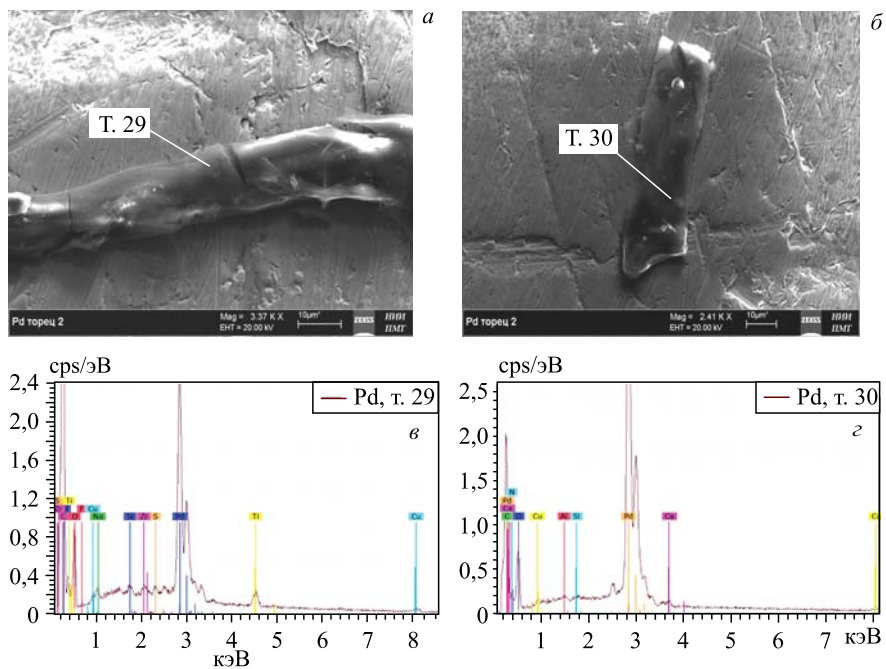


Рис. 2. РЭМ-изображения двух относительно крупных структур (а, б), в т. 29 и 30 которых проведен РМЗА, и соответствующие спектры (в и з)

Таблица 2. Концентрации элементов в т. 29 и 30 на рис. 2, а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 29		Т. 30	
Углерод	К	44,83 ± 2,60	68,59	20,55 ± 2,04	49,58
Кислород	К	20,76 ± 1,48	23,85	18,21 ± 2,13	32,98
Фтор	К	0,41 ± 0,10	0,40	—	—
Натрий	К	0,61 ± 0,05	0,49	—	—
Алюминий	К	—	—	0,19 ± 0,04	0,20
Кремний	К	0,29 ± 0,03	0,19	0,12 ± 0,03	0,13
Сера	К	0,28 ± 0,03	0,16	—	—
Кальций	К	—	—	0,76 ± 0,05	0,56
Титан	К	2,21 ± 0,06	0,85	—	—
Медь	К	1,48 ± 0,06	0,43	1,01 ± 0,07	0,46
Цирконий	К	0,68 ± 0,04	0,14	—	—
Палладий	L	28,44 ± 0,46	4,91	59,15 ± 1,43	16,10

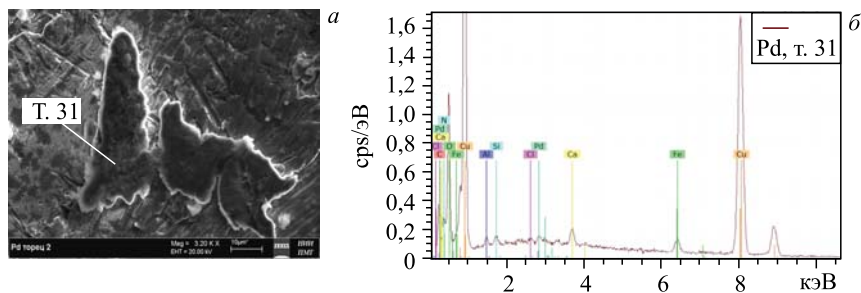


Рис. 3. РЭМ-изображение двух структур в виде двух плоских образований сложной формы (а), в т. 31 сделан РМЗА; соответствующий спектр (б)

Таблица 3. Концентрации элементов в т. 31 на рис. 3, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	K	$10,79 \pm 1,86$	24,65
Азот	K	$8,70 \pm 1,56$	17,05
Кислород	K	$17,81 \pm 2,41$	30,55
Алюминий	K	$0,42 \pm 0,05$	0,43
Кремний	K	$0,36 \pm 0,05$	0,36
Хлор	K	$0,12 \pm 0,03$	0,09
Кальций	K	$0,73 \pm 0,05$	0,50
Железо	K	$1,34 \pm 0,07$	0,66
Медь	K	$59,28 \pm 1,52$	25,60
Палладий	L	$0,44 \pm 0,05$	0,11

На рис. 3, а представлены структуры в виде двух плоских образований сложной формы, относительно больших размеров, в т. 31 сделан РМЗА, на рис. 3, б — соответствующий спектр. В табл. 3 показаны концентрации элементов.

Можно сделать вывод, что обе частицы состоят преимущественно из меди (25,60 ат. %), кислорода (30,55 ат. %), углерода (24,65 ат. %), химически связанного азота (17,05 ат. %), а также кальция (0,50 ат. %) и железа (0,66 ат. %).

**РЭМ- и РМЗА-исследования боковой поверхности палладиевого стержня.** На рис. 4 приведены РЭМ-изображения структуры боковой поверхности ПС, ближе к месту входа  $\gamma$ -квантов, с увеличениями 1,34 КХ (а) и 1,96 КХ (б). Видно, что поверхность палладия покрыта темными пятнами малого размера.

Обнаружено много черных пятен высокой плотности, покрывающих всю поверхность. На рис. 5 представлены РЭМ-изображения боковой поверхности ПС ближе к центральной части (а, б) и у правого конца (в, г), т. е. ближе к месту выхода  $\gamma$ -квантов. Как видно из рис. 4 и 5, плотность пятен и их сред-

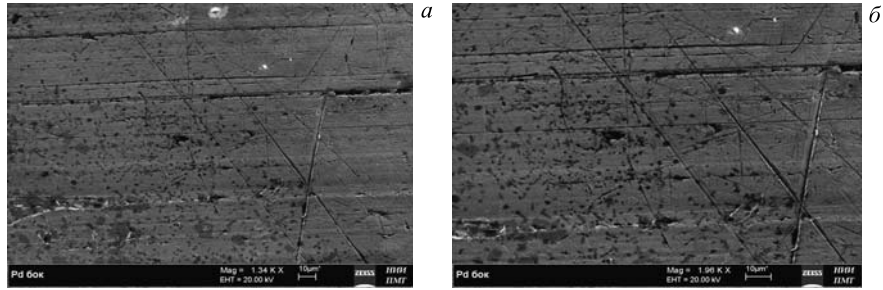


Рис. 4. РЭМ-изображения структуры боковой поверхности ПС ближе к месту входа  $\gamma$ -квантов

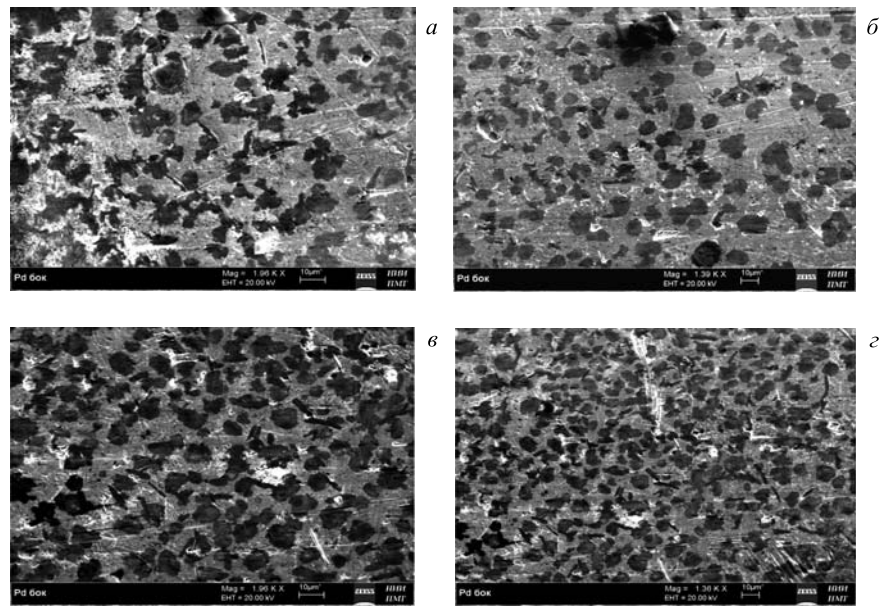


Рис. 5. РЭМ-изображения структуры боковой поверхности ПС: ближе к центральной части (*а, б*) и к месту выхода  $\gamma$ -квантов (*в, г*)

ний размер увеличиваются от места входа до места выхода  $\gamma$ -квантов из ПС. Черный цвет пятен означает, что элементный состав этих образований имеет меньшие атомные номера, чем палладий с атомным номером  $Z = 46$ .

На рис. 6, *а* с большим увеличением представлена боковая поверхность с черными пятнами, в т. 20 и 21 проведен РМЗА, на рис. 6, *б, в* — соответствующие спектры.

Из табл. 4 и вида исследованных структур на рис. 6, *а* можно сделать вывод, что структура с РМЗА в т. 20 — это поверхностное тонкопленочное

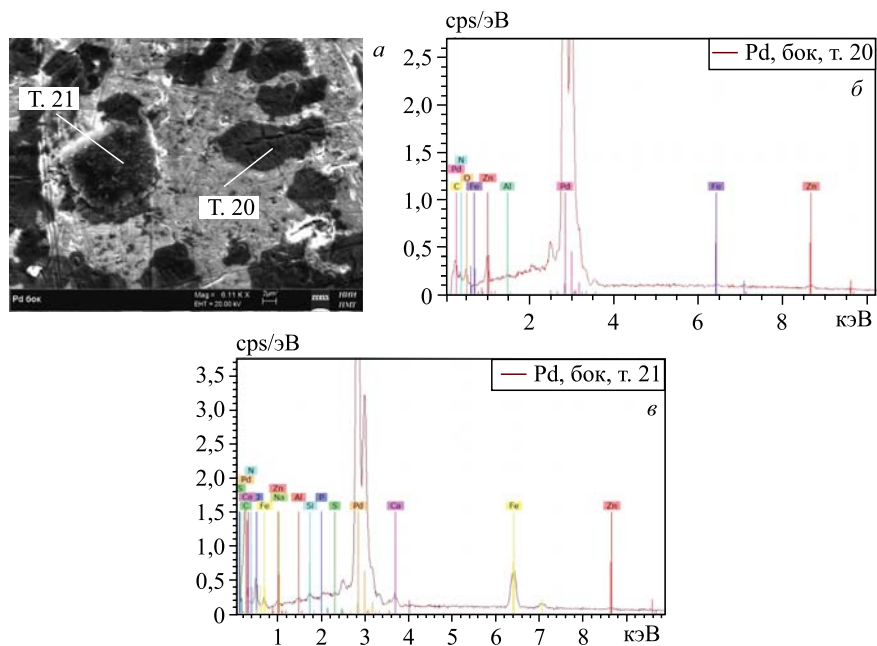


Рис. 6. Участок боковой поверхности ПС с черными пятнами и РМЗА в т. 20 и 21 (а); соответствующие спектры (б, в)

Таблица 4. Концентрации элементов в т. 20 и 21 на рис. 6, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$C$ , ат. %	
		Т. 20		Т. 21	
Углерод	K	$1,78 \pm 0,40$	8,42	$13,96 \pm 2,09$	45,09
Азот	K	$5,69 \pm 1,26$	23,13	—	—
Кислород	K	$6,06 \pm 1,28$	21,57	$9,33 \pm 1,76$	22,63
Алюминий	K	$0,15 \pm 0,04$	0,32	$0,28 \pm 0,05$	0,41
Кремний	K	$0,03 \pm 0,03$	0,05	$0,36 \pm 0,05$	0,50
Фосфор	K	—	—	$0,31 \pm 0,05$	0,39
Сера	K	—	—	$0,39 \pm 0,05$	0,47
Кальций	K	—	—	$1,21 \pm 0,08$	1,17
Железо	K	$0,19 \pm 0,04$	0,19	$6,66 \pm 0,23$	4,63
Цинк	K	$0,78 \pm 0,07$	0,68	$0,43 \pm 0,06$	0,26
Палладий	L	$85,32 \pm 2,79$	45,64	$67,06 \pm 2,27$	24,45

образование, а с РМЗА в т. 21 — это находящийся на поверхности объект с большей толщиной. Тонкопленочный объект (т. 20), так как концентрация палладия велика (45,64 ат. %), содержит мало углерода (8,42 ат. %) и кисло-



рода (21,57 ат. %), но много азота (23,13 ат. %). Особо отметим присутствие железа (0,19 ат. %) и цинка (0,68 ат. %). Находящийся на поверхности другой объект (т. 21) содержит много углерода (45,09 ат. %), чуть меньше кислорода (22,63 ат. %), много железа (4,63 ат. %) и кальция (1,17 ат. %), а также элементы от алюминия (0,41 ат. %) до серы (0,47 ат. %), в том числе цинк (0,26 ат. %). Этот объект имеет небольшую толщину, так как концентрация палладия достигает 24,45 ат. %, а концентрация цинка мала (0,26 ат. %).

