

P15-2015-71

А. Ю. Дибык, Г. Г. Гульбекян, Г. В. Мышинский

**РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ  
СИНТЕЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ И ОБЪЕКТОВ  
ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ПЛОТНОГО КСЕНОНА (270 атм)  
ТОРМОЗНЫМИ  $\gamma$ -КВАНТАМИ  
С МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИЕЙ 10 МэВ**

Направлено в журнал «Письма в ЭЧАЯ»

Дидык А. Ю., Гульбекян Г. Г., Мышинский Г. В.  
РЭМ- и РМЗА-исследования синтезированных частиц  
и объектов при облучении плотного ксенона (270 атм)  
тормозными  $\gamma$ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ

P15-2015-71

Естественный ксенон при начальном давлении 270 атм в камере высокого давления (ХеHPC) был облучен в течение 43 ч ( $1,548 \cdot 10^5$  с) тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ на ускорителе электронов МТ-25 при средних интенсивностях пучка 20–22 мкА. После вскрытия ХеHPC в обеих внутренних камерах со всеми структурами, но без газа были произведены измерения на германиемовом  $\gamma$ -детекторе (Canberra) последовательно по 15 ч для определения фона и короткоживущих изотопов. При визуальном осмотре поверхностей внутренней сборки ХеHPC было обнаружено видимое покрытие значительной толщины зеленовато-желтоватого цвета. Исследования, проведенные с помощью рентгеновского микрозондового анализа (РМЗА) и растровой электронной микроскопии (РЭМ), позволили определить состав синтезированных частиц.

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

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2015

Didyk A. Yu., Gulbekyan G. G., Myshinskiy G. V.  
SEM and RMPA Research of Synthesized Particles  
and Objects in Dense Xenon (270 bar) Irradiated  
by Braking  $\gamma$ -Rays with a Maximum Energy of 10 MeV

P15-2015-71

Natural xenon at an initial pressure of 270 bar in a special chamber (XeHPC) was irradiated for 43 h ( $1.548 \cdot 10^5$  s) by braking  $\gamma$ -rays with a threshold energy of 10 MeV at electron accelerator MT-25 at an average intensity of the beam of 20–22  $\mu$ A. After opening of XeHPC both internal chambers with all structures and particles, but without gas, were measured on  $\gamma$ -germanium detector (Canberra) in series with the detector background measurement to 15 h each measurement.  $\gamma$ -spectra of short-lived isotopes, formed as a result of exposure, were obtained and processed. Visual inspection of the inner chambers surfaces showed visible brownish-yellowish coating of significant thickness. X-ray microprobe analysis (RMPA) and SEM studies allowed us to determine the composition of the synthesized particles and structural objects.

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

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

## **ВВЕДЕНИЕ**

Ранее были проведены исследования элементного состава синтезированных частиц и объектов, а также структуры поверхностей элементов камеры высокого давления дейтерия (DHPC и FDHPC). Они выполнены на образцах ряда металлов и сплавов Al, V, Cu, Pd, Sn, Re, YMn<sub>2</sub> и нержавеющей стали в виде стержней и проволок, находившихся в атмосфере газообразного молекулярного дейтерия при высоком давлении под действием тормозных  $\gamma$ -квантов с энергиями 10 МэВ [1–13] и 23 МэВ [14–18]. Аналогичные исследования для изучения возможностей протекания ядерных реакций были проведены в камерах высокого давления водорода (HHPC) с палладиевым [19–21] и оловянным [22–24] стержнями внутри и без металлических образцов [25, 26] при облучении 10-МэВ тормозными  $\gamma$ -квантами. Исследования в камерах высокого давления гелия (HeHPC) без металлических образцов внутри [27–30], с палладиевым стержнем внутри [31, 32] при облучении 10-МэВ тормозными  $\gamma$ -квантами выполнены. Обзор по результатам в плотных газах H<sub>2</sub>, D<sub>2</sub> и He представлен в [33].

Обсуждение возможных феноменологических модельных подходов с ядерными реакциями деления в капельной модели ядра и слияния ядер представлено в [3, 4, 7, 9, 19, 22, 24, 25, 28, 34].

Цель настоящей работы — исследование возможностей протекания процессов по образованию новых элементов и синтезированных из них структур, которые отсутствовали в материале внутренних камер, входящих в состав XeHPC, после длительного облучения тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ до заметного изменения давления газа в HeHPC.

### **КАМЕРА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ КСЕНОНА (ХeHPC) И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ ОБЛУЧЕНИЯ НА МИКРОТРОНЕ МТ-25**

Камера высокого давления ксенона (ХeHPC), изображенная на рис. 1, представляет собой цилиндр (2) внешним диаметром 21,3 мм и длиной 112 мм, изготовленный из нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Внутренний диаметр цилиндра составляет 13 мм. Передняя стенка цилиндра, направленная в сторону потока  $\gamma$ -квантов, имеет толщину 4 мм. Корпус камеры ХeHPC охлаждается

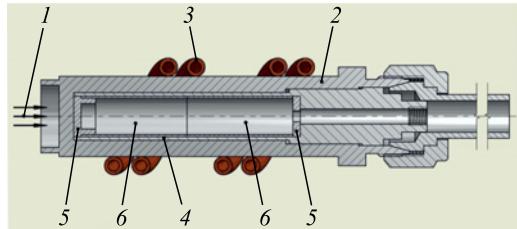


Рис. 1. Камера высокого давления XeHPC. 1 — поток тормозных  $\gamma$ -квантов; 2 — корпус XeHPC; 3 — трубка водяного охлаждения; 4 — тонкостенный внешний вкладыш; 5 — передняя и задняя внутренние втулки; 6 — передний и задний тонкостенные внутренние вкладыши

водой, протекающей по медной трубке диаметром 5 мм (3). Внутрь стального цилиндра вставляются два вкладыша. Внешний вкладыш (4) изготовлен из дюраля алюминия Д16Т и имеет внутренний диаметр 11 мм. Внутренний вкладыш (6) изготовлен из чистого реакторного алюминия и состоит из двух частей: переднего и заднего цилиндров длиной 29 мм, каждый с внутренним диаметром 10 мм. Передняя и задняя втулки (5) внутреннего вкладыша также изготовлены из реакторного алюминия. Толщина передней втулки составляет 2 мм.

В табл. 1 представлены концентрации элементов в алюминии, из которого были изготовлены передняя и задняя тонкостенные разборные внутренние втулки (5), полученные рентгеновским микрозондовым анализом (РМЗА).

XeHPC была заполнена ксеноном путем его вымораживания при температуре охлаждения, т. е. при  $T_{\text{жид}} = -110^{\circ}\text{C}$  [35]. Затем камера была отогрета до комнатной температуры, и давление газообразного ксенона оказалось равным 270 атм. Давление ксенона контролировалось перед началом облучения и не изменилось в течение двух суток после заполнения XeHPC. Отметим, что при полном заполнении жидким ксеноном всего внутреннего объема XeHPC максимальное давление, которое можно получить, составляет  $P_{\text{Xe}}^{\text{жид}} \approx 596,9$  атм при атомной плотности  $n_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = 1,614 \cdot 10^{22} \text{ ат./см}^3$ .

Исходный состав ксенона в баллоне был проанализирован на газовом масс-анализаторе QMS-200, и были получены соответствующие концентрации всех девяти изотопов ксенона:  ${}_{54}^{124}\text{Xe}(0,10\%)$ ,  ${}_{54}^{126}\text{Xe}(0,09\%)$ ,

**Таблица 1. Элементный состав исходного алюминия**

Спектр	Элемент				
	C	O	Mg	Al	Si
По площади, масс. %	7,96	1,40	0,52	89,37	0,75
По площади, ат. %	16,12	2,13	0,52	80,59	0,65
В точке, масс. %	11,37	1,43	0,12	86,65	0,43
В точке, ат. %	22,18	2,10	0,11	75,25	0,36

$^{128}_{54}\text{Xe}$ (1, 91 %),  $^{129}_{54}\text{Xe}$ (26, 4 %),  $^{130}_{54}\text{Xe}$ (4, 1 %),  $^{131}_{54}\text{Xe}$ (21, 2 %),  $^{132}_{54}\text{Xe}$ (26, 9 %),  $^{134}_{54}\text{Xe}$ (10, 4 %) и  $^{136}_{54}\text{Xe}$ (8, 9 %) [35, 36].

Облучение XeHPC было проведено в течение 43 ч ( $1,548 \cdot 10^5$  с) тормозными  $\gamma$ -фотонами с пороговой энергией 10 МэВ на ускорителе электронов МТ-25. Средний ток электронов на мишени составлял 20–22 мкА. При этом осуществлялось интегрирование тока электронного пучка с целью контроля параметров облучения и воспроизведения результатов при повторных исследованиях, что представляется очень важным. По этим измерениям полный интегральный поток электронов за 43 ч облучения составил  $\Phi = 2,4 \cdot 10^{19}$  электронов.

В стационарном режиме облучения давление в XeHPC поднялось с 270 до 320 атм. Облучение проводилось в дневное время по 7–8 ч за сутки. Измерение давления осуществлялось каждое утро на XeHPC при комнатной температуре, а в течение дня — при выходе на стационарный режим облучения и по окончании облучения. После примерно 14 ч облучения давление в холодной XeHPC упало до 185 атм. Это давление увеличивалось до 230 атм при стационарном режиме облучения, и этот режим сохранялся до конца облучения.

По окончании облучения часть газа из XeHPC была перекачана в специальный гофрированный, предварительно откачанный баллон для газа с целью проведения последующего *выходного массового анализа* для выяснения наличия или отсутствия вновь образовавшихся молекулярных газов ввиду того, что давление газа не менялось длительное время при облучении.

После окончания облучения камера была вскрыта, и давление газа в XeHPC стало атмосферным. После этого сборка двух внутренних вкладышей без разборки (рис. 1, поз. 4–6) была помещена в HPGe германиевый  $\gamma$ -детектор (Canberra) с разрешением 1,5 кэВ на линии 1,33 МэВ (линия  $^{60}\text{Co}$ ) для измерения  $\gamma$ -спектров в течение 15 ч для лучшего набора статистики. Фон  $\gamma$ -детектора также измерялся в течение 15 ч.

После измерения  $\gamma$ -спектров внутренние вкладыши были разобраны. Оказалось, что внешняя поверхность тонкостенного внешнего вкладыша из Д16 (рис. 1, поз. 2), внутренние поверхности тонкостенного внутреннего вкладыша и втулки из алюминия (рис. 1, поз. 5, 6), передние в большей степени, а задние в меньшей степени, оказались покрытыми зеленовато-желтоватым слоем.

Помимо этого из внутренних камер выссыпались примерно 20–30 мелких визуально темных частиц до миллиметровых размеров, видимых глазом.

## РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ СИНТЕЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ

На рис. 2 представлена 1-я частица сложной формы с длиной 500 мкм и шириной около 300 мкм со светлыми вкраплениями на поверхности (a). В точках спектр 32, спектр 33 и спектр 34 сделан РМЗА со спектрами *б*, *в*, *г*.

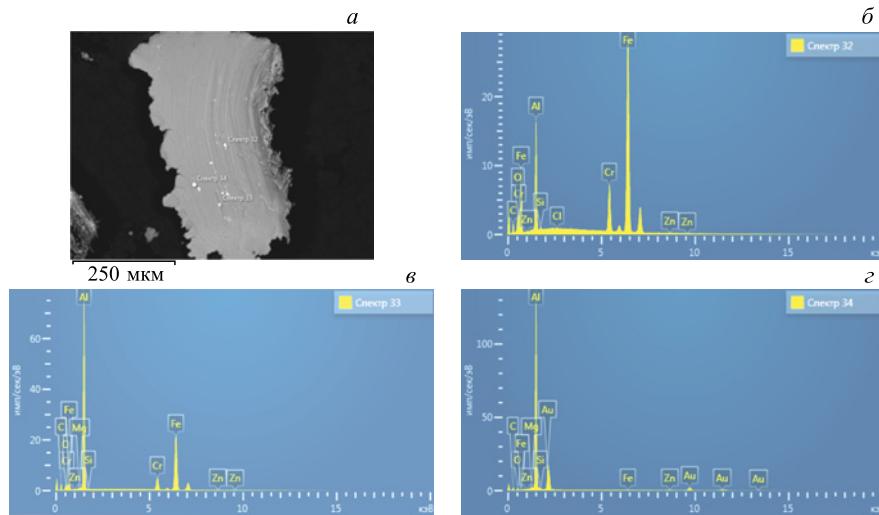


Рис. 2. а) РЭМ-изображение частицы со светлыми вкраплениями на поверхности; б-г) спектры РМЗА в точках спектр 32, спектр 33 и спектр 34

В табл. 2 представлены элементные составы в точках, приведенные на рис. 2, а, полученные с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Как видно из табл. 2, в частице 1 (спектр 32 и спектр 33) углерод не учитывался при обработке, хотя его линии в спектре присутствуют. В точках частицы 1 содержится много железа (60,24 и 30,03 ат. %), хрома (9,47 и 4,73 ат. %), присутствуют кислород (5,36 и 4,85 ат. %), кремний (0,51 и 0,36 ат. %) и много алюминия (24,41 и 59,81 ат. %). А в частице спектр 34 имеются кислород (8,29), магний (0,64 ат. %), много алюминия (82,37 ат. %), присутствует железо (0,17 ат. %), а также много золота (39,03 масс. %). Отметим, что большое количество железа и хрома трудно объяснить естественными механическими вкраплениями от механической обработки: от резца, сверла или фрезы и т. д.

Таблица 2. Элементные составы в точках, приведенные на рис. 2, а

Спектр	Элемент								
	O	Mg	Al	Si	Cl	Cr	Fe	Zn	Au
Спектр 32, масс. %	1,86	—	14,27	0,31	0,12	<b>10,45</b>	<b>72,90</b>	0,10	—
Спектр 32, ат. %	5,36	—	24,41	0,51	0,15	<b>9,27</b>	<b>60,24</b>	0,07	—
Спектр 33, масс. %	2,14	0,14	44,45	0,28	—	<b>6,77</b>	<b>46,19</b>	0,03	—
Спектр 33, ат. %	4,85	0,20	59,81	0,36	—	<b>4,73</b>	<b>30,03</b>	0,02	—
Спектр 34, масс. %	3,37	0,39	56,45	0,52	—	—	0,24	—	39,03
Спектр 34, ат. %	8,29	0,64	82,37	0,73	—	—	0,17	—	7,80

Присутствие моноизотопного золота  $^{197}\text{Au}$  (100 %) тем более нельзя объяснить ничем, кроме как ядерными реакциями синтеза. Возможно, большое количество алюминия обусловлено тем, что 1-я частица с большой концентрацией алюминия (24,41; 59,81 и 82,37 ат. %) образовалась при механической обработке, а мелкие вкрапления на ней других элементов конденсировались из газовой фазы.

На рис. 3, *a* приведен другой участок 1-й частицы со светлыми вкраплениями. На рис. 3, *б*, *в*, *г*. приведены спектры РМЗА в точках спектр 35, 36 и 37.

В табл. 3 представлен элементный состав в точках спектр 35, 36 и 37.

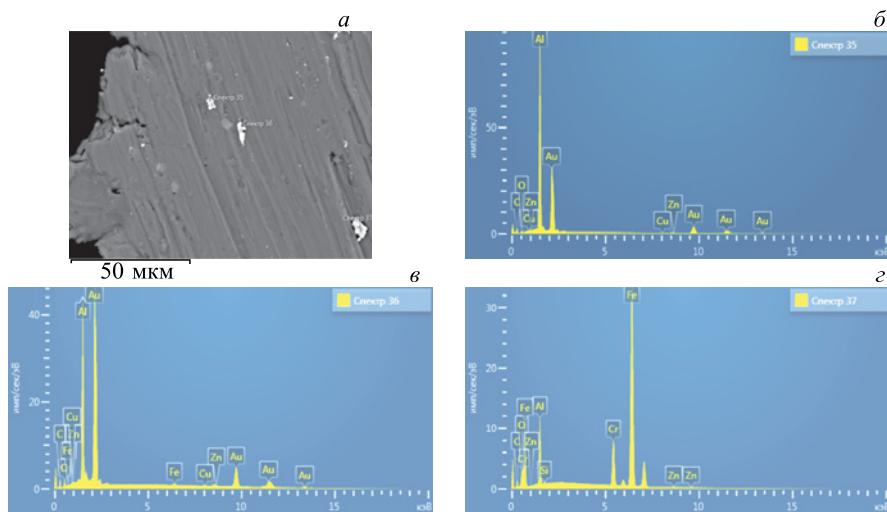


Рис. 3. *a*) РЭМ-изображение частицы со светлыми вкраплениями на поверхности; *б–г*) спектры РМЗА в точках спектр 35, спектр 36 и спектр 37

**Таблица 3. Элементный состав в промеренных точках спектр 35, спектр 36 и спектр 37**

Спектр	Элемент							
	O	Al	Si	Cr	Fe	Cu	Zn	Au
Спектр 35, масс. %	1,29	38,96	—	—	—	0,29	—	59,46
Спектр 35, ат. %	4,42	78,84	—	—	—	0,25	—	16,48
Спектр 36, масс. %	3,64	19,00	—	—	0,75	0,59	0,16	75,86
Спектр 36, ат. %	16,97	52,46	—	—	1,01	0,69	0,18	28,69
Спектр 37, масс. %	1,49	9,50	0,20	10,64	78,07	—	0,11	—
Спектр 37, ат. %	4,53	17,12	0,34	9,95	67,97	—	0,08	—

Из табл. 3 видно, что частицы (спектр 35 и спектр 36) содержат кислород (4,42 и 16,97 ат. %), алюминий (78,84 и 52,46 ат. %), железо (0,0 и 1,01 ат. %), медь (0,25 и 0,69 ат.), а также много золота (59,46 и 75,86 масс. %), см. комментарии к табл. 2.

На рис. 4 приведено РЭМ-изображение 2-й частицы (a). В точках спектр 39 и спектр 40 и на площади спектр 38 сделан РМЗА со спектрами (б, в и г). Как видно из рис. 4, б, 4, в и 3, г, все три спектра очень похожи, так как в них присутствуют линии одних и тех же элементов.

В табл. 4 представлен элементный состав в промеренных точках.

Измерения РМЗА в двух точках и на площади позволили установить, что в них присутствуют: много кислорода (77,39; 83,16 и 78,13 ат. %), магния

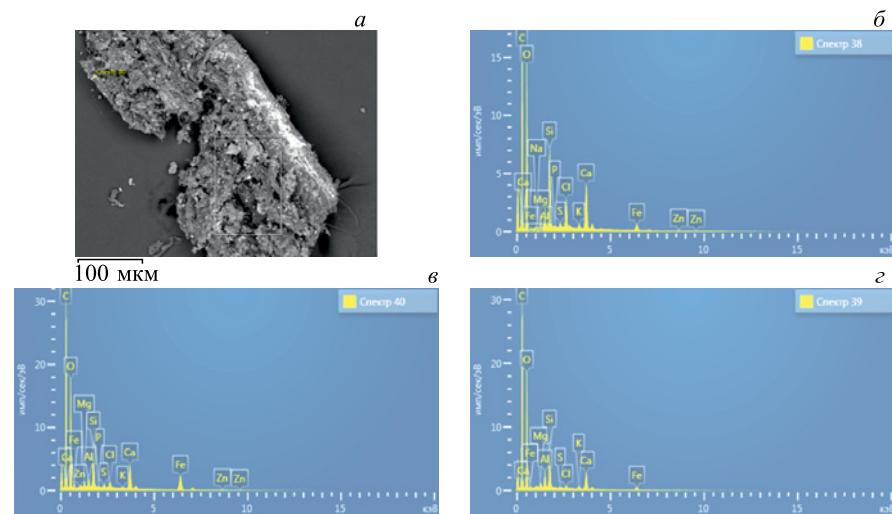


Рис. 4. a) РЭМ-изображение 2-й частицы; б-г) спектры РМЗА в точках спектр 39 и 40 и с площади спектр 38

**Таблица 4. Элементный состав в точках на рис. 3 (спектры 39 и 40) и с площади спектр 38**

Спектр	Элемент											
	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Fe	Zn
Спектр 38, масс. %	62,44	0,85	3,04	3,09	10,16	0,21	0,63	4,64	0,97	9,93	<b>3,92</b>	0,12
Спектр 38, ат. %	77,39	0,73	2,48	2,27	7,18	0,14	0,39	2,60	0,49	4,91	<b>1,39</b>	0,04
Спектр 39, масс. %	70,84	—	1,75	4,34	9,79	—	0,45	0,94	1,30	7,32	<b>3,27</b>	—
Спектр 39, ат. %	83,16	—	1,35	3,02	6,55	—	0,27	0,50	0,62	3,43	<b>1,10</b>	—
Спектр 40, масс. %	59,91	—	1,92	2,10	8,39	0,32	0,90	1,81	0,50	8,69	<b>14,14</b>	1,32
Спектр 40, ат. %	78,13	—	1,65	1,63	6,24	0,22	0,59	1,07	0,27	4,52	<b>5,28</b>	0,42

(2,48; 1,35 и 1,65 ат. %), алюминия (2,27; 3,02 и 1,63 ат. %), кремния (7,18; 6,55 и 6,24 ат. %), серы (0,39; 0,27 и 0,59 ат. %), хлора (2,60; 0,50 и 1,07 ат. %), кальция (4,91; 3,43 и 4,52 ат. %), железа (1,39; 1,10 и 5,28 ат. %), а также калий (0,49; 0,62 и 0,27 ат. %) и цинк (0,04 и 0,42 ат. %).

В данных расчетах углерод не учитывался, так чтобы лучше проявились другие элементы с небольшими концентрациями, помимо этого все частицы были наклеены при измерении РМЗА на углеродный клей, поэтому в зависимости от толщины частиц электроны при РМЗА с энергией 20 кэВ могли вызывать рентген дополнительно от подложки.

На рис. 5 приведены несколько синтезированных частиц разной формы и размеров (a). По трем площадкам из них (спектры 41, 42 и 43) сделан РМЗА (б, в и г).

В табл. 5 дан элементный состав синтезированных частиц на площадях спектр 41, спектр 42 и спектр 43, представленных на рис. 4, а.