Можно сделать вывод, что покрывающая и плотно прилегающая к поверхности ПС тонкостенная черная пленка-пятно (т. 20) состоит из цинка (0,68 ат. %) и, возможно, железа (0,19 ат. %), под цинковой пленкой находится много азота (23,13 ат. %). Черная пленка имеет малую толщину ввиду высокой концентрации палладия (45,64 ат. %) и малой концентрации цинка.

Ниже приведем данные более детальных исследований черных пятен.

На рис. 7, *а* показано РЭМ-изображение с большим увеличением — 15,71 КХ — отдельно взятого черного пятна с РМЗА в т. 22, на рис. 7, *б* — соответствующий спектр.

В табл. 5 представлены концентрации элементов в т. 22. При измерении спектра вначале его набора концентрация азота была более высокой, а затем уменьшилась до измеренного и приведенного значения в табл. 5. На поверхности пятна вспучились отдельные участки (их хорошо видно на рис. 7, *а*), что внешне напоминает блистеринг. Можно сделать вывод, что под черным пятном из цинка содержится азот, в связанном и в свободном состояниях, часть которого десорбирует из-под пленки под действием электронного пучка (РЭМ), а другая часть собирается под пленкой в виде блистеров. Так как концентрация палладия очень высока, эта пленка имеет малую толщину.

На рис. 8, *а* представлена поверхность ПС с черными пятнами до изучения ее методом РМЗА, за исключением левого пятна по центру, которое представлено после исследования с помощью РМЗА на рис. 7, *а*, а на рис. 8, *б* показаны поверхности двух наиболее крупных пятен после облучения электронным пучком (20 кэВ) до вспучивания поверхностей черных пятен. Часть

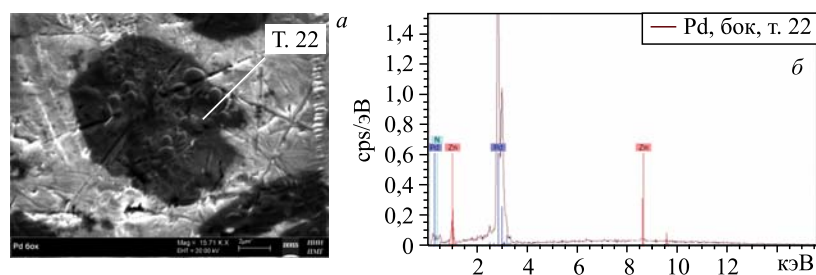


Рис. 7. РЭМ-изображение отдельно взятого пятна с РМЗА в т. 22 (*а*) и спектр (*б*)

Таблица 5. Концентрации элементов в т. 22 на рис. 7, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Азот	К	$6,47 \pm 2,21$	34,29
Цинк	К	$0,94 \pm 0,09$	1,07
Палладий	L	$92,60 \pm 3,26$	64,64

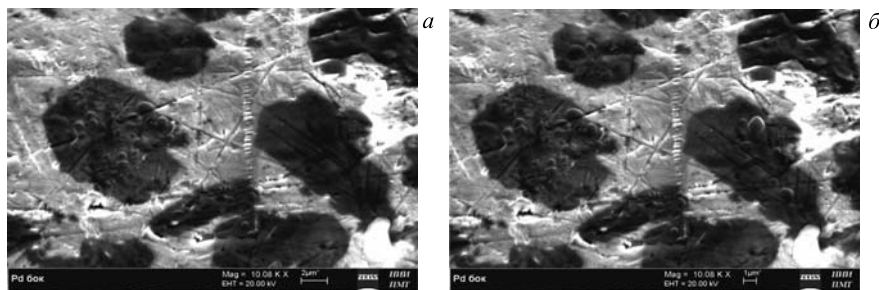


Рис. 8. РЭМ-изображение поверхности ПС с черными пятнами до изучения методом РМЗА, за исключением крупного пятна слева (а), и после облучения двух наиболее крупных пятен (двух центральных крупных и верхнего) электронами (б)

вспучившихся участков поверхности типа азотных блистеров лопнула под действием электронного пучка.

Но, помимо черных пятен, на боковой поверхности ПС присутствуют структуры типа стержней, которые представлены на рис. 9, а, б, их спектры в т. 23 и 24 приведены на рис. 9, в и г. В табл. 6 показаны соответствующие концентрации элементов в т. 23 и 24 на рис. 9, а и б.

Как видно, в обеих структурах в т. 23 и 24 присутствует в значительных количествах цинк (6,87 и 5,15 ат. %), имеется также железо (0,93 и 0,79 ат. %), помимо этого структура на рис. 9, а содержит большое количество азота (41,20 ат. %), а на рис. 9, б — кислорода (47,97 ат. %). Возможно,

Таблица 6. Концентрации элементов в т. 23 и 24 на рис. 9, а, б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$C$ , ат. %	
		Т. 23	Т. 24	Т. 23	Т. 24
Углерод	К	—	—	$2,93 \pm 1,08$	12,01
Азот	К	$8,97 \pm 2,00$	41,20	—	—
Кислород	К	—	—	$15,60 \pm 3,94$	47,97
Железо	К	$0,80 \pm 0,07$	0,93	$0,90 \pm 0,11$	0,79
Цинк	К	$6,90 \pm 0,27$	6,87	$6,84 \pm 0,34$	5,15
Палладий	L	$83,42 \pm 2,87$	51,00	$73,73 \pm 2,42$	34,08

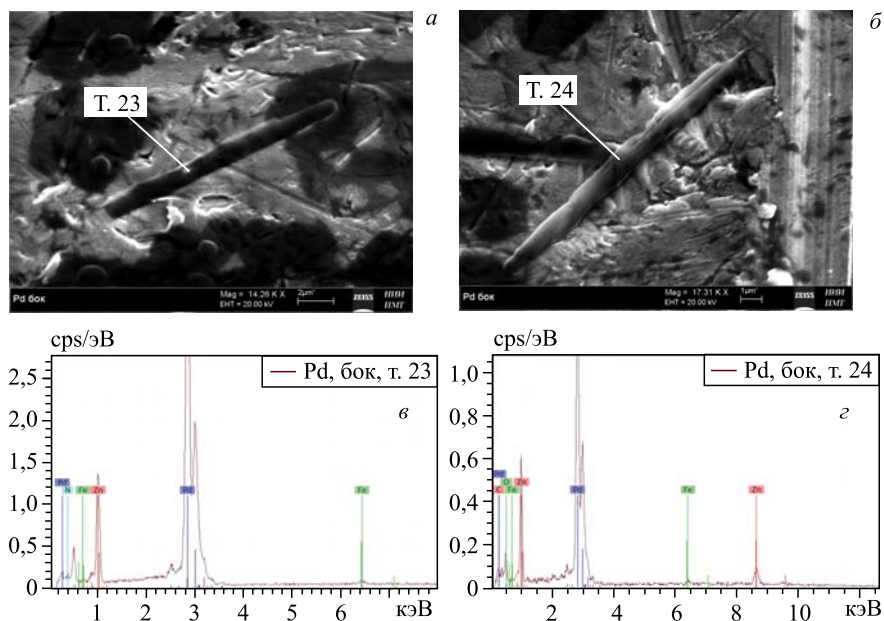


Рис. 9. РЭМ-изображения протяженных структур типа стержней (*а, б*) и спектры в т. 23 и 24 (*в, г*)

эти две структуры — свернувшиеся в трубки пятна с боковой поверхности ПС, особенно это касается структуры на рис. 9, *а* с большим содержанием азота и цинка.

**РЭМ- и РМЗА-исследования торца ПС в месте выхода  $\gamma$ -квантов.** На рис. 10 представлено РЭМ-изображение длинной полоски более 120 мкм (на поверхности торца ПС) с видимыми тремя вкраплениями на ней (*а*), в т. 22 сделан РМЗА, а также спектр (*б*). В табл. 7 приведены концентрации элементов в т. 22 на рис. 10, *а*.

Из таблицы следует, что в полоске много кислорода (61,89 ат. %), относительно мало углерода (11,73 ат. %), присутствуют сера (0,40 ат. %), титан (0,41 ат. %) и медь (0,78 ат. %). Помимо этого обнаружена платина — 1,01 ат. % (порядковый номер  $Z = 78$ ).

Ниже представлены РЭМ-изображения двух вкраплений в полоску на рис. 11, *а* и *б* с РМЗА в т. 23 и 24, а также соответствующие спектры (рис. 11, *в* и *г*). В табл. 8 показаны концентрации элементов в указанных точках.

Из данных табл. 8 можно сделать вывод, что частица, вплавленная в полоску (рис. 11, *а*, т. 23), состоит преимущественно из меди (25,82 ат. %) и кислорода (59,64 ат. %), помимо этого содержит калий (1,72 ат. %), титан

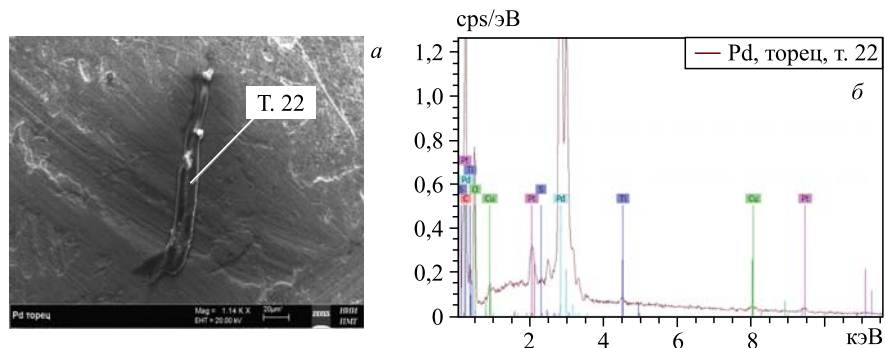


Рис. 10. РЭМ-изображение длинной полоски на поверхности торца ПС (а), в т. 22 сделан РМЗА, и соответствующий спектр (б)

Таблица 7. Концентрации элементов в т. 22 на рис. 10, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	K	$3,59 \pm 0,53$	11,73
Кислород	K	$25,21 \pm 2,79$	61,89
Алюминий	K	$0,04 \pm 0,03$	0,06
Кремний	K	$0,08 \pm 0,03$	0,11
Сера	K	$0,32 \pm 0,04$	0,40
Титан	K	$0,51 \pm 0,05$	0,41
Медь	K	$1,26 \pm 0,07$	0,78
Палладий	L	$63,96 \pm 1,56$	23,61
Платина	L	$5,03 \pm 0,20$	1,01

Таблица 8. Концентрации элементов в т. 23 и 24 на рис. 11, а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$C$ , ат. %	
		Т. 23	Т. 24	Т. 23	Т. 24
Углерод	K	—	—	$96,38 \pm 10,80$	97,45
Кислород	K	$11,38 \pm 1,87$	—	$3,31 \pm 0,81$	2,52
Алюминий	K	$0,10 \pm 0,03$	—	—	—
Сера	K	$0,60 \pm 0,04$	—	—	—
Калий	K	$1,76 \pm 0,06$	—	—	—
Титан	K	$2,79 \pm 0,07$	—	—	—
Медь	K	$42,81 \pm 0,60$	—	—	—
Палладий	L	$26,94 \pm 0,43$	—	$0,31 \pm 0,04$	0,04
Платина	L	$0,11 \pm 0,04$	—	—	—

(2,23 ат. %), серу (0,72 ат. %) и в малых количествах платину (0,02 ат. %). Частица на рис. 11, б (т. 24) состоит практически из чистого углерода (97,45 ат. %).