Из табл. 5 видно, что частица со спектром (спектр 41) содержит кислород (9,20 ат. %), алюминий (1,32 ат. %), кремний (1,11 ат. %), хлор (0,51 ат. %), много хрома (17,05 ат. %), железа (60,18 ат. %) и никеля (8,01 ат. %), марганец (1,50 ат. %) и молибден (1,13 ат. %). Частица со спектром 42 содержит кислород (35,31 ат. %), алюминий (11,13 ат. %), серу (0,47 ат. %), много хлора (4,56 ат. %) и калия (1,00 ат. %), хрома (12,45 ат. %), железа (17,87 ат. %), никеля (14,76 ат. %), молибдена (0,83 ат. %) и вольфрама (1,06 ат. %). Частица со спектром 43 содержит много кислорода (78,06 ат. %), натрия (5,29 ат. %),

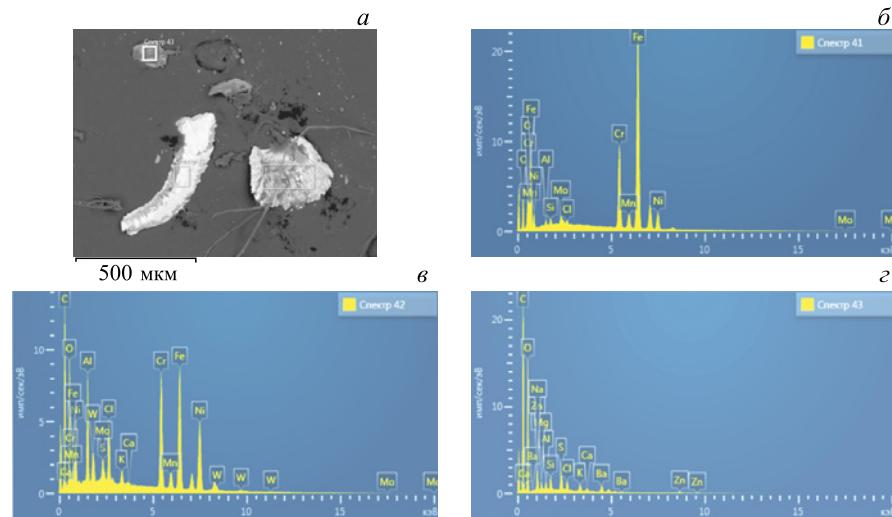


Рис. 5. a) РЭМ-изображения нескольких синтезированных частиц разной формы и размеров; б–г) РМЗА со спектрами трех площадей (спектр 41, спектр 42 и спектр 43)

Таблица 5. Элементный состав частиц на площадях (спектры 41, 42 и 43) на рис. 5, а

Спектр	Элемент																
	O	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Mo	Ba	W
Спектр 41, масс. %	2,86	—	—	0,69	0,60	—	0,35	—		17,25	<b>1,60</b>	<b>65,39</b>	<b>9,15</b>	—	2,10	—	—
Спектр 41, ат. %	9,20	—	—	1,32	1,11	—	0,51	—	—	17,05	<b>1,50</b>	<b>60,18</b>	<b>8,01</b>	—	1,13	—	—
Спектр 42, масс. %	14,5	—	—	7,71	—	0,39	4,15	1,01	0,18	16,62	<b>0,51</b>	<b>25,62</b>	<b>22,24</b>	—	2,05	—	5,03
Спектр 42, ат. %	35,31	—	—	11,13	—	0,47	4,56	1,00	0,18	12,45	<b>0,36</b>	<b>17,87</b>	<b>14,76</b>	—	0,83	—	1,06
Спектр 43, масс. %	59,14	5,76	2,27	2,17	3,17	5,54	2,79	2,34	1,21	—	—	—	—	5,77	—	9,83	—
Спектр 43, ат. %	78,06	5,29	1,97	1,70	2,38	3,65	1,66	1,27	0,64	—	—	—	—	1,87	—	1,51	—

магния (1,97 ат. %), алюминия (1,70 ат. %) и кремния (3,65 ат. %), хлора (1,66 ат. %), калия (1,27 ат. %), кальций (0,64 ат. %), а также много цинка (1,87 ат. %) и бария (1,51 ат. %).

На рис. 6 приведен фрагмент третьей частицы (а), на которой с площади спектр 45 и со светлой частицы в точке спектр 44 сделан РМЗА со спектрами на рис. 6, б, в.

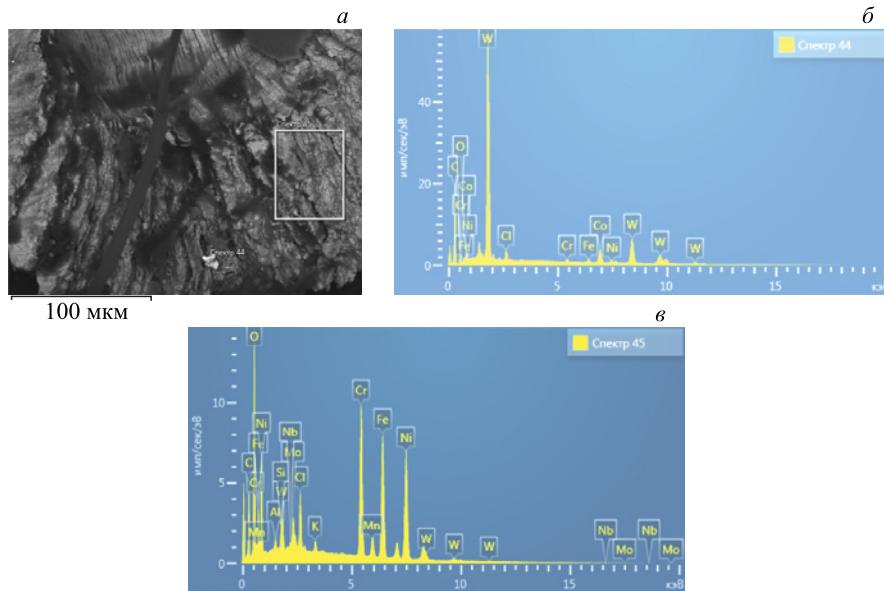


Рис. 6. а) РЭМ-изображения фрагмента частицы 3; б, в) РМЗА со спектрами с площади спектр 45 и со светлой частицы (спектр 44)

В табл. 6 дан элементный состав синтезированных частиц в точке спектр 44 и на площади спектр 45, представленных на рис. 6, а. Углерод не учитывался.

В табл. 7 сделан оценочный перерасчет концентраций с учетом углерода. Видно, что учет углерода уменьшает концентрации остальных элементов. Из табл. 7 видно, что светлая микрочастица на поверхности частицы 3 (спектр 44) содержит углерод (39,34 масс. %), кислород (3,53 масс. %), много хлора (1,43 масс. %), хром (0,53 масс. %), железо (0,83 масс. %), много кобальта (5,57 масс. %), никель (0,51 масс. %) и много вольфрама (48,27 масс. %). На площади спектр 45 содержится углерод (22,11 масс. %), кислород (18,43 масс. %), алюминий (0,52 масс. %), калий (0,53 масс. %), много хрома (13,11 масс. %), марганец (0,33 масс. %), много железа (15,29 масс. %), никеля (20,39 масс. %), молибдена —  $Z = 42$  (2,47 масс. %) и вольфрама —  $Z = 74$  (4,18 масс. %), а также ниобий —  $Z = 41$  (0,50 масс. %).

**Таблица 6. Элементный состав частиц в точке спектр 44 и на площади (спектр 45) на рис. 6, а**

Спектр	Элемент												
	O	Al	Si	Cl	K	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
Спектр 44, масс. %	5,03	—	—	2,84	—	0,83	—	1,28	8,68	0,80	—	—	80,53
Спектр 44, ат. %	30,45	—	—	7,76	—	1,55	—	2,22	14,26	1,33	—	—	42,43
Спектр 45, масс. %	19,32	0,80	0,13	3,07	0,65	17,61	0,45	20,57	—	27,51	0,75	3,56	5,61
Спектр 45, ат. %	46,37	1,13	0,17	3,32	0,64	13,01	0,31	14,15	—	17,99	0,31	1,42	1,17

**Таблица 7. Оценочный перерасчет концентраций в точке спектр 44 и на площади (спектр 45) на рис. 6, а**

Спектр	Элемент													
	C	O	Al	Si	Cl	K	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
Спектр 44, масс. %	39,34	3,53	—	—	1,43	—	0,53	—	0,83	5,57	0,51	—	—	48,27
Спектр 45, масс. %	22,11	18,43	0,52	0,07	2,13	0,46	13,11	0,33	15,29	—	20,39	0,50	2,47	4,18

На рис. 7 приведен фрагмент 4-й частицы (а), на котором на площади спектр 53 и на двух более светлых частицах (спектры 51 и 52) сделан РМЗА со спектрами на рис. 7, б, в, г.

В табл. 8 представлен элементный состав синтезированных частиц в точках спектры 51 и 52 и на площади спектр 53, приведенных на рис. 7, а. Углерод учитывался.

Видно, что микрочастица (спектр 51) содержит углерод (6,11 масс. %). В ней много алюминия (68,11 масс. %), марганца (1,47 масс. %), железа

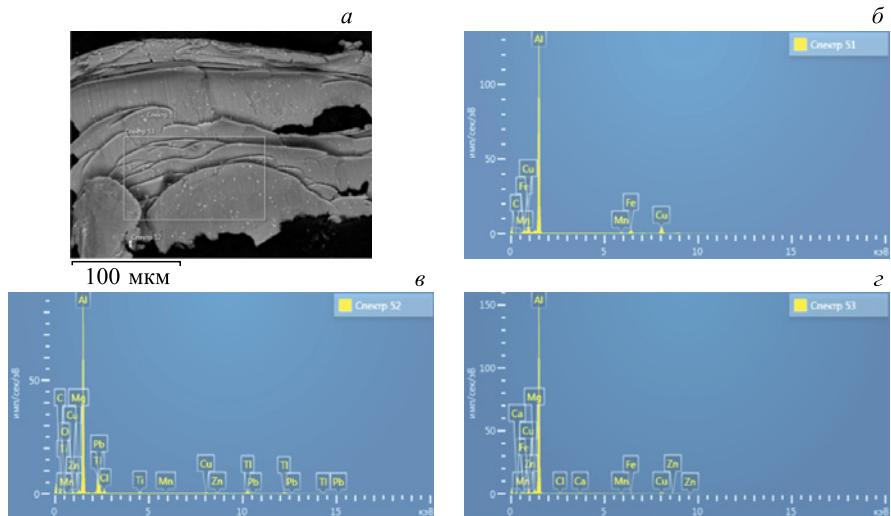


Рис. 7. а) РЭМ-изображение фрагмента 4-й частицы; б-г) РМЗА со спектрами с площади (спектр 53) и с двух более светлых частиц (спектр 51 и спектр 52)

Таблица 8. Элементный состав частиц в точках (спектры 51, 52) и с площади (спектр 53) на рис. 7, а

Спектр	Элемент												
	C	O	Mg	Al	Cl	Ca	Ti	Mn	Fe	Cu	Zn	Tl	Pb
Спектр 51, масс. %	6,11	—	—	68,11	—	—	—	1,47	5,43	<b>18,88</b>	—	—	—
Спектр 52, масс. %	32,18	3,44	0,45	40,60	1,28	—	0,74	0,29	—	<b>2,22</b>	<b>1,07</b>	<b>16,02</b>	<b>1,71</b>
Спектр 53, масс. %	—	—	1,34	90,98	0,22	0,17	—	0,85	0,43	<b>5,54</b>	<b>0,47</b>	—	—

(5,43 масс. %) и меди (18,88 масс. %). Состав же микрочастицы (спектр 52) вообще очень удивляет: присутствуют углерод (32,18 масс. %), кислород (3,44 масс. %), магний (0,45 масс. %), марганец (0,29 масс. %), много алюминия (40,60 масс. %), хлора (1,28 масс. %), титана (0,74 масс. %), меди (2,22 масс. %), цинка (1,07 масс. %). Помимо этого присутствует много таллия (16,02 масс. %) и свинца (1,71 масс. %). На площади 120 × 70 мкм. имеются: магний (1,34 масс. %), много алюминия (90,98 масс. %), хлор (0,22 масс. %), кальций (0,17 масс. %), марганец (0,85 масс. %), железо (0,43 масс. %), много меди (5,54 масс. %) и цинк (0,47 масс. %).

На рис. 8 приведен с увеличением другой фрагмент 4-й частицы (а), на котором на светлой частице в двух точках (спектры 55 и 56) сделан РМЗА со спектрами на рис. 8, б, в.

В табл. 9 дан элементный состав микрочастиц в точках (спектр 55) и (спектр 56), представленных на рис. 8, а.

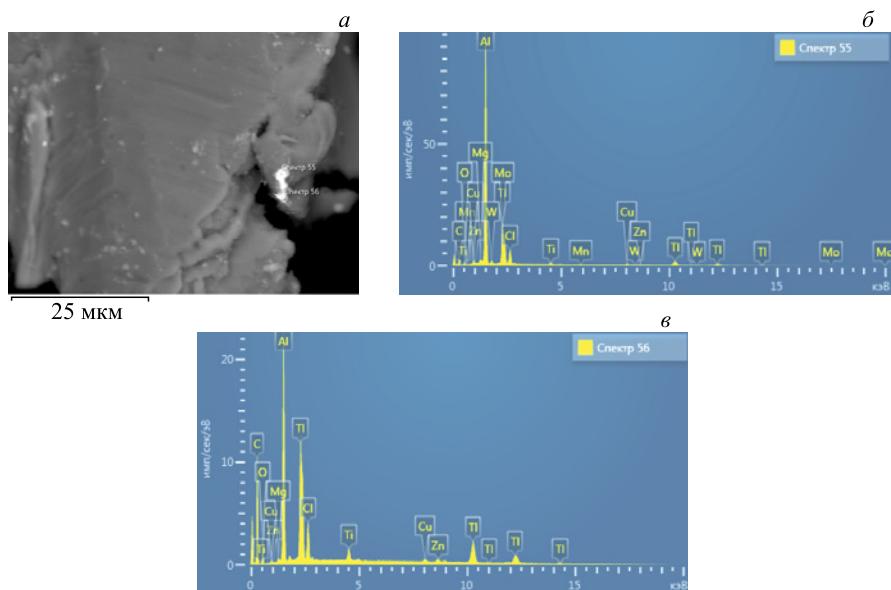


Рис. 8. а) РЭМ-изображение фрагмента 4-й частицы; б, в) РМЗА со спектрами в двух точках (спектр 55) и (спектр 56)

**Таблица 9. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 55 и 56**

Спектр	Элемент											
	C	O	Mg	Al	Cl	Ti	Mn	Cu	Zn	Mo	W	Tl
Спектр 55, масс. %	20,14	2,82	0,51	38,65	4,51	0,85	0,28	1,77	1,08	3,28	0,02	26,09
Спектр 56, масс. %	47,38	8,17	0,17	12,20	3,52	1,80	—	1,17	1,69	—	—	24,10

В точке спектр 55 присутствуют в больших количествах элементы: алюминий (38,65 масс. %), магний (0,51 масс. %), хлор (4,51 масс. %), титан (0,85 масс. %), медь (1,77 масс. %), цинк (1,08 масс. %), молибден —  $Z = 42$  (3,28 масс. %) и особенно таллий —  $Z = 81$  (26,09 масс. %). А также найдены элементы: углерод (20,14 масс. %), кислород (2,82 масс. %) и вольфрам —  $Z = 74$  (0,02 масс. %). В точке (спектр 56) имеются углерод (47,38 масс. %), кислород (8,17 масс. %), много алюминия (12,20 масс. %), хлора (3,52 масс. %), титана (1,80 масс. %), меди (1,17 масс. %) и цинка (1,69 масс. %). И опять присутствует значительное количество таллия —  $Z = 81$  (24,10 масс. %).

На рис. 9, а приведен фрагмент 5-й частицы, на котором сделан РМЗА трех микрочастиц (спектры 62, 63 и 65), а также на площади спектр 66 со спектрами б–д. В табл. 10 представлен их элементный состав.

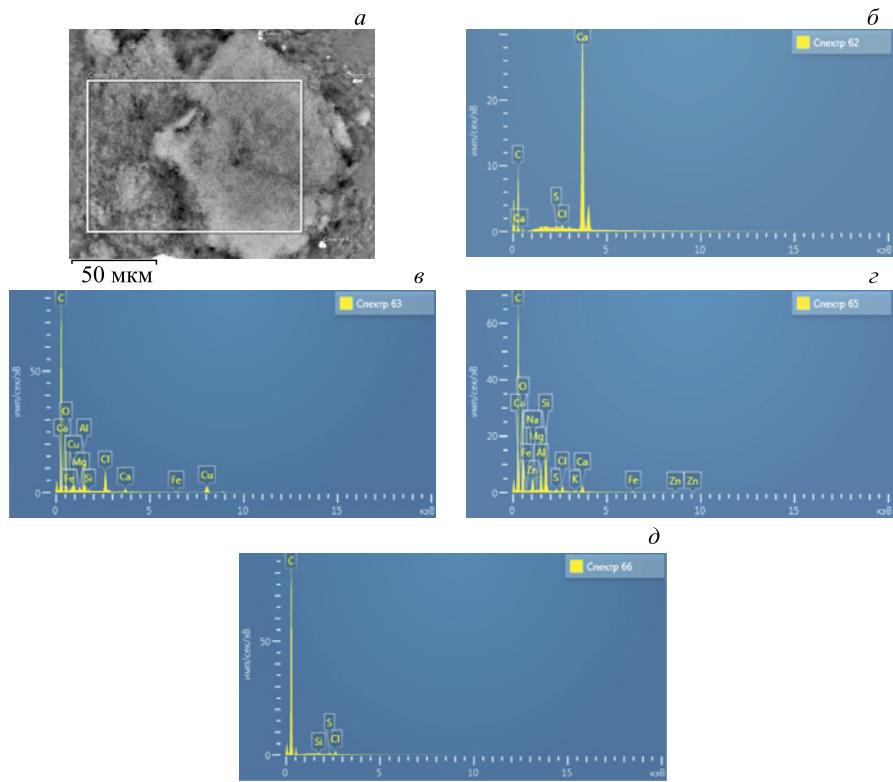


Рис. 9. а) РЭМ-изображение фрагмента 5-й частицы; б–д) РМЗА со спектрами трех микрочастиц (спектр 62, спектр 63 и спектр 65) и с площади (спектр 66)

**Таблица 10. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 62, 63 и 65 и на площади спектр 66**

Спектр	Элемент												
	C	O	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Fe	Cu	
Спектр 62, масс. %	38,97	—	—	—	—	—	0,34	0,63	—	60,06	—	—	
Спектр 63, масс. %	65,13	24,94	—	0,27	3,03	0,06	—	1,86	—	0,42	0,09	<b>4,2</b>	
Спектр 65, масс. %	65,37	27,17	1,54	0,08	1,30	3,09	0,12	0,42	0,10	0,64	0,17	—	
Спектр 66, масс. %	98,76	—	—	—	—	0,15	0,24	0,85	—	—	—	—	

В светлых микрочастичках (спектр 62, спектр 63 и спектр 65) составы сильно различаются. Микрочастица в точке спектр 62 однородна, в ней много кальция (60,06 масс. %) и присутствуют углерод (38,97 масс. %) с серой

(0,34 масс. %) и хлором (0,63 масс. %). Микрочастица в точке спектр 63 содержит много углерода (65,13 масс. %), алюминия (3,03 масс. %), хлора (1,86 масс. %) и меди (4,2 масс. %), а также кислород (24,94 масс. %), магний (0,27 масс. %), кремний (0,06 масс. %) и кальций (0,42 масс. %). Состав микрочастицы спектр 65 в целом похож на состав микрочастицы в точке спектр 63 за исключением меди и присутствия в больших количествах натрия (1,54 масс. %) и кремния (3,09 масс. %). РМЗА на большой площади ( $124 \times 73$  мкм.) 5-й частицы с рыхлой поверхностью показал, что она состоит практически из одного углерода (98,76 масс. %) с малыми количествами кремния (0,15 масс. %), серы (0,24 масс. %) и хлора (0,85 масс. %).

### РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ВХОДНОЙ ПЕРЕДНЕЙ ВТУЛКИ (РИС.1, 5)

На рис. 10 приведены РЭМ-изображения дна заглубления с диаметром 6,75 мм входной передней заглушки (ВПВ) со структурами, которые плотно покрывают дно и стенки (a), и той же структуры на дне с большим увеличением (б). Выход характеристического рентгеновского излучения из-за стенок заглубления очень мал, поэтому РМЗА сделать не удалось.

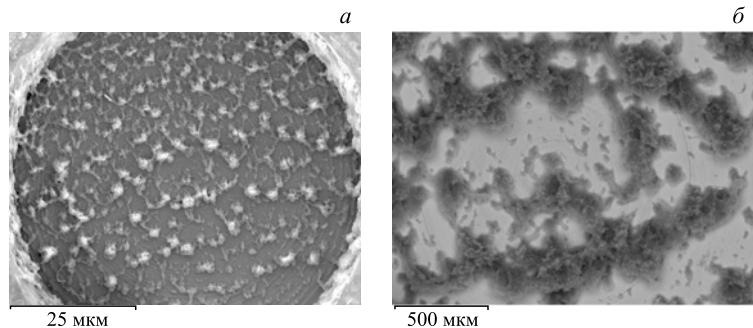


Рис. 10. a) РЭМ-изображение дна входного заглубления; б) структура дна с большим увеличением

На рис. 11 представлено РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ (a) и РМЗА в точках спектр 70, спектр 71 и спектр 72 со спектрами б–г.

В табл. 11 дан элементный состав светлых микрочастиц в точках спектр 70, спектр 71 и спектр 72, представленных на рис. 11, а.

Микрочастица в точке спектр 70 содержит много углерода (63,71 ат. %) и никеля (14,96 ат. %) и относительно мало кислорода (2,92 ат. %). В микрочастице в точке спектр 71 присутствуют углерод (53,40 ат. %), кислород (10,82 ат. %), много хлора (1,78 ат. %) и кадмия —  $Z = 48$  (15,26 масс. %).

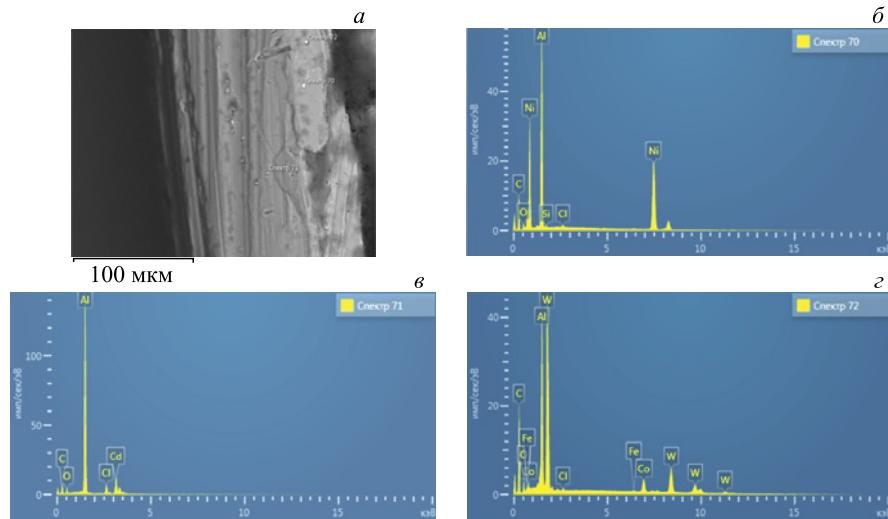


Рис. 11. а) РЭМ-изображение стенки ВПВ; б-г) РМЗА со спектрами в точках спектр 70, спектр 71 и спектр 72

**Таблица 11. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 70, спектр 71 и спектр 72**

Спектр	Элемент									
	C	O	Al	Si	Cl	Fe	Co	Ni	Cd	W
Спектр 70, масс. %	34,97	2,14	22,27	0,23	0,25	—	—	40,14	—	—
Спектр 70, ат. %	63,71	2,92	18,07	0,18	0,15	—	—	14,96	—	—
Спектр 71, масс. %	31,59	8,52	41,52	—	3,10	—	—	—	<b>15,26</b>	—
Спектр 71, ат. %	53,40	10,82	31,25	—	1,78	—	—	—	<b>2,76</b>	—
Спектр 72, масс. %	42,44	3,72	10,09	—	0,28	0,27	4,98	—	—	<b>38,22</b>
Спектр 72, ат. %	79,49	5,23	8,41	—	0,18	0,11	1,90	—	—	<b>4,68</b>

Микрочастица в точке спектр 72 содержит много углерода (79,49 ат. %), кобальта (4,98 масс. %) и вольфрама (38,22 масс. %). Наличие алюминия, возможно, обусловлено материалом В3-1, на котором измерялись РМЗА микрочастиц, а именно дюралюм Д16.