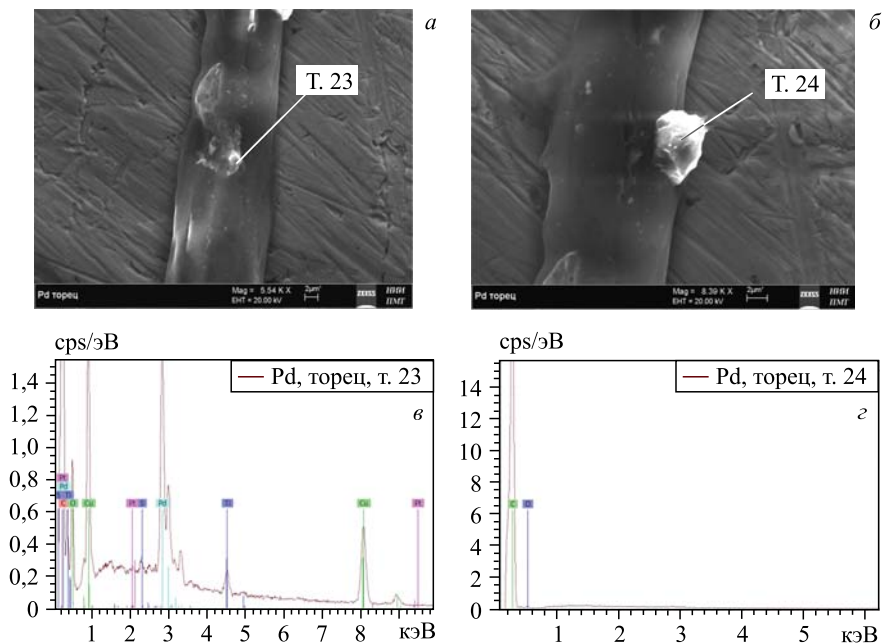


Рис. 11. РЭМ-изображения двух краплений в полосу (а и б), в т. 23 и 24 проведен РМЗА, и соответствующие спектры (в и г)

На рис. 12, а представлено РЭМ-изображение участка поверхности торца ПС (увеличение 5,38 КХ), покрытого темными пятнами высокой плотности, с частицей, в которой сделан РМЗА в т. 25, на рис. 12, б — РЭМ-изображение крупной частицы длиной около 70 мкм, в т. 26 которой также проведен РМЗА. На рис. 12, в и г показаны соответствующие спектры. В табл. 9 даны концентрации элементов в т. 25 и 26.

На рис. 12, а в т. 25 на поверхности торца ПС структура содержит медь (2,21 ат. %) и вся покрыта темными пятнами. В ней присутствует большое количество азота в химически связанном состоянии (19,05 ат. %) и кислород (14,83 ат. %). Структура на рис. 12, б покрыта растущими кристаллитами и содержит медь (1,19 ат. %), углерод (45,98 ат. %).

Наличие в обоих случаях бора (25,57 и 33,06 ат. %) трудно однозначно комментировать ввиду того, что хотя РМЗА и позволяет регистрировать бор и бериллий, а программа расчета элементного состава показывает наличие бора, тем не менее рентгеновские линии бора перекрываются с линиями других элементов. Поэтому если бор удалить и снова пересчитать концентрации всех элементов, то это только приведет к изменению концентрации легких элементов.

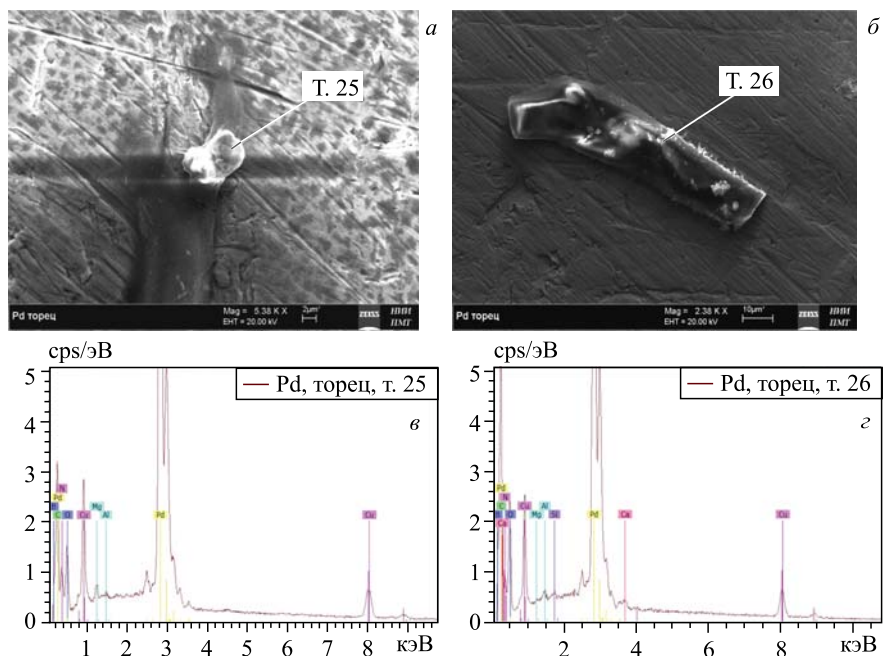


Рис. 12. РЭМ-изображения участка поверхности торца ПС с двумя частицами (а, б), в которых проведен РМЗА в т. 25 и 26, и соответствующие спектры (в и г)

Таблица 9. Концентрации элементов в т. 25 и 26 на рис. 12, а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	
		Т. 25		Т. 26	
Бор	К	13,35 ± 2,36	25,57	20,03 ± 3,28	33,06
Углерод	К	17,66 ± 2,36	30,47	30,95 ± 4,10	45,98
Азот	К	12,88 ± 2,02	19,05	—	—
Кислород	К	11,45 ± 1,71	14,83	12,68 ± 1,90	14,14
Магний	К	0,61 ± 0,06	0,52	0,02 ± 0,03	0,01
Алюминий	К	0,17 ± 0,04	0,13	0,13 ± 0,04	0,09
Кремний	К	—	—	0,09 ± 0,03	0,06
Кальций	К	—	—	0,32 ± 0,04	0,14
Медь	К	6,79 ± 0,22	2,21	4,59 ± 0,17	1,19
Палладий	L	37,08 ± 1,14	7,22	31,19 ± 1,02	5,33

Растущие структуры хорошо видны на рис. 13, а (РЭМ-изображение получено при увеличении 17,25 КХ) и на крупной структуре длиной более 120 мкм на рис. 13, б.

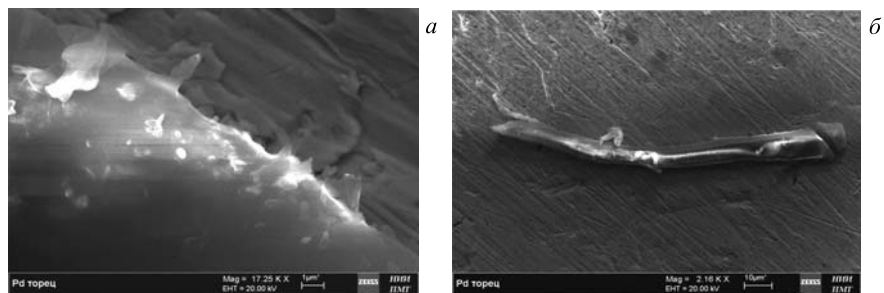


Рис. 13. РЭМ-изображения части структуры на рис. 12, *а* при увеличении 17,25 КХ (*а*) и крупной структуры длиной более 120 мкм (*б*)

На рис. 14, *а* представлено РЭМ-изображение участка поверхности торца ПС, в т. 27 которого проведен РМЗА, на рис. 14, *б* — соответствующий спектр. В табл. 10 приведены концентрации элементов на этом участке площадью  $21 \times 16$  мкм (рис. 14, *а*, т. 27).

Из табл. 10 видно, что в т. 27 мало углерода (6,70 ат.%) и кислорода (20,58 ат.%), много азота (18,86 ат.%). Учитывая высокую концентрацию

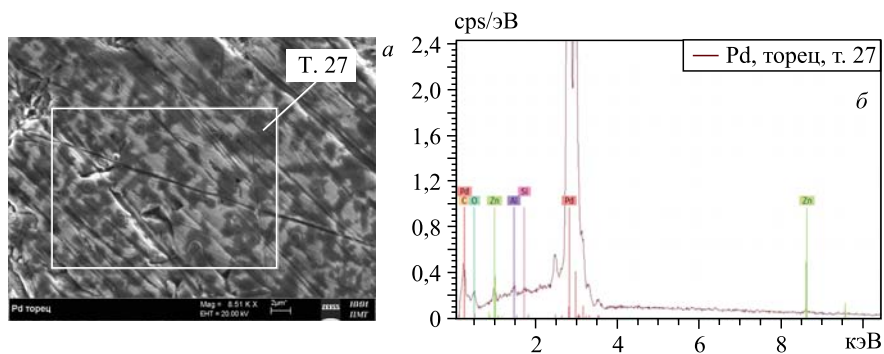


Рис. 14. РЭМ-изображение участка поверхности торца ПС, в т. 27 которого проведен РМЗА; соответствующий спектр (*б*)

**Таблица 10. Концентрации элементов с площади на рис. 14, *а* (т. 27)**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$1,28 \pm 0,29$	6,70
Азот	К	$4,19 \pm 0,91$	18,86
Кислород	К	$5,22 \pm 1,02$	20,58
Алюминий	К	$0,29 \pm 0,05$	0,67
Кремний	К	$0,13 \pm 0,03$	0,30
Цинк	К	$0,54 \pm 0,06$	0,52
Палладий	L	$88,36 \pm 2,52$	52,38

палладия (52,38 ат. %), можно утверждать о малой толщине пленки черных пятен из цинка (0,52 ат. %).

Для подтверждения этого вывода на рис. 15, *а* (с большим увеличением — 13,82 КХ) методом РМЗА исследованы участки поверхности торца ПС в темном пятне (т. 28) и вне этого пятна (т. 29). Результаты РМЗА — спектры — представлены на рис. 15, *б* и *в*. На рис. 15, *в* спектры наложены один на другой для сравнения. В табл. 11 приведены соответствующие концентрации элементов в т. 28 и 29.

Из таблицы видно, что в темном пятне (т. 28) отсутствует, как и выше, углерод, присутствуют в большом количестве азот (16,35 ат. %) и цинк (4,78 ат. %) с наличием кислорода (32,75 ат. %). А в области без темного пятна (т. 29) нет азота и цинка, вместо них присутствуют углерод (11,64 ат. %), кислород (16,17 ат. %), натрий (0,22 ат. %), алюминий (0,57 ат. %) и кремний (0,15 ат. %), наблюдается высокая концентрация палладия (71,25 ат. %).