На рис. 12 представлено РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ (а) и РМЗА в светлых микрочастицах (спектр 76 и спектр 77) со спектрами б и в.

В табл. 12 дан элементный состав светлых микрочастиц в точках (спектр 70, спектр 76 и спектр 77), представленных на рис. 12, а.

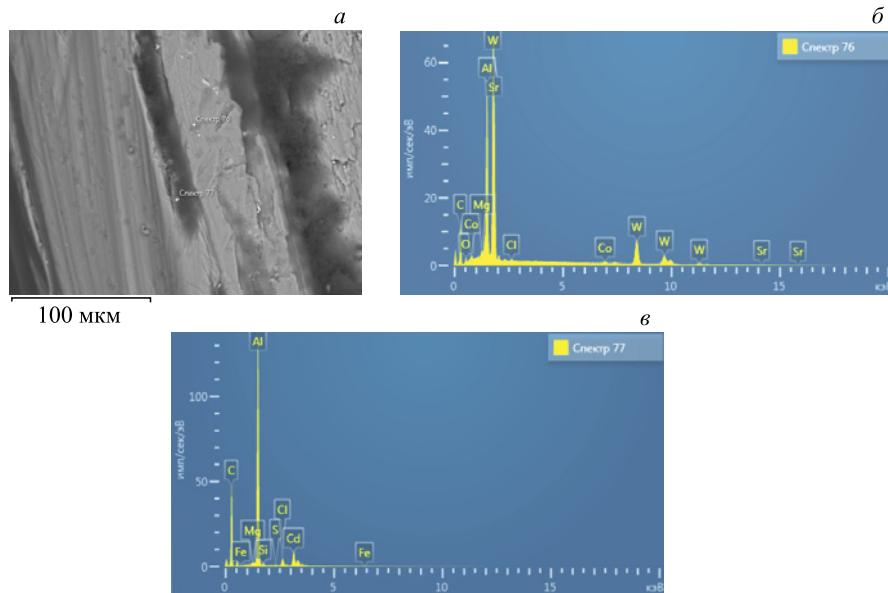


Рис. 12. а) РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ; б, в) РМЗА со спектрами в микрочастицах (спектр 76 и спектр 77)

**Таблица 12. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 76 и спектр 77 на рис.12, а**

Спектр	Элемент											
	C	O	Mg	Al	Si	S	Cl	Fe	Co	Sr	Cd	W
Спектр 76, масс. %	29,59	2,19	0,42	11,54	—	—	0,35	—	<b>0,76</b>	<b>3,20</b>	—	<b>51,94</b>
Спектр 76, ат. %	72,73	4,04	0,51	12,62	—	—	0,29	—	<b>0,38</b>	<b>1,08</b>	—	<b>8,34</b>
Спектр 77, масс. %	69,97	—	0,12	22,39	0,21	0,06	1,08	0,06	—	—	<b>6,12</b>	—
Спектр 77, ат. %	86,23	—	0,07	12,28	0,11	0,03	0,45	0,02	—	—	<b>0,81</b>	—

Из табл. 12 можно сделать вывод, что частицы сильно различаются по составу. Светлая микрочастица в точке спектр 76 содержит много углерода (72,73 ат. %), магния (0,51 ат. %) и стронция —  $Z = 38$  (3,20 масс. %), наряду с большой концентрацией вольфрама (51,94 масс. %). А светлая микрочастица в точке спектр 77 содержит очень много углерода (86,23 ат. %) и кадмий —  $Z = 48$  (6,12 масс. %), а также хлор (1,08 масс. %).

На рис. 13 представлено РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ (а) и РМЗА в светлых микрочастицах (спектр 79 и спектр 80) со спектрами б и в.

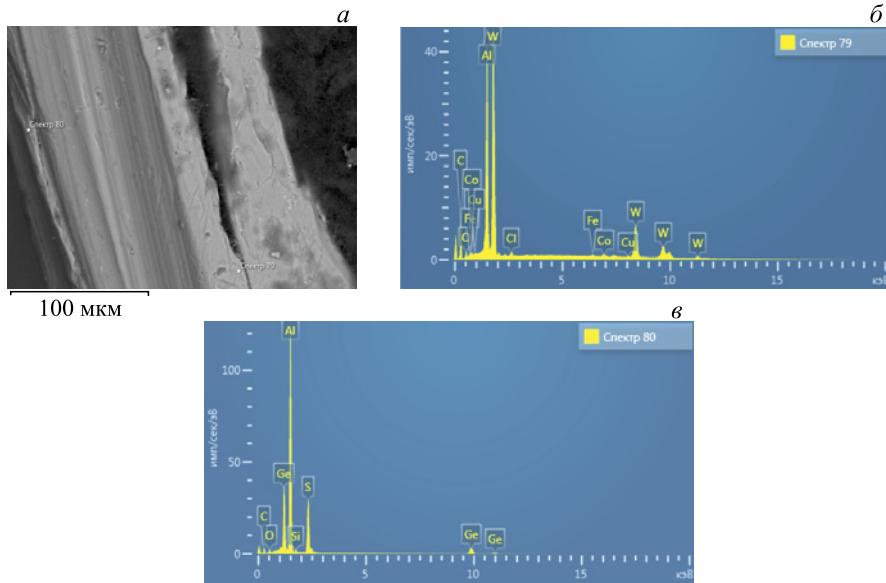


Рис. 13. а) РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ; б, в) РМЗА со спектрами в светлых микрочастицах (спектр 79 и спектр 80)

**Таблица 13. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 79 и спектр 80 на рис. 13, а**

Спектр	Элемент										
	C	O	Al	Si	S	Cl	Fe	Co	Cu	Ge	W
Спектр 79, масс. %	26,09	2,49	14,55	—	—	0,70	0,05	1,05	0,45	—	54,17
Спектр 79, ат. %	67,55	4,85	16,78	—	—	0,61	0,28	0,55	0,22	—	9,16
Спектр 80, масс. %	22,16	2,51	44,67	0,66	13,11	—	—	—	—	16,89	—
Спектр 80, ат. %	42,68	3,63	38,3	0,54	9,46	—	—	—	—	5,38	—

В табл. 13 представлен элементный состав светлых микрочастиц в точках спектр 79, спектр 80 на рис. 13, а.

Микрочастица в точке спектр 79 содержит относительно немного углерода (67,55 ат. %) и кислорода (4,85 ат. %), очень много вольфрама —  $Z = 74$  (54,17 масс. %), хлор (0,70 масс. %), кобальт (1,05 масс. %) и медь (0,45 масс. %). Микрочастица в точке спектр 80 содержит углерод (42,68 ат. %), кислород (3,63 ат. %), кремний (0,66 масс. %), много серы (13,11 масс. %) и германия —  $Z = 32$  (16,89 масс. %).

На рис. 14 представлено РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ (а) и РМЗА только в светлых микрочастицах (спектры 81–84) со спектрами (б–д).

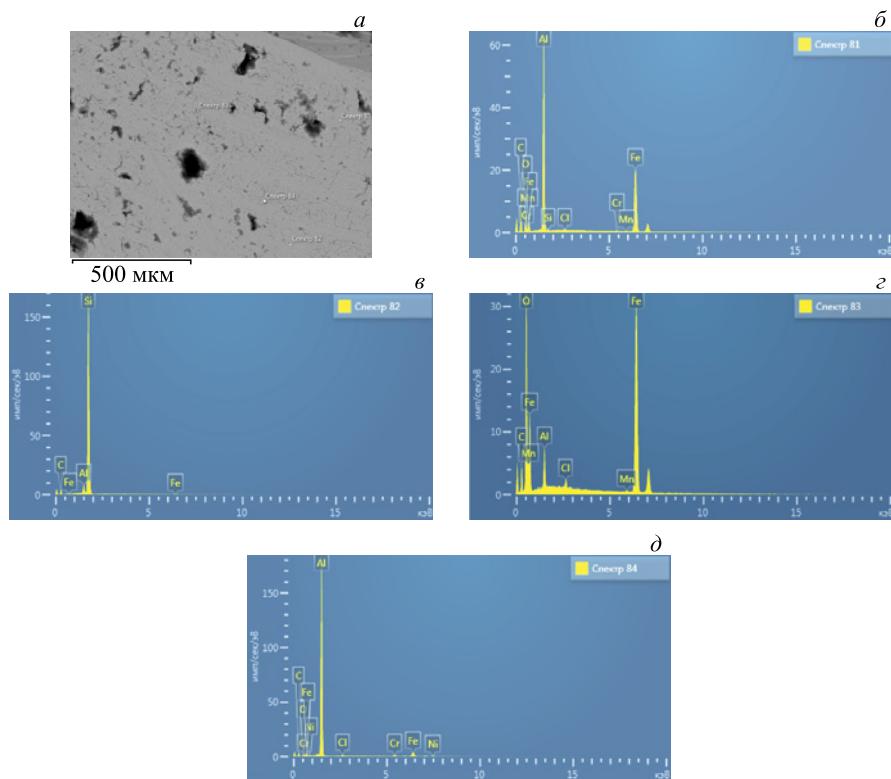


Рис. 14. а) РЭМ-изображение торцевой части стенки ВПВ; б–д) РМЗА только в светлых микрочастицах (спектры 81–84) со спектрами

Таблица 14. Элементный состав микрочастиц в точках (спектр 81, 82, 83 и 84) на рис. 14, а

Спектр	Элемент								
	C	O	Al	Si	Cl	Cr	Mn	Fe	Ni
Спектр 81, масс. %	34,19	9,47	23,48	0,21	0,16	0,26	0,26	31,96	—
Спектр 82, масс. %	40,04	—	2,13	57,46	—	—	—	0,37	—
Спектр 83, масс. %	13,73	26,34	3,55	—	0,69	—	0,49	55,21	—
Спектр 84, масс. %	24,51	3,24	60,41	—	0,83	1,97	—	7,93	1,10

В табл. 14 представлен элементный состав светлых микрочастиц в точках спектр 81, спектр 82, спектр 83 и спектр 84 на рис. 14, а.

Можно сделать вывод, что светлая микрочастица (спектр 81) содержит много железа (31,96 масс. %), металлы: хром (0,26 масс. %) и марганец (0,26 масс. %), а также кремний (0,21 масс. %), наряду с углеродом (34,19 масс. %) и кислородом (9,49 масс. %). Микрочастица в точке спектр 82

состоит преимущественно из кремния (57,46 масс. %) и углерода (40,04 масс. %) с примесью железа (0,37 масс. %) и алюминия (2,13 масс. %). Микрочастица (спектр 83) содержит много железа (55,21 масс. %), мало углерода (13,73 масс. %) и кислорода (26,34 масс. %). В микрочастице в точке спектра 84 содержатся металлы: хром (1,97 масс. %), железо (7,93 масс. %) и никель (1,10 масс. %), а их относительные концентрации в точности соответствуют нержавеющей стали 12Х18Н10Т:  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 17,90$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 72,09$  отн. % и  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 10,00$  отн. %.

### РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫХОДНОЙ ЗАДНЕЙ ВТУЛКИ (РИС. 1, ПОЗ. 5)

Задняя втулка (см. рис. 1, поз. 5) была разрезана на две половинки вдоль оси симметрии, и обе половинки были изучены РЭМ- и РМЗА-методами.

На рис. 15 приведено РЭМ-изображение частицы (а) на поверхности одной из половинок задней заглушки (ВЗВ), на площади (спектр 3) которой был проведен РМЗА со спектром на рис. 15, б.

В табл. 15 представлен элементный состав с площади (спектр 3) на рис. 15, а.