На рис. 16, *а* на поверхности торца ПС при увеличении 979 X видны черные «смятые» фрагменты, на рис. 16, *б* представлено увеличенное РЭМ-изображение (увеличение 10,77 КХ) такого черного фрагмента с РМЗА в

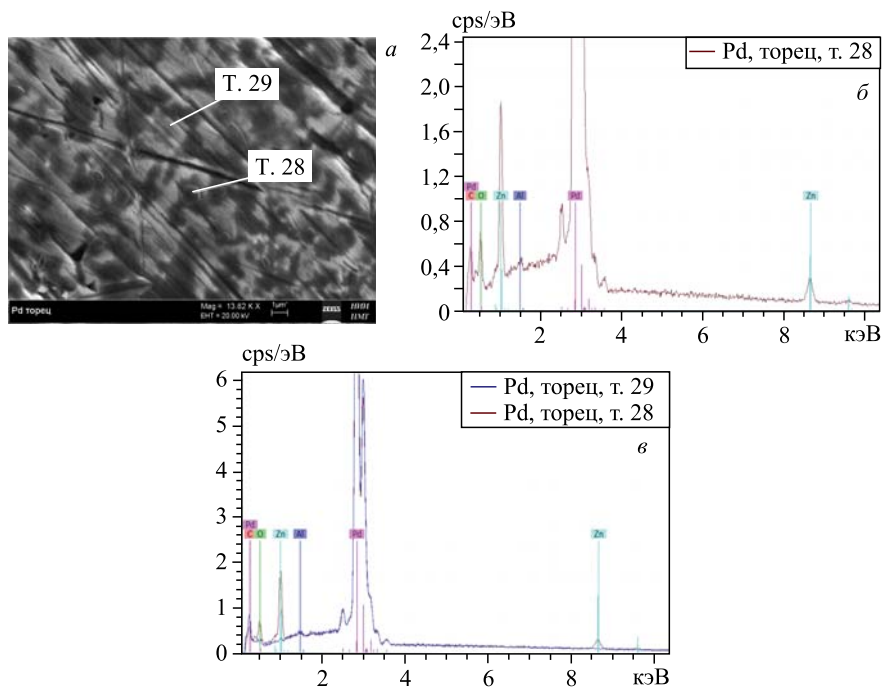


Рис. 15. РЭМ-изображение поверхности торца ПС в темном пятне (т. 28) и вне его (т. 29) и соответствующие спектры (*б* и *в*)



Таблица 11. Концентрации элементов в т. 28 и 29 на рис. 15, а

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 28		Т. 29	
Углерод	К	—	—	$1,75 \pm 0,34$	11,64
Азот	К	$3,85 \pm 0,84$	16,35	—	—
Кислород	К	$8,81 \pm 1,46$	32,75	$3,23 \pm 0,71$	16,17
Натрий	К	—	—	$0,06 \pm 0,03$	0,22
Алюминий	К	$0,15 \pm 0,04$	0,32	$0,19 \pm 0,04$	0,57
Кремний	К	—	—	$0,05 \pm 0,03$	0,15
Цинк	К	$5,26 \pm 0,19$	4,78	—	—
Палладий	L	$81,94 \pm 2,26$	45,80	$94,71 \pm 2,58$	71,25

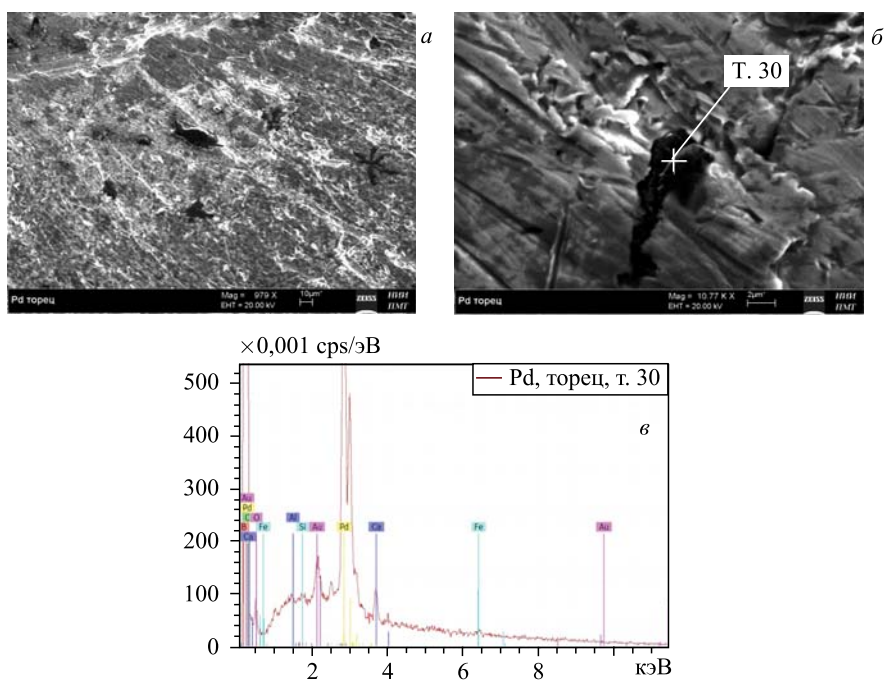


Рис. 16. РЭМ-изображения поверхности торца ПС с черными фрагментами (а, б) с РМЗА в т. 30 и соответствующий спектр (в)

т. 30, на рис. 16, в — соответствующий спектр. В табл. 12 показаны концентрации элементов в т. 30 на рис. 16, б.

Из таблицы видно, что черная «смятая» структура состоит преимущественно из углерода (88,92 ат. %), содержит элементы от кислорода (5,73 ат. %)

Таблица 12. Концентрации элементов в т. 30 на рис. 16, б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$64,16 \pm 4,84$	88,92
Кислород	К	$5,51 \pm 0,78$	5,73
Натрий	К	$0,18 \pm 0,04$	0,13
Алюминий	К	$0,07 \pm 0,03$	0,04
Кремний	К	$0,17 \pm 0,03$	0,10
Кальций	К	$1,18 \pm 0,05$	0,49
Железо	К	$0,27 \pm 0,04$	0,08
Ниобий	К	$2,27 \pm 0,09$	0,41
Палладий	L	$26,19 \pm 0,56$	4,10

до железа (0,08 ат. %), а также ниобий, т.е. элемент с порядковым номером  $Z = 41$ .

**Первая половинка разрезанной пополам медной втулки (МВ-1).** На рис. 17 представлены участки поверхности МВ-1: с множественными структурами (при увеличении 462 X) (а) и весь изъязвленный (при увеличении 3,80 КХ) (б). Отметим, что медь, из которой втулка была изготовлена, имела чистоту 99,99 %.

На РЭМ-изображениях поверхности МВ-1 на рис. 18 видны обнаруженные структуры различной формы, в том числе протяженные.

В табл. 13 приведены концентрации элементов на срезе МВ-1, который образуется при распиле втулки на две половинки, для оценки того, как изменится состав особо чистой меди после облучения  $\gamma$ -квантами.

Из таблицы видно, что состав меди МВ-1 несколько изменился, в частности много азота (34,70 ат. %), присутствует кислород (14,00 ат. %), а также алюминий (0,64 ат. %) и железо (0,31 ат. %). Эти данные свидетельствуют о том, что реакции проходили и в материале меди.

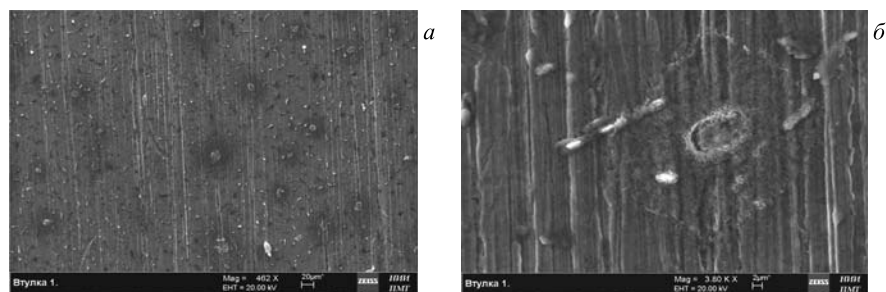


Рис. 17. РЭМ-изображения участков поверхности МВ-1: с множественными структурами (при увеличении 462 X) (а) и весь изъязвленный (при увеличении 3,80 КХ) (б)

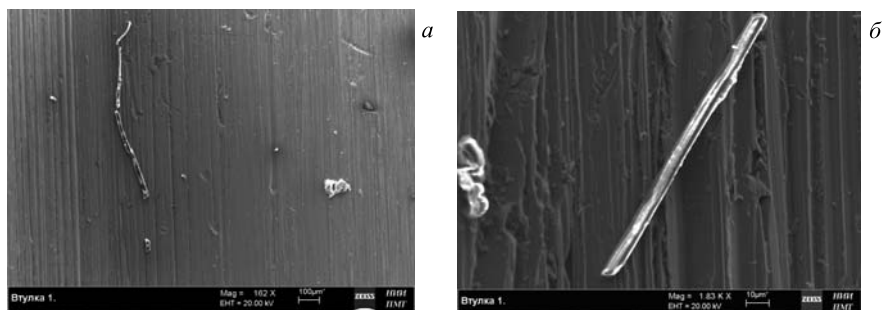


Рис. 18. РЭМ-изображения структур, обнаруженных на МВ-1

**Таблица 13. Концентрации элементов на срезе МВ-1**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Азот	К	$10,78 \pm 1,97$	34,70
Кислород	К	$5,79 \pm 0,97$	14,00
Алюминий	К	$0,45 \pm 0,06$	0,64
Кремний	К	$0,09 \pm 0,03$	0,13
Кальций	К	$0,13 \pm 0,03$	0,12
Железо	К	$0,45 \pm 0,05$	0,31
Медь	К	$82,32 \pm 2,19$	50,10

На рис. 19 представлены: две протяженные структуры, обнаруженные на МВ-1 (а, б), в т. 1 и 2 которых проведен РМЗА, и соответствующие спектры (в, г). Обе структуры диэлектрические, так как горят под пучком электронов при РМЗА. В табл. 14 показаны концентрации элементов в т. 1 и 2 на рис. 19, а и б.

**Таблица 14. Концентрации элементов в т. 1 и 2 на рис. 19, а и б**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 1		Т. 2	
Углерод	К	$47,51 \pm 4,80$	63,38	$24,22 \pm 2,73$	46,14
Кислород	К	$28,39 \pm 3,07$	28,43	$24,61 \pm 2,51$	35,19
Фтор	К	$2,72 \pm 0,47$	2,30	—	—
Магний	К	$0,34 \pm 0,05$	0,23	—	—
Алюминий	К	$0,24 \pm 0,05$	0,15	$0,13 \pm 0,03$	0,11
Кремний	К	$0,11 \pm 0,03$	0,06	$0,13 \pm 0,03$	0,10
Сера	К	$0,02 \pm 0,03$	0,01	—	—
Хлор	К	$0,37 \pm 0,04$	0,17	$0,11 \pm 0,03$	0,07
Калий	К	$0,61 \pm 0,04$	0,25	$0,25 \pm 0,04$	0,15
Кальций	К	$0,42 \pm 0,04$	0,17	$0,17 \pm 0,03$	0,09
Медь	К	$19,26 \pm 0,46$	4,86	$50,37 \pm 1,06$	18,13

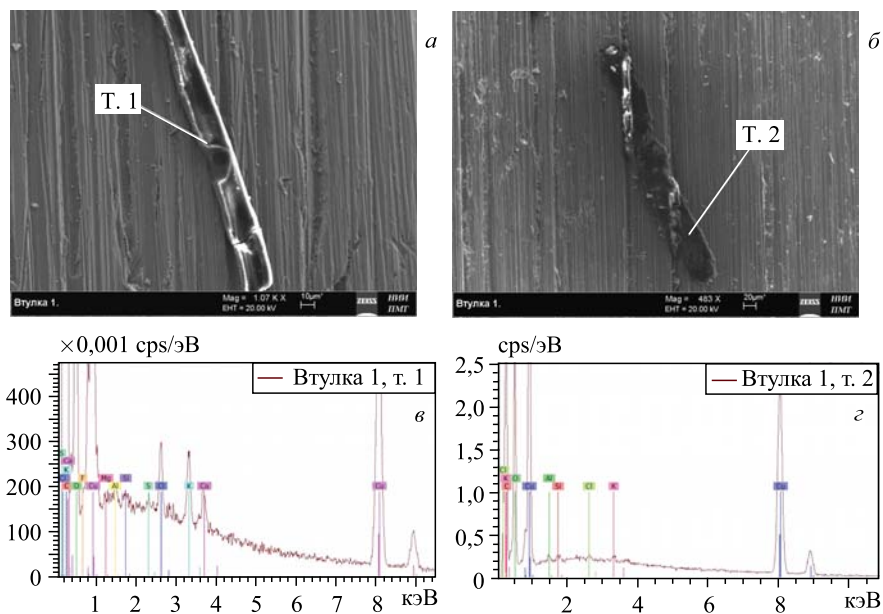


Рис. 19. РЭМ-изображения структур (а и б). В т. 1 и 2 проведен РМЗА. Соответствующие спектры (в и г)

В составе обеих структур преобладают углерод (63,38 и 46,14 ат. %) и кислород (28,43 и 35,19 ат. %); в структуре на рис. 19, а присутствует в связанном состоянии фтор (2,30 ат. %).

На рис. 20, а и б приведены две частицы сложной формы, состоящие из более мелких образований, в т. 3 и 4 сделан РМЗА, на рис. 20, в и г — соответствующие спектры. В табл. 15 представлены концентрации элементов в т. 3 и 4 на рис. 20, а и б.