Находим относительные концентрации элементов Cr, Fe и Ni:  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 18,70$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 72,48$  отн. % и  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 8,81$  отн. %. Это примерно соответствует составу нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

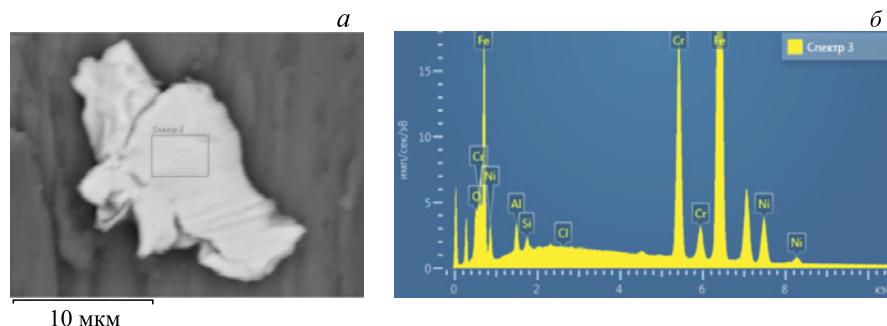


Рис. 15. а) РЭМ-изображение частицы на поверхности одной из половинок задней втулки, б) спектр РМЗА в точке 3

Таблица 15. Элементный состав с площади (спектр 3) на рис. 15, а

Спектр	Элемент					
	O	Al	Si	Cr	Fe	Ni
Спектр 3, масс. %	0,88	1,41	0,44	<b>16,99</b>	<b>71,24</b>	<b>9,04</b>
Спектр 3, ат. %	2,93	2,78	0,83	<b>17,39</b>	<b>67,88</b>	<b>8,19</b>

На рис. 16 приведен участок поверхности ВЗВ с двумя светлыми микрочастицами, в точках спектр 6 и спектр 7 сделан РМЗА со спектрами *в* и *г*.

В табл. 16 дан элементный состав светлых микрочастиц (спектр 6 и 7), приведенных на рис. 15, *а*.

Из табл. 16 и спектров на рис. 16, *б* и *в* однозначно видно, что в обеих микрочастицах присутствует таллий —  $Z = 81$  (67,23 масс. % и 57,53 масс. %). Помимо таллия в микрочастицах находятся: кислород (9,37 и 38,89 ат. %), естественно, алюминий (31,97 и 38,63 ат. %), хлор (30,75 и 6,58 ат. %) и серебро —  $Z = 47$  (3,70 ат. %).

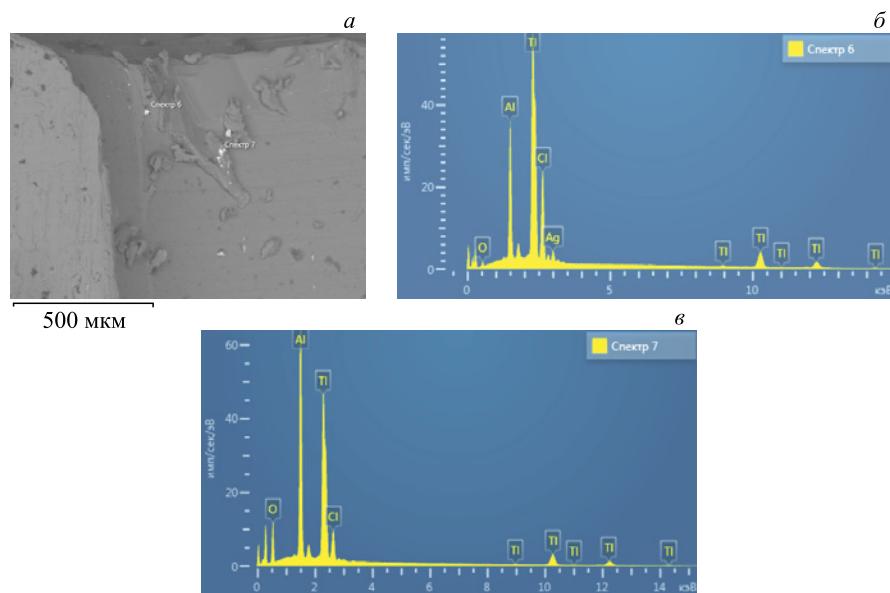


Рис. 16. *а*) РЭМ-изображение с двумя светлыми микрочастицами на поверхности ВЗВ; *б, в*) спектры РМЗА в точках спектр 6 и спектр 7

Таблица 16. Элементный состав светлых микрочастиц (спектр 6 и спектр 7) на рис. 16, *а*

Спектр	Элемент				
	O	Al	Cl	Ag	Tl
Спектр 6, масс. %	2,00	11,52	14,55	<b>4,70</b>	<b>67,23</b>
Спектр 6, ат. %	9,37	31,97	30,75	<b>3,27</b>	<b>24,65</b>
Спектр 7, масс. %	14,63	22,75	5,09	—	<b>57,53</b>
Спектр 7, ат. %	41,89	38,63	6,58	—	<b>12,90</b>

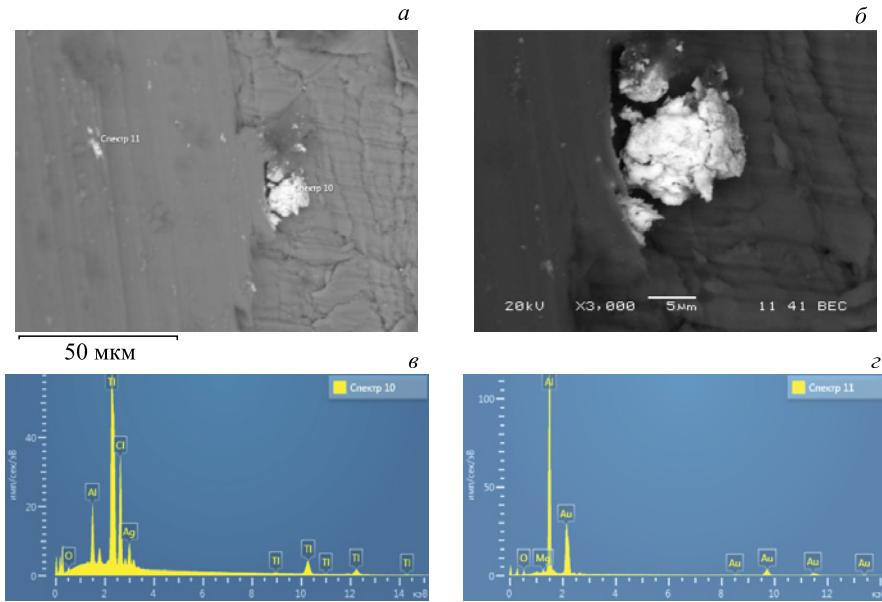


Рис. 17. а) РЭМ-изображения двух светлых частиц, б) увеличенное изображение светлой микрочастицы со спектром 10; в, г) спектры РМЗА в точках (спектр 10 и спектр 11)

**Таблица 17. Элементный состав светлых микрочастиц (спектр 10 и спектр 11) на рис. 17, а**

Спектр	Элемент						
	O	Mg	Al	Cl	Ag	Au	Tl
Спектр 10 масс. %	1,63	—	5,13	17,42	<b>11,24</b>	—	<b>64,57</b>
Спектр 10 ат. %	8,47	—	15,79	40,82	<b>8,66</b>	—	<b>26,25</b>
Спектр 11 масс. %	4,10	0,53	45,21	—	—	<b>50,16</b>	—
Спектр 11 ат. %	11,62	0,98	75,87	—	—	<b>11,53</b>	—

На рис. 17 приведен участок поверхности ВЗВ с двумя светлыми частицами, в точках спектр 10 и спектр 11 которых сделан РМЗА, со спектрами на рис. 17, в и г, а на рис. 17, б приведено увеличенное изображение светлой микрочастицы (спектр 10).

В табл. 17 дан элементный состав светлых микрочастиц (спектр 10 и спектр 11), приведенных на рис. 17, а.

Из табл. 17 и спектров на рис. 17, в и г видно, что в микрочастице (спектр 10) присутствуют: кислород (8,47 ат. %), хлор (40,82 ат. %), серебро —  $Z = 47$  (8,66 ат. %) и таллий —  $Z = 81$  (64,57 масс. %). А в микроча-

стице (спектр 11) присутствуют: кислород (11,62 ат. %), магний (0,98 ат. %) и золото —  $Z = 79$  (50,16 масс. %).

На рис. 18 приведен участок поверхности ВЗВ с множественными частицами, в светлой частице (*a*) сделан РМЗА в точке спектр 20 со спектром *b*.

В табл. 18 приведен элементный состав микрочастицы (спектр 20) на рис. 18, *a*.

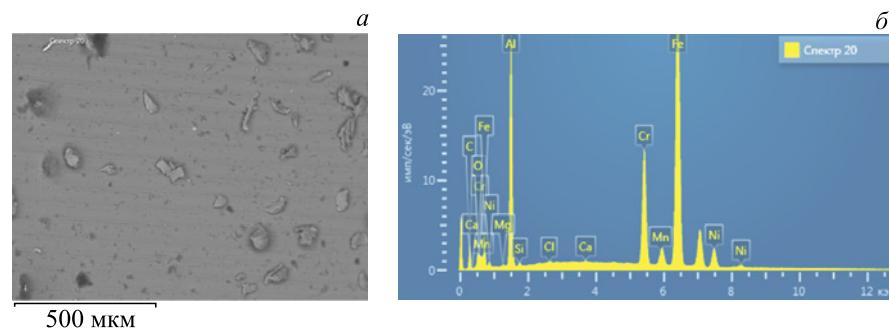


Рис. 18. *a*) РЭМ-изображение участка поверхности ВЗВ с множественными частицами; *б*) спектр РМЗА в точке спектр 20

**Таблица 18. Элементный состав светлой микрочастицы (спектр 20) на рис. 18, *a***

Спектр	Элемент									
	O	Mg	Al	Si	Cl	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni
Спектр 20, масс. %	1,04	0,13	16,57	0,27	0,10	0,08	<b>15,07</b>	0,74	<b>59,63</b>	<b>6,36</b>
Спектр 20, ат. %	2,99	0,25	28,20	0,44	0,14	0,09	<b>13,30</b>	0,62	<b>49,01</b>	<b>4,98</b>

Как видно, в частице много хрома (13,30 ат. %), железа (49,01 ат. %) и никеля (4,98 ат. %), а также кислорода (2,99 ат. %), присутствуют магний (0,25 ат. %), кремний (0,44 ат. %), хлор (0,14 ат. %), кальций (0,09 ат. %) и марганец (0,62 ат. %). Относительные концентрации хрома, железа и никеля по соотношению (2) равны:  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 19,77$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 72,83$  отн. % и  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 7,34$  отн. %. Это примерно соответствует нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

На рис. 19 приведен участок поверхности ВЗВ с множественными частицами, в светлой частице (*a*) сделан РМЗА в точке (спектр 22) со спектром *б*.

В табл. 19 дан элементный состав микрочастицы (спектр 22) на рис. 19, *a*.

Можно сделать вывод, что светлая частица (спектр 22) содержит: кислород (30,95 ат. %), магний (1,61 ат. %), кремний (0,19 ат. %), хлор (0,79 ат. %), калий (1,02 ат. %), никель (0,18 ат. %), много меди (27,14 ат. %) и цинка (11,46 ат. %). Относительные концентрации меди и цинка составляют:  $C_{\text{Cu}}^{\text{отн. \%}} = 70,31$  отн. % и  $C_{\text{Zn}}^{\text{отн. \%}} = 29,69$  отн. %. Это на латунь не похоже.