Из рис. 20, а видно, что мелкие частички, из которых состоит более крупная частица, представляют собой маленькие кристаллики. Сама частица содержит много углерода (46,21 ат. %), кислорода (29,27 ат. %), азота в химически связанном состоянии (18,04 ат. %), элементы от магния (0,03 ат. %) до железа (0,37 ат. %), а также свинец ( $3,31 \pm 0,17$  вес. %), рентгеновские линии которого присутствуют в спектре на рис. 20, в.

На рис. 21 представлена структура длиной 23 мкм на поверхности МВ-1 (а), а также участок с эрозией поверхности (б), в т. 5 и 6 которых сделан РМЗА. Его результаты — спектры — отображены на рис. 21, в и г. Структура на рис. 21, а очень похожа на структуру на рис. 20, а, обе покрыты мелкими образованиями типа кристаллитов.

В табл. 16 приведены концентрации элементов в т. 5 и 6 на рис. 21, а и б.

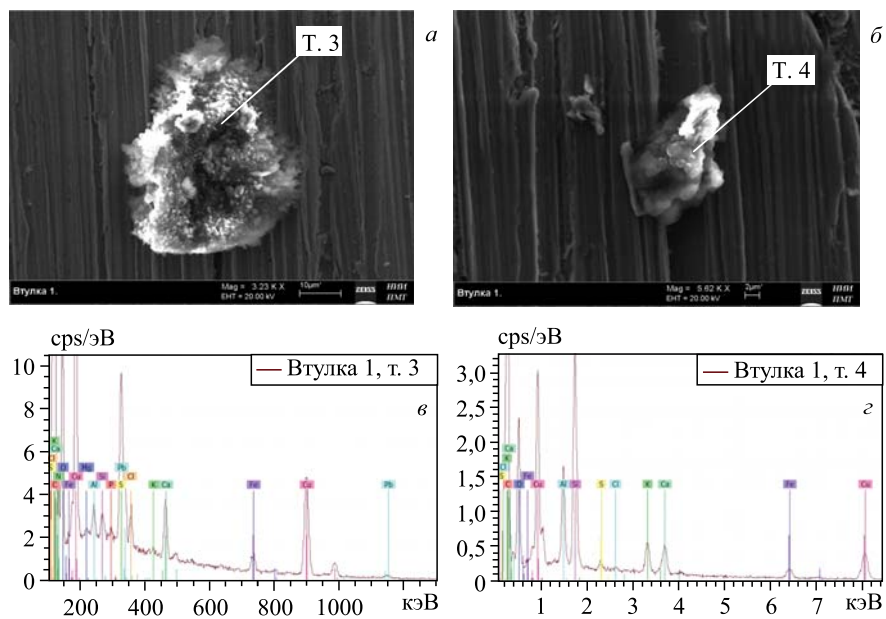


Рис. 20. РЭМ-изображения двух частиц сложной формы (*а* и *б*). В т. 3 и 4 сделан РМЗА. Соответствующие спектры (*в* и *г*)

Таблица 15. Концентрации элементов в т. 3 и 4 на рис. 20, *а* и *б*

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %		$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	
		T. 3	<i>C</i> , ат. %	T. 4	<i>C</i> , ат. %
Углерод	K	33,39 ± 3,21	46,21	40,50 ± 4,85	54,01
Азот	K	15,20 ± 1,88	18,04	4,46 ± 1,06	5,10
Кислород	K	28,17 ± 2,81	29,27	30,07 ± 3,69	30,11
Натрий	K	—	—	2,20 ± 0,16	1,53
Магний	K	0,05 ± 0,03	0,03	0,36 ± 0,05	0,24
Алюминий	K	0,33 ± 0,04	0,20	3,07 ± 0,16	1,82
Кремний	K	0,23 ± 0,03	0,14	5,43 ± 0,23	3,10
Фосфор	K	0,11 ± 0,03	0,06	0,03 ± 0,03	0,02
Сера	K	1,38 ± 0,06	0,72	0,17 ± 0,03	0,09
Хлор	K	0,50 ± 0,04	0,23	0,07 ± 0,03	0,03
Калий	K	0,12 ± 0,03	0,05	1,39 ± 0,07	0,57
Кальций	K	1,51 ± 0,06	0,63	1,68 ± 0,08	0,67
Железо	K	1,26 ± 0,06	0,37	1,52 ± 0,08	0,44
Медь	K	14,43 ± 0,33	3,77	9,05 ± 0,27	2,28
Свинец	L	3,31 ± 0,17	0,27	—	—

Видно, что частица на рис. 21, *а* содержит углерод (28,56 ат. %), кислород (38,73 ат. %), много азота (23,71 ат. %), а также элементы от магния (0,44 ат. %) до железа (0,03 ат. %). В то же время на участке с эрозией поверхности (рис. 21, *б*) присутствует относительно мало углерода (6,16 ат. %), очень много кислорода (56,54 ат. %), относительно много азота (12,73 ат. %), что подтверждает спектр на рис. 21, *г*.

На рис. 22 приведены две частицы: белая округлой формы (*а*) и изрезанной формы (*б*), в т. 7 и 8 которых сделан РМЗА. Спектр т. 7 показан на рис. 22, *в*. Концентрации химических элементов в частицах представлены в табл. 17.

Белая рыхлая частица округлой формы (рис. 22, *а*) содержит много кальция (7,95 ат. %), кислорода (58,94 ат. %) и углерода (27,19 ат. %). А частица на рис. 22, *б* содержит много углерода (50,87 ат. %), кислорода (35,95 ат. %) и все элементы от магния (0,32 ат. %) до кальция (0,35 ат. %), в том числе железо (0,18 ат. %) и кобальт (0,25 ат. %). Особо отметим, что в спектре присутствует аргон ( $0,02 \pm 0,03$  вес. %), который как инертный газ может находиться только в порах.

Для подтверждения результата исследований, приведенного на рис. 21, *б* и в табл. 16, на рис. 23, *а* представлена изъязвленная поверхность МВ-1, в т. 9

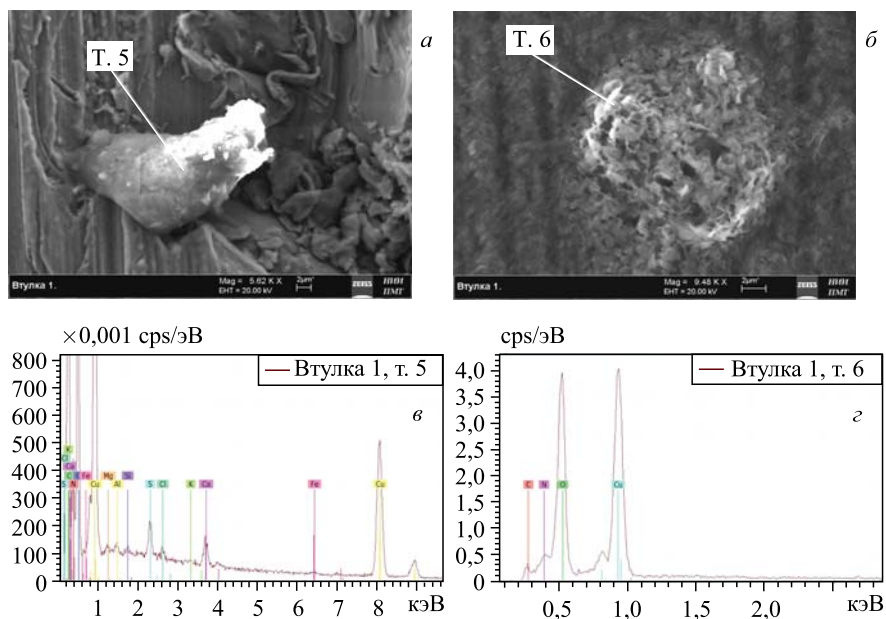


Рис. 21. РЭМ-изображения структуры на поверхности МВ-1 (*а*) и участка с эрозией поверхности (*б*), в т. 5 и 6 которых проведен РМЗА. Соответствующие спектры (*в* и *г*)

Таблица 16. Концентрации элементов в т. 5 и 6 на рис. 21, а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 5		Т. 6	
Углерод	К	18,89 ± 2,54	28,56	2,72 ± 0,81	6,16
Азот	К	18,29 ± 2,62	23,71	6,56 ± 1,44	12,73
Кислород	К	14,13 ± 4,02	38,73	33,28 ± 4,74	56,54
Магний	К	0,58 ± 0,06	0,44	—	—
Алюминий	К	0,34 ± 0,05	0,23	—	—
Кремний	К	0,13 ± 0,03	0,08	—	—
Фосфор	К	—	—	—	—
Сера	К	0,60 ± 0,05	0,34	—	—
Хлор	К	0,20 ± 0,04	0,10	—	—
Калий	К	0,03 ± 0,03	0,02	—	—
Кальций	К	0,83 ± 0,05	0,38	—	—
Железо	К	0,10 ± 0,03	0,03	—	—
Медь	К	25,87 ± 0,64	7,39	57,43 ± 7,79	24,56

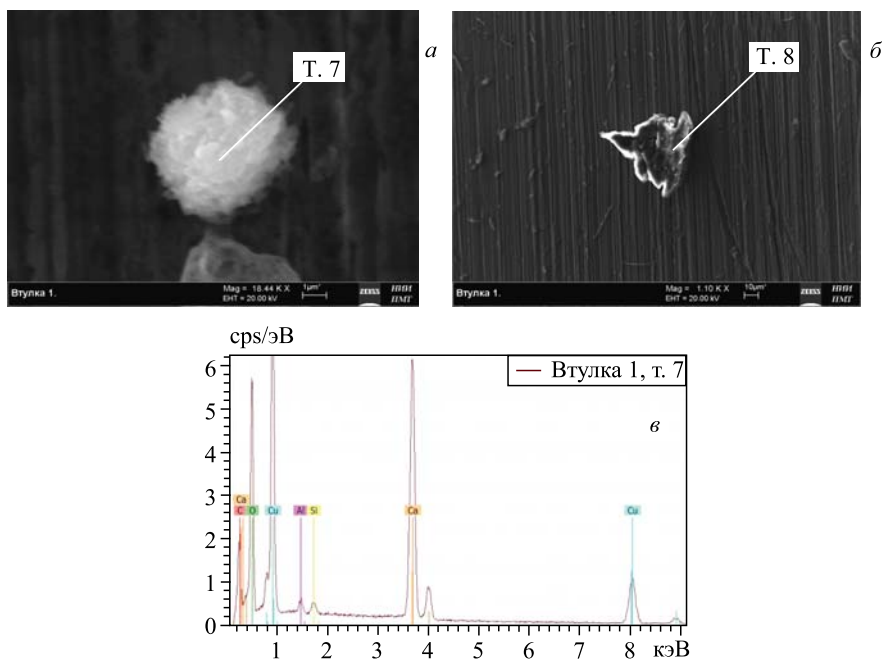


Рис. 22. РЭМ-изображения двух частиц: округлой формы (а) и изрезанной формы (б), в т. 7 и 8 которых сделан РМЗА; спектр т. 7 (в)

проведен РМЗА, а на рис. 23, б — соответствующий спектр. В табл. 18 даны концентрации элементов в т. 9 на рис. 23, а.

Сравнивая данные в правой части табл. 16 (рис. 21, б, т. 6) и данные табл. 18, видно, что элементный состав участков с эрозией поверхности весьма похож и близок.