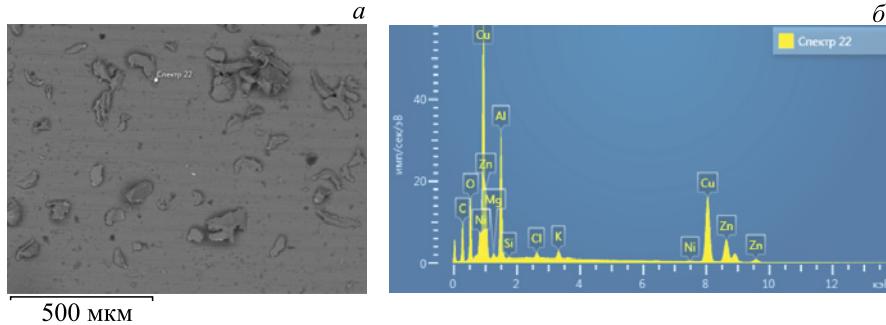


Рис. 19. а) РЭМ-изображение участка поверхности В3В с множественными частицами; б) спектр РМЗА светлой частицы в точке спектр 22

**Таблица 19. Элементный состав светлой микрочастицы (спектр 22) на рис. 19, а**

Спектр	Элемент								
	O	Mg	Al	Si	Cl	K	Ni	Cu	Zn
Спектр 22, масс. %	13,00	1,03	18,88	0,14	0,73	1,04	0,27	<b>45,26</b>	<b>19,65</b>
Спектр 22, ат. %	30,95	1,61	26,66	0,19	0,79	1,02	0,18	<b>27,14</b>	<b>11,46</b>

На рис. 20 приведен участок поверхности В3В с множественными частицами, в более светлой частице (а) сделан РМЗА в точке спектр 24 со спектром б.

В табл. 20 дан элементный состав светлой микрочастицы (спектр 22) на рис. 20, а.

Можно сделать вывод, что светлая частица (спектр 24) содержит: кислород (9,99 ат. %), хлор (0,30 ат. %), калий (0,39 ат. %), много меди (49,52 ат. %) и цинка (22,99 ат. %). Относительные концентрации меди и

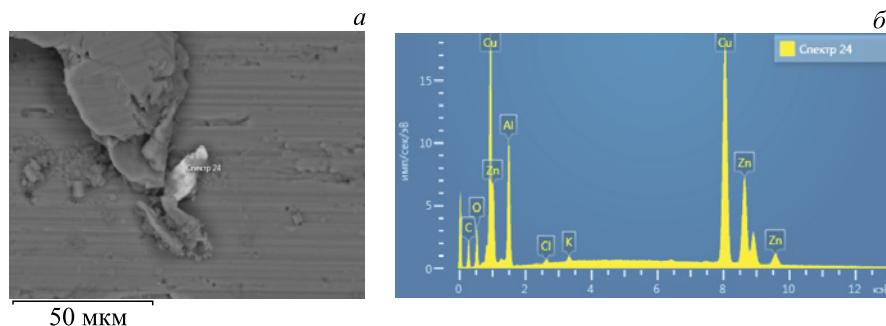


Рис. 20. а) РЭМ-изображение участка поверхности В3В с множественными частицами; б) спектр РМЗА светлой частицы в точке спектр 24

**Таблица 20. Элементный состав светлой микрочастицы (спектр 24) на рис. 20, а**

Спектр	Элемент					
	O	Al	Cl	K	Cu	Zn
Спектр 24, масс. %	3,02	8,58	0,20	0,29	<b>59,49</b>	<b>28,42</b>
Спектр 24, ат. %	9,99	16,81	0,30	0,39	<b>49,52</b>	<b>22,99</b>

цинка составляют:  $C_{\text{Cu}}^{\text{отн. \%}} = 68,29$  отн. % и  $C_{\text{Zn}}^{\text{отн. \%}} = 31,71$  отн. %. Эти относительные концентрации на состав латуни не похожи.

На рис. 21, а приведен комплекс микрочастиц, на рис. 21, б — увеличенное изображение этих микрочастиц. В точках спектр 27, спектр 28, спектр 29 и спектр 30, а также и на площади 31 сделан РМЗА.

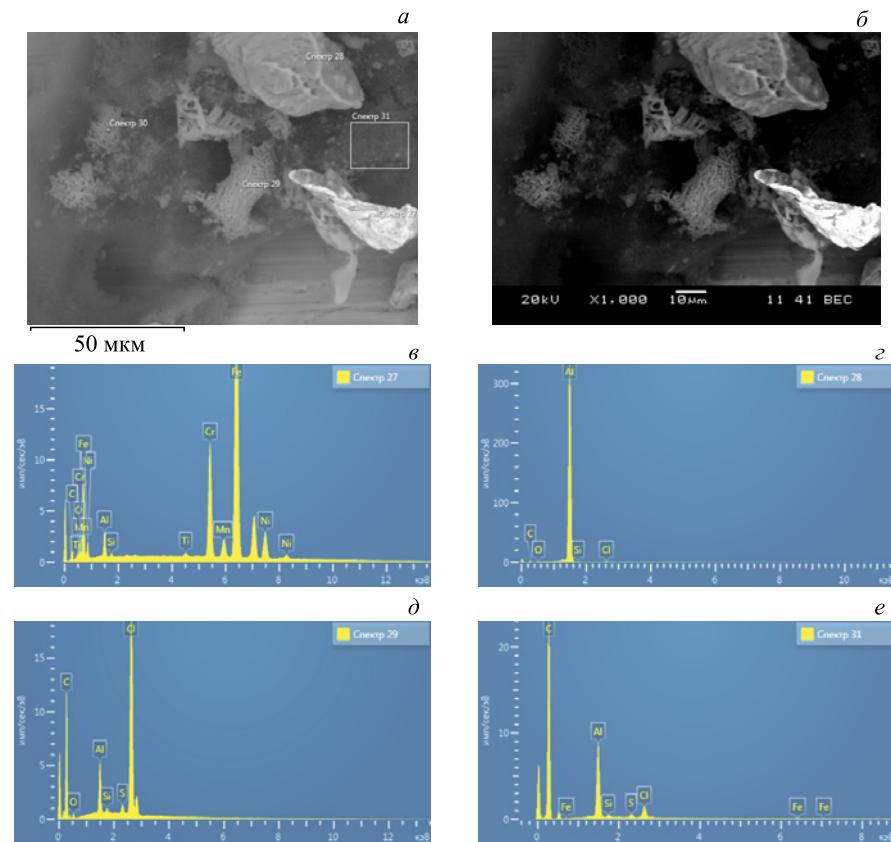


Рис. 21. а) РЭМ-изображения микрочастиц; б) увеличенное изображение этих микрочастиц; в–е) спектр РМЗА в точках спектр 27, 28, 29, а также на площади спектр 31

**Таблица 21. Элементный состав микрочастиц в точках спектр 27, 28, 29, 30 и с площади спектр 31**

Спектр	Элемент									
	O	Al	Si	S	Cl	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni
Спектр 27, масс. %	0,73	2,07	0,25	—	—	<b>0,36</b>	<b>15,42</b>	0,99	<b>70,53</b>	<b>9,65</b>
Спектр 27, ат. %	2,42	4,09	0,48	—	—	<b>0,40</b>	<b>15,77</b>	0,96	<b>67,15</b>	<b>8,74</b>
Спектр 28, масс. %	1,66	<b>97,59</b>	0,46	—	0,30	—	—	—	—	—
Спектр 28, ат. %	2,77	<b>96,57</b>	0,44	—	0,22	—	—	—	—	—
Спектр 29, масс. %	10,06	11,63	0,96	2,10	75,25	—	—	—	—	—
Спектр 29, ат. %	19,17	13,13	1,04	2,00	64,66	—	—	—	—	—
Спектр 30, масс. %	—	55,34	4,47	5,60	34,58	—	—	—	—	—
Спектр 30, ат. %	—	61,04	4,74	5,20	29,02	—	—	—	—	—
Спектр 31, масс. %	—	66,12	3,82	4,95	21,71	—	—	—	<b>3,40</b>	—
Спектр 31, ат. %	—	71,77	3,98	4,52	17,93	—	—	—	<b>1,78</b>	—

В табл. 21 дан элементный состав всех микрочастиц в точках спектр 27, спектр 28, спектр 29 и спектр 30, а также на площади (спектр 31) на рис. 21, а.

Микрочастица в точке спектр 27 — светлая сложной формы частица содержит много хрома (15,77 ат. %), железа (67,15 ат. %), никеля (8,74 ат. %), марганца (0,96 ат. %), а также титан (0,40 ат. %), кремний (0,48 ат. %) и кислорода (2,42 ат. %).

Относительные концентрации хрома, железа, никеля и титана составляют:  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 17,13$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 72,94$  отн. % и  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 9,49$  отн. % и  $C_{\text{Ti}}^{\text{отн. \%}} = 0,43$  отн. %. Это примерно соответствует составу нержавеющей стали, типа 12Х18Н10Т.

Микрочастица в точке спектр 28 — крупная частица, имеющая состав: 96,57 ат. % алюминия, 0,44 ат. % кремния, 2,77 ат. % кислорода и 0,22 ат. % хлора — это, по-видимому, кусок алюминия.

Микрочастица в точке спектр 29 по форме напоминает губку, имеет сложный состав и состоит из: 64,66 ат. % хлора, 2,00 ат. % серы, 21,04 ат. % кремния, 13,13 ат. % алюминия и 19,17 ат. % кислорода.

Микрочастица в точке спектр 30 по форме напоминает губку и состоит из: кремния — 4,74 ат. %, серы — 5,20 ат. % и хлора — 29,02 ат. % при концентрации алюминия — 61,04 ат. %.

Темная часть поверхности (спектр 31) имеет в составе: алюминия — 71,77 ат. %, кремния — 3,98 ат. %, серы — 4,52 ат. %, хлора — 17,93 ат. % и железа — 1,78 ат. %.

На рис. 22 приведены микрочастицы, на которых расположены три светлых частицы, в точках спектр 32, спектр 33 и спектр 34 сделан РМЗА со спектрами б, в и г.

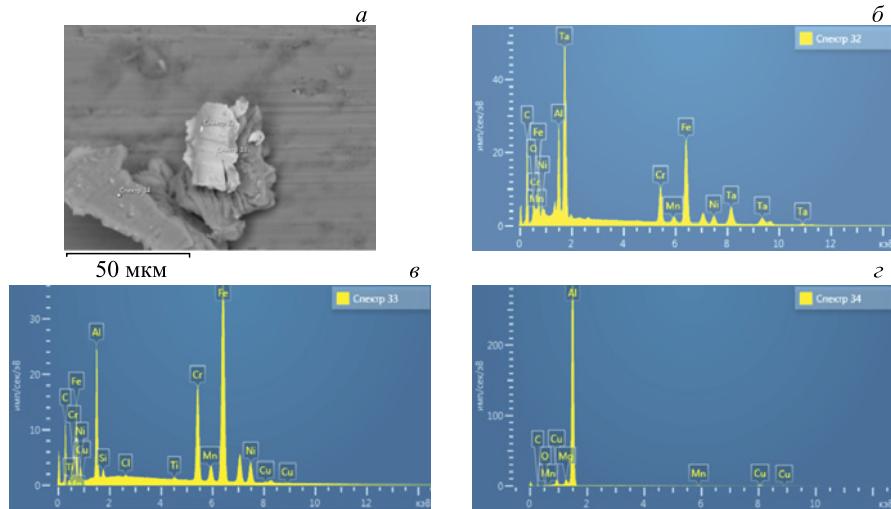


Рис. 22. а) РЭМ-изображение микрочастицы, на которой расположены три светлых частицы; б–г) спектры РМЗА в точках спектр 32, спектр 33 и спектр 34

**Таблица 22. Элементный состав микрочастиц (спектр 32, спектр 33 и спектр 34) на рис. 22, а**

Спектр	Элемент											
	O	Mg	Al	Si	Cl	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Ta
Спектр 32, масс. %	423		1011				1013	079	3412	492		<b>35,71</b>
Спектр 32, ат. %	15,2		21,52	—	—	—	11,19	0,82	351	482		<b>11,34</b>
Спектр 33, масс. %	—	—	12,81	0,66	0,15	0,27	16,15	1,26	5945	888	<b>0,37</b>	—
Спектр 33, ат. %	—	—	23,01	1,14	0,20	0,27	15,06	1,11	5159	733	<b>0,28</b>	—
Спектр 34, масс. %	0,65	1,27	94,07	—	—	—	—	0,56			<b>3,45</b>	—
Спектр 34, ат. %	1,11	1,44	95,68	—	—	—	—	0,28			<b>1,49</b>	—

В табл. 22 дан элементный состав всех микрочастиц (спектр 32, спектр 33 и спектр 34), приведенных на рис. 22, а.