**Таблица 17. Концентрации элементов в т. 7 и 8 на рис. 22, а и б**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 7		Т. 8	
Углерод	К	16,8 ± 2,66	27,19	31,82 ± 3,64	50,87
Кислород	К	48,94 ± 6,58	58,94	29,95 ± 3,26	35,95
Магний	К	—	—	0,41 ± 0,05	0,32
Алюминий	К	0,39 ± 0,05	0,28	1,10 ± 0,07	0,78
Кремний	К	0,31 ± 0,04	0,22	0,84 ± 0,06	0,58
Фосфор	К	—	—	0,19 ± 0,03	0,12
Сера	К	—	—	0,46 ± 0,04	0,28
Хлор	К	—	—	0,16 ± 0,03	0,08
Аргон	К	—	—	0,02 ± 0,03	0,01
Калий	К	—	—	1,33 ± 0,06	0,65
Кальций	К	16,37 ± 0,55	7,95	0,73 ± 0,05	0,35
Железо	К	—	—	0,52 ± 0,05	0,18
Кобальт	К	—	—	0,75 ± 0,05	0,25
Медь	К	17,69 ± 0,57	5,42	31,72 ± 0,74	9,58

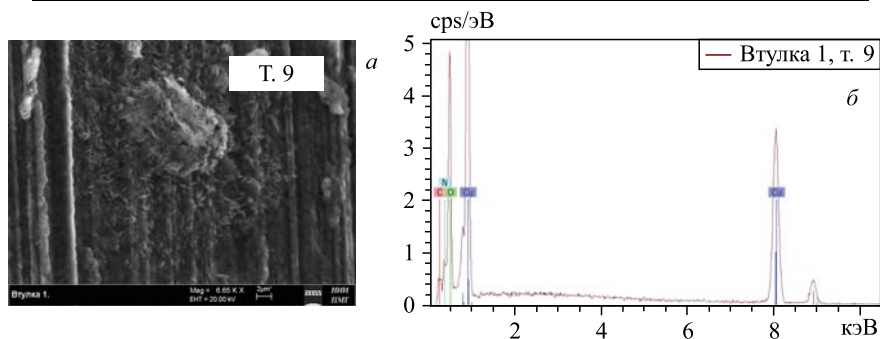


Рис. 23. РЭМ-изображение изъязвленной поверхности МВ-1 (а) (в т. 9 проведен РМЗА) и спектр (б)

**Таблица 18. Концентрации элементов в т. 9 на рис. 23, а**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	6,62 ± 1, 56	13,80
Азот	К	10,07 ± 2, 01	18,00
Кислород	К	30,24 ± 4, 44	47,30
Медь	К	53,06 ± 1, 60	20,90



Таблица 19. Концентрации элементов в т.10 и 11 на поверхности МВ-2 на рис.24 а и б

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	C, ат. %
		Т. 10		Т. 11	
Углерод	К	$7,32 \pm 1,75$	11,92	$18,70 \pm 2,71$	33,64
Кислород	К	$46,47 \pm 5,62$	56,81	$34,32 \pm 4,52$	46,35
Магний	К	—	—	$0,37 \pm 0,05$	0,33
Алюминий	К	$40,88 \pm 1,85$	29,63	$0,36 \pm 0,05$	0,29
Кремний	К	—	—	$0,10 \pm 0,03$	0,08
Кальций	К	—	—	$18,14 \pm 0,56$	9,78
Железо	К	—	—	$0,27 \pm 0,04$	0,11
Медь	К	$5,32 \pm 0,23$	1,64	$27,74 \pm 0,79$	9,43

Вторая половинка разрезанной пополам медной втулки (МВ-2). На рис. 24 представлены два участка МВ-2 с различными структурами на поверхности (а, б), в т. 10 и 11 которых проведен РМЗА, а также соответствующие спектры (в, г). В табл. 19 показаны концентрации элементов в т. 10 и 11 МВ-2 на рис. 24, а и б.

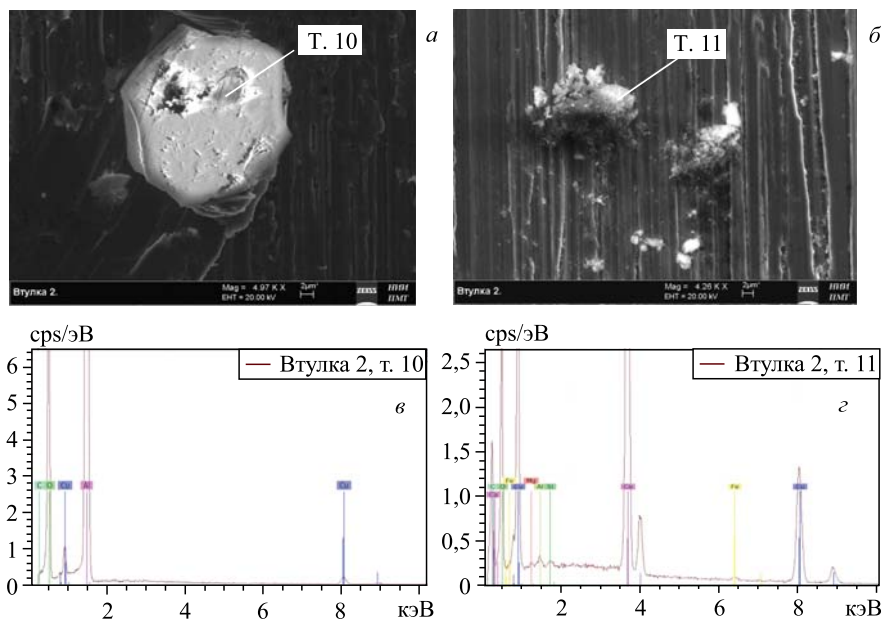


Рис. 24. РЭМ-изображения двух участков МВ-2 с различными структурами на поверхности (а, б), в т. 10 и 11 сделан РМЗА, и соответствующие спектры (в и г)

Как видно, частица на рис. 24, *а* напоминает собой застывший расплав и содержит много алюминия (29,63 ат. %), а рыхлая структура на рис. 24, *б* — много кальция (9,78 ат. %). В обеих структурах наблюдаются высокие концентрации кислорода — 56,81 и 46,35 ат. % соответственно.

На рис. 25 приведены два РЭМ-изображения плоской частицы (*а*) и комплекса частиц (*б*), в т. 12 и 13 проведен РМЗА, и соответствующие спектры (*в*, *г*). В табл. 20 показаны концентрации элементов в т. 12 и 13 на поверхности МВ-2 на рис. 25, *а* и *б*.

Плоская структура на рис. 25, *а* в т. 12 состоит из кислорода (53,00 ат. %), углерода (23,12 ат. %), азота (10,05 ат. %), кальция (7,76 ат. %), алюминия (2,73 ат. %) и кремния (1,85 ат. %), включает железо ( $0,18 \pm 0,04$  вес. %). Небольшие частицы на рис. 25, *б* в т. 13 содержат много углерода (58,19 ат. %) и весь набор элементов от химически связанного фтора (4,01 ат. %) до калия (0,09 ат. %), включая титан (0,13 ат. %).

На рис. 26 представлены РЭМ-изображения: плоской структуры размером  $33 \times 22$  мкм, на поверхности которой присутствуют зародыши новых структур (*а*), и протяженной структуры диаметром 7 мкм с отростками длиной 67 мкм (*б*). В т. 14 и 15 этих структур проведен РМЗА, соответствующие

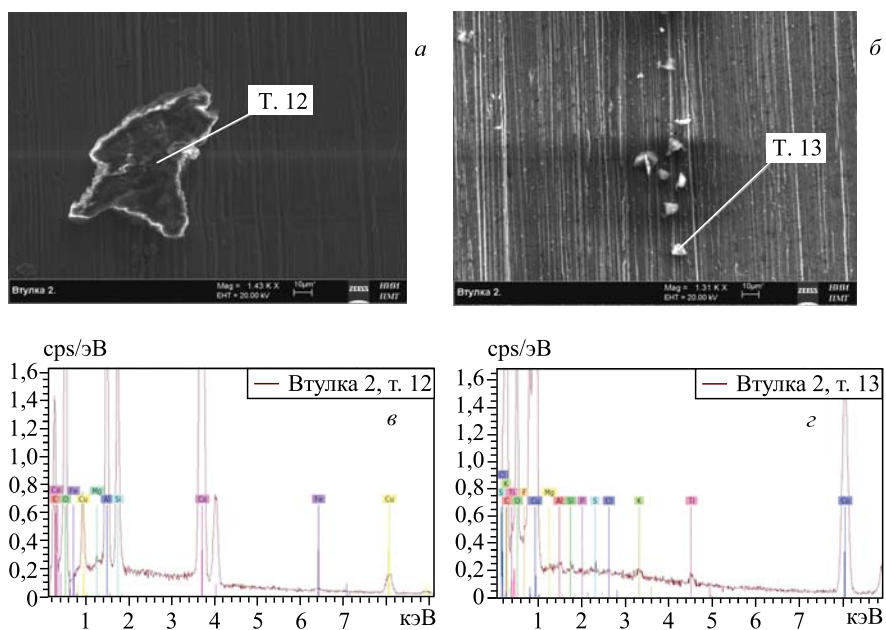


Рис. 25. РЭМ-изображения плоской неоднородной частицы (*а*) и комплекса частиц (*б*), в т. 12 и 13 сделан РМЗА, и соответствующие спектры (*в*, *г*)

**Таблица 20. Концентрации элементов в т. 12 и 13 на поверхности МВ-2 на рис. 25, 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	15,55 ± 2,55	23,12	36,83 ± 4,81	58,19
Азот	К	7,88 ± 1,76	10,05	—	—
Кислород	К	47,49 ± 6,72	53,00	22,46 ± 3,00	26,65
Фтор	К	—	—	4,02 ± 0,73	4,01
Магний	К	0,39 ± 0,06	0,29	0,03 ± 0,03	0,02
Алюминий	К	4,12 ± 0,25	2,73	0,12 ± 0,04	0,09
Кремний	К	2,91 ± 0,17	1,85	0,05 ± 0,03	0,03
Фосфор	К	0,05 ± 0,03	0,03	0,02 ± 0,03	0,01
Сера	К	—	—	0,06 ± 0,03	0,04
Хлор	К	—	—	0,05 ± 0,03	0,03
Калий	К	—	—	0,18 ± 0,03	0,09
Кальций	К	17,41 ± 0,59	7,76	—	—
Титан	К	—	—	0,34 ± 0,04	0,13
Железо	К	0,18 ± 0,04	0,06	—	—
Медь	К	4,03 ± 0,18	1,13	35,84 ± 0,97	10,70

**Таблица 21. Концентрации элементов в т. 14 и 15 на поверхности МВ-2 на рис. 26, а и б**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
		Т. 14		Т. 15	
Углерод	К	45,85 ± 5,55	72,42	28,28 ± 4,08	46,65
Азот	К	—	—	13,46 ± 2,40	19,05
Кислород	К	12,64 ± 1,79	14,98	17,05 ± 2,58	21,11
Магний	К	0,01 ± 0,03	0,00	0,33 ± 0,05	0,27
Алюминий	К	0,03 ± 0,03	0,02	0,26 ± 0,05	0,19
Кремний	К	0,08 ± 0,03	0,06	0,13 ± 0,03	0,09
Сера	К	0,05 ± 0,03	0,03	—	—
Хлор	К	0,02 ± 0,03	0,01	—	—
Кальций	К	0,76 ± 0,05	0,36	0,06 ± 0,03	0,03
Медь	К	40,58 ± 1,08	12,11	40,43 ± 1,17	12,61

спектры показаны на рис. 26, в и г. В табл. 21 приведены концентрации элементов в т. 12 и 13.

Видно, что плоская частица (рис. 26, а) содержит много углерода (72,42 ат. %) и относительно мало кислорода (14,98 ат. %). Частица с отростками (рис. 26, б) также содержит углерод (46,65 ат. %), много азота в

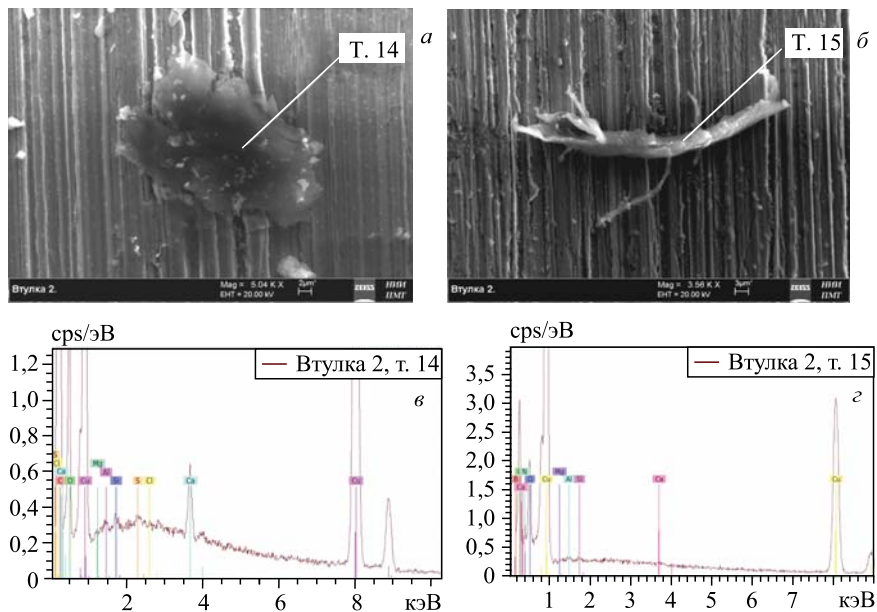


Рис. 26. РЭМ-изображения плоской структуры (а) и протяженной структуры с отростками (б), в т. 14 и 15 которых проведен РМЗА, и соответствующие спектры (в и з)

связанном состоянии (19,05 ат. %) и кислород (21,11 ат. %) вместе с магнием (0,27 ат. %).

На рис. 27 представлены: частица (а) и большое пятно размером  $460 \times 400$  мкм (б), по-видимому, углеродного состава, в т. 16 и 17 проведен РМЗА, а также спектры (в и з). В табл. 22 приведены концентрации элементов в т. 16 и 17.

Частица размером примерно 8 мкм с неглубоким кратером в центре (рис. 27, а) содержит много кислорода (42,57 ат. %), химически связанного азота (20,49 ат. %) и углерод (21,66 ат. %), а также металлы: железо ( $0,21 \pm 0,04$  вес. %), много кобальта ( $1,41 \pm 0,08$  вес. %) и цинка ( $2,16 \pm 0,13$  вес. %). Плоское черное пятно (рис. 27, б) содержит большое количество кислорода (40,10 ат. %), углерод (26,29 ат. %), много азота (14,37 ат. %), хлора (1,54 ат. %) и калия (1,79 ат. %).

На рис. 28 представлены: два РЭМ-изображения структур, одна из которых напоминает смятую тонкостенную углеродную фольгу (а), а вторая — свернутую в половинку трубки фольгу (б); в т. 18 был сделан РМЗА, его результат — соответствующий спектр — показан на рис. 28, в. В табл. 23 приведены концентрации элементов в т. 18.

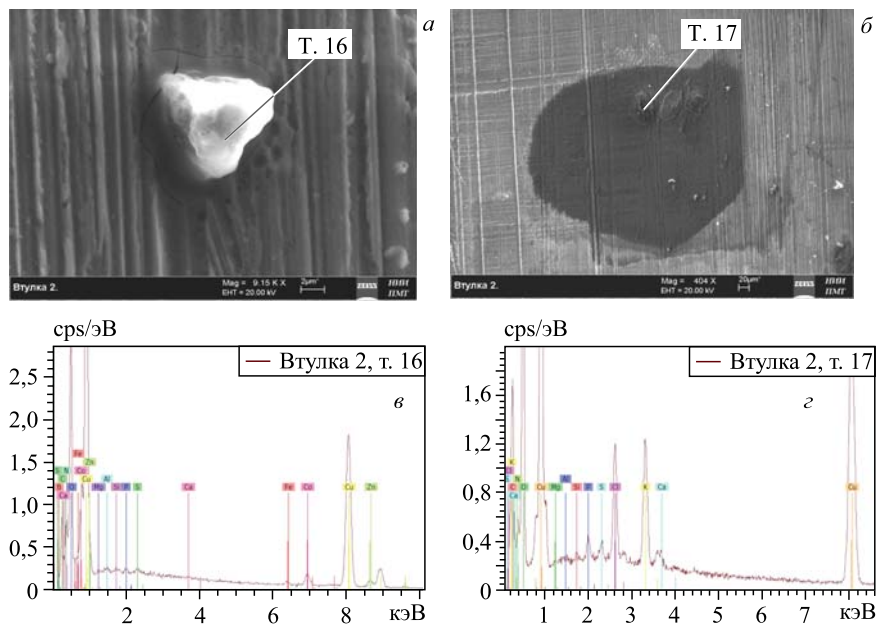


Рис. 27. РЭМ-изображения частицы (а) и пятна (б), в т. 16 и 17 проведен РМЗА, и соответствующие спектры (в и г)

Таблица 22. Концентрации элементов в т. 16 и 17 на поверхности МВ-2 на рис. 27, а и б

Элемент	Серия	Т. 16		Т. 17	
		( $\pm \Delta C$ ), вес. %	C, ат. %	( $C \pm \Delta C$ ), вес. %	C, ат. %
Углерод	К	12,04 $\pm$ 2,25	21,66	14,04 $\pm$ 2,00	26,29
Азот	К	13,28 $\pm$ 2,42	20,49	8,95 $\pm$ 1,45	14,37
Кислород	К	31,51 $\pm$ 4,58	42,57	28,52 $\pm$ 3,30	40,10
Магний	К	0,45 $\pm$ 0,06	0,40	0,37 $\pm$ 0,05	0,34
Алюминий	К	0,32 $\pm$ 0,05	0,26	0,19 $\pm$ 0,04	0,16
Кремний	К	0,16 $\pm$ 0,04	0,12	0,11 $\pm$ 0,03	0,08
Фосфор	К	0,12 $\pm$ 0,03	0,08	0,46 $\pm$ 0,05	0,34
Сера	К	0,13 $\pm$ 0,03	0,09	0,34 $\pm$ 0,04	0,24
Хлор	К	—	—	2,43 $\pm$ 0,10	1,54
Калий	К	—	—	3,12 $\pm$ 0,11	1,79
Кальций	К	0,05 $\pm$ 0,03	0,02	0,29 $\pm$ 0,04	0,16
Железо	К	0,21 $\pm$ 0,04	0,08	—	—
Кобальт	К	1,41 $\pm$ 0,08	0,52	—	—
Медь	К	38,18 $\pm$ 1,18	12,99	41,19 $\pm$ 1,01	14,58
Цинк	К	2,16 $\pm$ 0,13	0,71	—	—

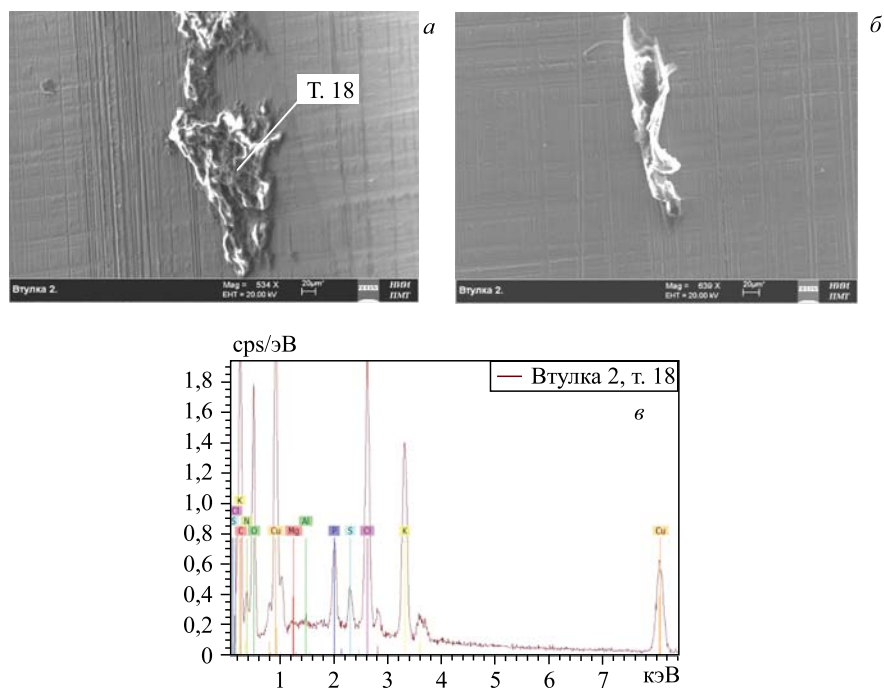


Рис. 28. РЭМ-изображения смятой тонкостенной углеродной фольги (а) и частично свернутой фольги (б), в т. 18 был сделан РМЗА, и соответствующий спектр (в)

Таблица 23. Концентрации элементов в т. 18 на поверхности МВ-2 на рис. 28, а

Элемент	Серия	( $C \pm \Delta C$ ), вес. %	C, ат. %
Углерод	К	$23,80 \pm 3,05$	34,98
Азот	К	$15,47 \pm 2,36$	19,49
Кислород	К	$31,70 \pm 3,76$	34,97
Магний	К	$0,15 \pm 0,04$	0,11
Алюминий	К	$0,01 \pm 0,03$	0,01
Фосфор	К	$1,23 \pm 0,07$	0,70
Сера	К	$0,55 \pm 0,05$	0,31
Хлор	К	$4,72 \pm 0,16$	2,35
Калий	К	$5,01 \pm 0,16$	2,26
Медь	К	$17,35 \pm 0,45$	4,82

Структура типа смятой фольги содержит углерод (34,98 ат. %), много азота (19,49 ат. %) и кислорода (34,97 ат. %). Наряду с этими элементами в структуре присутствует много фосфора ( $1,23 \pm 0,07$  вес. %), хлора ( $4,72 \pm 0,16$  вес. %) и калия ( $5,01 \pm 0,16$  вес. %).

**Медный сборник (МС) продуктов ядерных и химических реакций.** На рис. 29 представлены: РЭМ-изображения двух участков поверхности МС с увеличением 1,26 КХ (а) и 1000 КХ (б), в т. 20 проведен РМЗА, и спектр (в). В табл. 24 приведены концентрации элементов в т. 20 на рис. 29, б.

На поверхности МС относительно ровный участок содержит много азота (19,37 ат. %), углерод (19,98 ат. %) и кислород (18,31 ат. %); слой углерода,

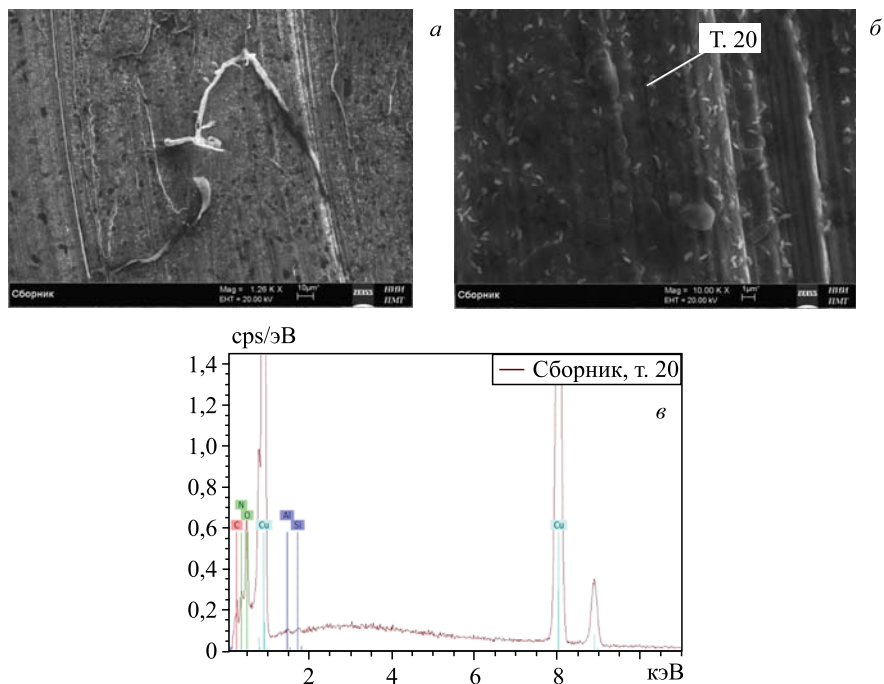


Рис. 29. РЭМ-изображения двух участков поверхности МС с увеличением 1,26 КХ (а) и 1000 КХ (б), в т. 20 проведен РМЗА, и соответствующий спектр (в)

**Таблица 24. Концентрации элементов в МС, измеренные в т. 20 на рис. 29, б**

Элемент	Серия	$(C \pm \Delta C)$ , вес. %	$C$ , ат. %
Углерод	К	$6,89 \pm 1,43$	19,98
Азот	К	$7,78 \pm 1,49$	19,37
Кислород	К	$8,41 \pm 1,38$	18,31
Алюминий	К	$0,19 \pm 0,04$	0,24
Кремний	К	$0,03 \pm 0,03$	0,04
Медь	К	$76,70 \pm 2,18$	42,06

покрывающий медь, достаточно тонкий, так как концентрация меди высока ( $76,70 \pm 2,18$  вес. %). На рис. 29, *а* видны волокна и так же, как на рис. 29, *б*, просматриваются зародыши новых фаз.

На поверхности МС были обнаружены также частицы, два РЭМ-изображения которых представлены на рис. 30, *а* и *б*, в т. 19 и 21 сделан РМЗА.

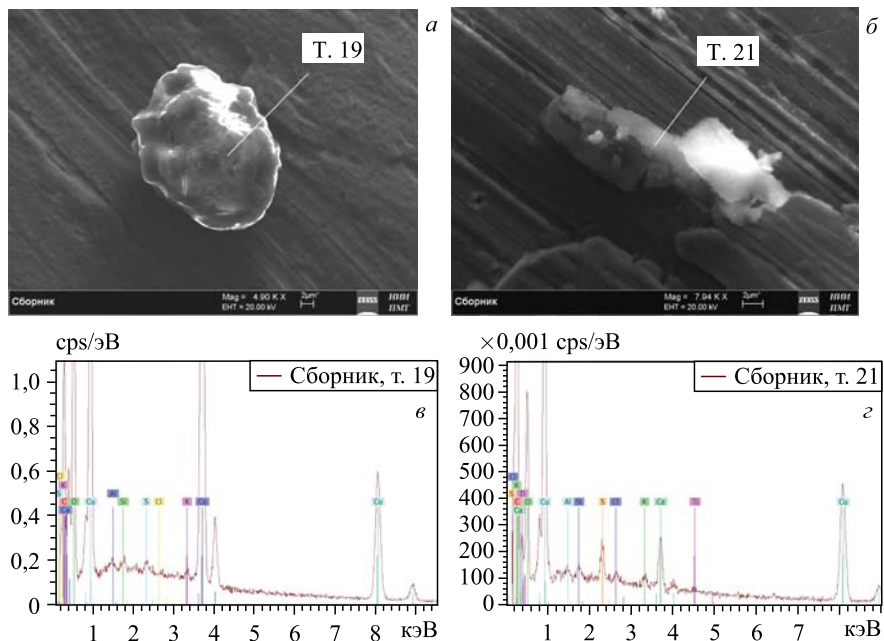


Рис. 30. РЭМ-изображения частиц на поверхности МС (*а* и *б*), в т. 19 и 21 которых сделан РМЗА, и соответствующие спектры (*в* и *г*)

Таблица 25. Концентрации элементов в т. 19 и 21 на рис. 30, *а* и *б*

Элемент	Серия	(C ± ΔC), вес. %		(C ± ΔC), вес. %	
		Т. 19		Т. 21	
Углерод	К	6,90 ± 1,06	12,78	39,96 ± 4,30	59,36
Кислород	К	48,82 ± 4,95	67,89	27,42 ± 3,05	30,58
Алюминий	К	0,06 ± 0,03	0,05	0,43 ± 0,05	0,28
Кремний	К	0,16 ± 0,03	0,13	0,29 ± 0,04	0,19
Сера	К	0,19 ± 0,03	0,13	0,83 ± 0,05	0,46
Хлор	К	0,03 ± 0,03	0,02	0,22 ± 0,04	0,11
Калий	К	0,16 ± 0,03	0,09	0,28 ± 0,04	0,13
Кальций	К	17,63 ± 0,43	9,79	1,85 ± 0,07	0,82
Титан	К	—	—	0,13 ± 0,03	0,05
Медь	К	26,06 ± 0,60	9,12	28,58 ± 0,62	8,02



Соответствующие спектры показаны на рис. 30, *в* и *г*. В табл. 25 описаны концентрации элементов в указанных точках на рис. 30, *а* и *б*.

Из таблицы можно сделать следующие выводы: частица округлой формы (рис. 30, *а*) содержит много кислорода (67,89 ат.%) и кальция ( $17,63 \pm 0,43$  вес.%), немного углерода (12,78 ат.%) и химические элементы от алюминия (0,05 ат.%) до калия (0,09 ат.%), а частица сложной формы (рис. 30, *б*) содержит очень много углерода (59,36 ат.%) и кислорода (30,58 ат.%), элементы от алюминия ( $0,43 \pm 0,05$  вес.%) до кальция ( $1,85 \pm 0,07$  вес.%), также присутствует титан ( $0,13 \pm 0,03$  вес.%).

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

Исходя из полученных данных, можно сделать вывод, что, как и в [1], часть обнаруженных структур содержит много азота и фтора, которые могут находиться только в связанном состоянии.

На ПС обнаружены темные пятна с верхним покрытием на основе цинка, под которым сконцентрирован азот. Это покрытие начинает пузыриться и иногда лопается при снятии спектра — под действием пучка электронов с энергией 20 кэВ. На начальном этапе измерения РМЗА концентрация азота в районе темных пятен более высокая, а затем уменьшается до некоторого равновесного значения.

Наличие темных пятен было обнаружено на поверхности оловянного стержня, который облучался тормозными  $\gamma$ -квантами в атмосфере плотного водорода при давлении 3,5 кбар [2–4]. Но на оловянном стержне темные пятна состояли в основном из кремния.

Отметим, что при облучении HeHPC, заполненной одним гелием при давлении 1,1 кбар, т. е. без ПС [5–10], и при давлении 3,05 кбар [11] были обнаружены углеродные фольги и углеродные пленки, покрывающие внутренние поверхности камеры.

В [1] было обнаружено много углерода, особенно на резьбе входного окна; углерод образовал структуры в виде своеобразных друз из шариков малого диаметра, чего не наблюдается в данном исследовании. Отсюда можно сделать вывод, что наличие палладия меняет характер реакций, которые протекают в HeHPC.

Приведем кратко основные необычные результаты, полученные с помощью методов РЭМ и РМЗА.

На торцевой поверхности ПС в месте входа  $\gamma$ -квантов в частице на рис. 1 в т. 28 было обнаружено много азота (23,33 ат.%), фтора (3,83 ат.%) и кислорода (45,66 ат.%) наряду с медью (19,93 ат.%).

В частицах на торце ПС на рис. 2, *а* в т. 29 найдено много углерода (68,59 ат.%), кислорода (23,85 ат.%), фтор (0,40 ат.%), натрий (0,49 ат.%) и металлы: титан (0,85 ат.%), медь (0,43 ат.%) и цирконий (0,14 ат.%). Медь (0,46 ат.%) также обнаружена и в т. 30 (рис. 2, *б*).

На рис. 3, *a* в т. 31 также обнаружено много азота (17,05 ат. %) и меди (25,60 ат. %), в небольших количествах железа (0,66 ат. %).

На боковой поверхности ПС найдены множественные пятна темного цвета, концентрация которых увеличивается от места входа  $\gamma$ -квантов к месту их выхода. Пятна представляют собой тонкие пленки из цинка (1,07 ат. %) с большим количеством азота под ними (34,29 ат. %), который частично десорбируется при наборе спектров (см. рис. 7, *a* и табл. 5), а сами цинковые покрытия вспучиваются и иногда лопаются.

В месте выхода  $\gamma$ -квантов на поверхности торца ПС обнаружена структура в виде длинной полоски, в которой (рис. 10, *a* в т. 22, табл. 7) наряду с большой концентрацией кислорода — 61,89 ат. % — присутствуют: сера — 0,40 ат. %, титан — 0,41 ат. %, медь — 0,78 ат. % и платина — 1,01 ат. % (с порядковым номером  $Z = 78$ ). На рис. 11, *a* в т. 23 (табл. 8) найдены: кислород — 59,64 ат. %, сера — 0,72 ат. %, калий — 1,72 ат. %, титан — 2,23 ат. %, медь — 25,82 ат. % и опять платина — 0,02 ат. %. А РМЗА частицы на рис. 11, *b* в т. 24 выявил, что она состоит практически из одного углерода — 97,45 ат. %.

РМЗА боковой поверхности ПС в месте расположения черного пятна и без пятна показал, что в темном пятне присутствуют азот — 16,35 ат. % и цинк — 4,78 ат. %, а также кислород — 32,75 ат. % (рис. 15, *a* в т. 29, табл. 11); в месте без черного пятна найдены углерод — 11,64 ат. % и кислород — 16,17 ат. %, но без азота и цинка (рис. 15, *a*, т. 30, табл. 11).

Черная смятая фольга-пленка на рис. 16, *b* в т. 30 (табл. 12) состоит практически из чистого углерода — 88,92 ат. %, также содержит натрий — 0,13 ат. %, кальций — 0,49 ат. % и ниобий — 0,41 ат. % (см. [5–11]).

Особо чистая медь (99,99 %), РМЗА которой был проведен на срезе медной втулки (МВ-1), также изменила свой состав (табл. 13). В ней присутствуют азот (34,70 ат. %), кислород (14,00 ат. %), алюминий (0,64 ат. %), кремний (0,13 ат. %), кальций (0,12 ат. %) и железо (0,31 ат. %). Это свидетельствует о том, что ядерные реакции происходили и в медных втулках.

В частице на внутренней поверхности МВ-1 на рис. 20, *a* в т. 3, табл. 15, обнаружены: углерод (46,21 ат. %) и кислород (29,27 ат. %), много азота (18,04 ат. %), а также сера (0,72 ат. %), хлор (0,23 ат. %), кальций (0,63 ат. %), железо (0,37 ат. %) и свинец ( $3,31 \pm 0,17$  вес. %).

В частице на рис. 20, *b* в т. 4, табл. 15, найдены: углерод (54,01 ат. %), азот (5,01 ат. %), натрий (1,53 ат. %), алюминий (1,82 ат. %), кремний (3,10 ат. %), кальций (0,67 ат. %) и железо ( $1,52 \pm 0,08$  вес. %).

На поверхности второй половинки медной втулки (МВ-2) обнаружена частица оплавленного вида (рис. 24, *a*, т. 10, табл. 19). С помощью РМЗА в ней выявлено большое содержание кислорода (56,81 ат. %) и алюминия (29,63 ат. %).

На поверхности МВ-2 найдена смятая фольга, в т. 18 которой на рис. 28, а также проведен РМЗА. Установлено, что она состоит из углерода (34,97 ат. %), азота (19,49 ат. %), кислорода (34,97 ат. %), фосфора (0,70 ат. %), хлора (2,35 ат. %) и калия (2,26 ат. %) (см. также [1]).

Ядерные реакции, которые, возможно, приводят к образованию значительного количества разнообразных структур и частиц [1] и к столь значительным изменениям элементного состава с наличием свинца ( $Z = 82$ ), платины ( $Z = 78$ ), бария ( $Z = 56$ ), ниобия ( $Z = 41$ ), циркония ( $Z = 40$ ), цинка ( $Z = 30$ ), кобальта ( $Z = 27$ ), железа ( $Z = 26$ ), титана ( $Z = 22$ ), кальция ( $Z = 20$ ), хлора ( $Z = 17$ ), серы ( $Z = 16$ ), фосфора ( $Z = 15$ ), кремния ( $Z = 14$ ), алюминия ( $Z = 13$ ), магния ( $Z = 12$ ), натрия ( $Z = 11$ ), фтора ( $Z = 9$ ), кислорода ( $Z = 8$ ), азота ( $Z = 7$ ) и углерода ( $Z = 6$ ), представлены в [12, 18, 19, 21, 24, 25].

### ЛИТЕРАТУРА

1. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р., Семин В. А. Синтез микрочастиц в гелии при давлении 2,4 кбар с палладиевым стержнем внутри HeНРС, облученной тормозными  $\gamma$ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-33. Дубна, 2015.
2. 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 Р15-2014-89. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2016 (направлено).
3. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Ядерные реакции с синтезом микрочастиц в ННРС с цилиндром из олова при давлении 3,5 кбар водорода при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2014-88. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2016 (направлено).
4. 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 Р15-2014-104. Дубна, 2014.
5. 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.
6. 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 15-2014-38. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2016 (направлено).
7. Дидык А. Ю., Вишневецкий Р. Ядерные реакции, синтез химических элементов и новых структур в плотном гелии при давлении 1,1 кбар под действием облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ 15-2014-50. Дубна, 2014; Письма в ЭЧАЯ. 2016 (направлено).

8. *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.
9. *Дидык А. Ю., Вишнеvский 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.
10. *Дидык А. Ю., Вишнеvский Р.* Образование новых структур и элементов в плотных газах  $H_2$ ,  $D_2$  и He при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016 (направлено).
11. *Дидык А. Ю., Вишнеvский 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 Р15-2014-87. Дубна; Письма в ЭЧАЯ. 2016 (направлено).

Получено 12 мая 2015 г.

Редактор *А. И. Петровская*

Подписано в печать 25.11.2015.

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

Усл. печ. л. 2,3. Уч.-изд. л. 2,9. Тираж 225 экз. Заказ № 58682.

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/)