Микрочастица в точке спектр 32 содержит: относительно мало кислорода (15,20 ат. %), алюминия (31,52 ат. %), много хрома (11,19 ат. %), железа (35,10 ат. %) и никеля (4,82 ат. %), очень много tantalа (11,34 ат. %), а также марганец (0,82). Оценка относительных концентраций Cr, Fe и Ni показывает, что  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 21,89$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 68,68$  отн. % и  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 9,43$  отн. %. Это примерно соответствует составу нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

Микрочастица в точке спектр 33 опять содержит много хрома (15,06 ат. %), железа (51,59 ат. %), никеля (7,33 ат. %) и титан (0,27 ат. %). Здесь присутствуют: алюминий (23,01 ат. %), кремний (1,14 ат. %), хлор (0,20 ат. %) и медь (0,28 ат. %). Оценка относительных концентраций для этой микрочастицы для Cr, Fe, Ni и Ti показывает, что  $C_{\text{Cr}}^{\text{отн. \%}} = 20,28$  отн. %;  $C_{\text{Fe}}^{\text{отн. \%}} = 69,48$  отн. %,  $C_{\text{Ni}}^{\text{отн. \%}} = 9,87$  отн. % и  $C_{\text{Ti}}^{\text{отн. \%}} = 0,36$  отн. %. Это также примерно соответствует составу нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

В микрочастице в точке спектр 34 имеется кислород (1,11 ат. %), очень много алюминия (95,68 ат. %), присутствуют марганец (0,28 ат. %) и много меди (1,49 ат. %).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведено облучение тормозными  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ камеры высокого давления ксенона (ХeHPC) при исходном давлении 270 атм. При вскрытии камеры давление уменьшилось и составило 185 атм.

2. Проведено облучение другой такой же камеры и всех элементов внутренних вкладышей и втулок при энергии электронов 10 МэВ и том же токе электронного пучка 20–24 мА в течение того же времени и набранного интеграла тока. Измерены  $\gamma$ -активационным методом  $\gamma$ -спектры и сделаны РМЗА-с РЭМ-исследованиями. Никаких синтезированных структур и элементов не обнаружено.

3. Гамма-активационным анализом на HPGe германиевом  $\gamma$ -детекторе (Canberra) с разрешением 1,5 кэВ на линии 1,33 МэВ (линия  $^{60}\text{Co}$ ) были изучены радионуклиды, образовавшиеся в материалах и на поверхностях тонкостенного внешнего вкладыша (рис. 1; поз. 4), передней и задней внутренних втулок (рис. 1, поз. 5); переднего и заднего тонкостенных внутренних вкладышей (рис. 1, поз. 6). Измерения проводились так: фон — 15 ч и спектры короткоживущих радионуклидов также измерялись 15 ч, после чего из спектра радионуклидов вычитался спектр фона. В приложении 1 в табл. П.1.1 приведены результаты  $\gamma$ -спектрометрических измерений камеры ХeHPC без внешнего корпуса из нержавеющей стали (НС) после облучения  $\gamma$ -квантами: 1 — спектр внутренней камеры с ксеноном (270 атм), 2 — спектр внутренней камеры с вакуумом внутри, облученной в тех же условиях, что и в случае 1, и 3 — разностный спектр, полученный вычитанием спектра 2 из спектра 1.

4. Методами РЭМ и РМЗА изучены обнаруженные синтезированные частицы и их элементный состав.

5. С использованием газового масс-анализатора QMA-200 был исследован состав естественного ксенона в баллоне при исходном давлении 25 атм. Были получены спектры всех изотопов ксенона при отсутствии каких бы то

ни было примесей легких газов в пределах чувствительности газового масс-анализатора.

6. После облучения часть газа из XeHPC была перепущена в откаченную камеру, и состав газа был промерен на массовом газовом анализаторе QMA-200. В пределах чувствительности анализатора трудно сделать вывод об образовании новых газов, хотя, как видно из полученных спектров, концентрации легких газов увеличились.

7. Методами растровой электронной микроскопии и рентгеновского зондового микроанализа на поверхностях, имевших контакт с ксеноном, и в обнаруженных микрочастицах, найдены следующие ранее отсутствовавшие легкие химические элементы, такие как:  ${}_6\text{C}$ ,  ${}_7\text{N}$ ,  ${}_9\text{F}$ ,  ${}_{11}\text{Na}$ ,  ${}_{12}\text{Mg}$ ,  ${}_{13}\text{Al}$ ,  ${}_{14}\text{Si}$ ,  ${}_{15}\text{P}$ ,  ${}_{16}\text{S}$ ,  ${}_{17}\text{Cl}$ ,  ${}_{19}\text{K}$ ,  ${}_{20}\text{Ca}$ , а также элементы группы металлов средних масс:  ${}_{22}\text{Ti}$ ,  ${}_{23}\text{V}$ ,  ${}_{24}\text{Cr}$ ,  ${}_{25}\text{Mn}$ ,  ${}_{26}\text{Fe}$ ,  ${}_{27}\text{Co}$ ,  ${}_{28}\text{Ni}$ ,  ${}_{29}\text{Cu}$ ,  ${}_{30}\text{Zn}$  и более тяжелые элементы:  ${}_{32}\text{Ge}$ ,  ${}_{38}\text{Sr}$ ,  ${}_{40}\text{Zr}$ ,  ${}_{41}\text{Nb}$ ,  ${}_{42}\text{Mo}$ ,  ${}_{47}\text{Ag}$ ,  ${}_{51}\text{Sb}$ ,  ${}_{56}\text{Ba}$ ,  ${}_{73}\text{Ta}$ ,  ${}_{74}\text{W}$ ,  ${}_{79}\text{Au}$ ,  ${}_{81}\text{Tl}$ ,  ${}_{82}\text{Pb}$ .

8. Как показывают оценки относительных концентраций металлов Cr, Fe, Ni и Ti (см. расчеты после табл. 5, 14, 15, 18, 21 и 22), в некоторых образцах их концентрации близки к составу такой распространенной стали, как нержавеющая сталь 12Х18Н10Т. По-видимому, при изготовлении деталей камеры с применением механической обработки на обрабатываемых поверхностях конструкций могут оставаться микрочастицы этой стали. Тем не менее, на ряде обнаруженных объектов (см. табл. 2–4, 8 и 14) концентрации хрома и железа велики при полном отсутствии никеля.

9. Все результаты, полученные  $\gamma$ -активационным анализом на германием спектрометре (Canberra) по трем экспериментам: а) облучение  $\gamma$ -квантами с энергией до 10 МэВ XeHPC при начальном давлении ксенона 270 атм (данная работа), б) облучение  $\gamma$ -квантами с энергией до 10 МэВ XeHPC с вакуумом ( $10^{-4}$  Торр) и в) облучение  $\gamma$ -квантами с энергией до 10 МэВ XeHPC при начальном давлении ксенона 240 атм, будут представлены в отдельной работе.

10. Оценим количества ксенона при уменьшении давления его в XeHPC от исходного  $P_{\text{Xe}}^{\text{нач}} = 270$  атм до конечного  $P_{\text{Xe}}^{\text{кон}} = 185$  атм. Учитывая, что плотности жидкого и газообразного ксенона [36] составляют  $\rho_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = 3,52 \text{ г}/\text{см}^3$  при температуре его охлаждения  $T_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = -109^\circ\text{C}$ , и  $\rho_{\text{Xe}} = 5,8971 \cdot 10^{-3} \text{ г}/\text{см}^3$  при температуре 293,15 К и давлении  $P = 1$  атм соответственно, находим давление в полностью заполненной жидким ксеноном камере XeHPC, в которой при отогреве весь жидкий ксенон перешел в газообразный,  $P_{\text{Xe}}^{\text{max}} = 3,52/(5,8971 \cdot 10^{-3}) = 596,9$  атм. Тогда количество ксенона при давлении  $P_{\text{Xe}}^{\text{нач}} = 270$  атм в камере XeHPC с объемом  $V = 4,367 \text{ см}^3$  составит  $M_{P=270} = \rho_{\text{Xe}}^{\text{жид}} \cdot V \cdot P_{\text{Xe}}^{\text{нач}} / P_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = 6,95$  г, а при давлении  $P_{\text{Xe}}^{\text{кон}} = 185$  атм —  $M_{P=185} = \rho_{\text{Xe}}^{\text{жид}} V P_{\text{Xe}}^{\text{кон}} / P_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = 4,76$  г. Если считать, что десорбции ксенона из камеры XeHPC не было, тогда масса ксенона, перешедшая в структуры и, возможно, в новые газы, составляет  $\Delta M = M_{P=270} - M_{P=185} = 2,186$  г.

11. Если принять во внимание обнаруженные слой зеленовато-желтоватого цвета, достаточно толстый, и синтезированные частицы, то полного количества синтезированного вещества, которое в них содержится, вполне хватит для сопоставления с массой «переработанного в них» ксенона.

12. Отметим несколько важных моментов в РЭМ- и РМЗА-исследованиях:

— как правило, при измерении РМЗА поверхность изучаемых объектов далека от совершенной, что приводит к искажению рентгеновских спектров элементов;

— программа обработки спектров отбирает только линии тех элементов, которые превышают не менее чем в три раза ошибку измерения, помимо этого сама расчетная программа рассчитывает оценочные концентрации элементов в структуре сложного состава в вес. % и ат. %. Во всех табл. 1–22 приведены оценочные значения концентраций из расчетной программы, прилагаемой к каждому электронному микроскопу с рентгеновским микрозондовым анализом, поэтому авторы сохраняли все знаки после запятой без округлений;

— для качественной обработки спектров требуется набор значительной статистики, что в наших измерениях не всегда производилось при наличии всех характеристических линий спектра данного элемента;

— размеры изучаемых микрочастиц часто значительно меньше, чем область возбуждения и эмиссии рентгеновского характеристического излучения, что понижает концентрации элементов в самой микрочастице при оценке.

13. Феноменологические ядерные реакции деления и слияния, объясняющие образование большинства вышеописанных химических элементов с обсуждениями, приведены в приложении 1 к [37].

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

В табл. П.1-1 приведены результаты  $\gamma$ -спектрометрических измерений внутренней сборки XeHPC без внешнего корпуса из нержавеющей стали (НС) после облучения  $\gamma$ -квантами с ксеноном (270 атм) за вычетом спектра от фона.

На рис. П.1-1 представлен  $\gamma$ -спектр, полученный на XeHPC без корпуса из НС после облучения  $\gamma$ -квантами с ксеноном (270 атм), за вычетом фона.

На рис. П.1-2 представлен  $\gamma$ -спектр, измеренный на XeHPC без корпуса из НС после облучения  $\gamma$ -квантами с вакуумом внутри, за вычетом фона.

Из сравнения спектров на рис. П.1-1 и П.1-2 можно сделать вывод, что при облучении камеры с ксеноном (270 атм) амплитуды сигналов от радиоактивных элементов примерно в 2,5 раза выше, чем при облучении такой же камеры, но с вакуумом внутри.

**Таблица П.1-1. Результаты  $\gamma$ -спектрометрических измерений камеры ХeHPC без корпуса из НС после облучения  $\gamma$ -квантами за вычетом спектра от фона**

Радионуклиды	№ пика	Энергия, кэВ	Чистая площадь	Радионуклиды	№ пика	Энергия, кэВ	Чистая площадь
	1	543	125E+04	$^{140}\text{Ba}$	45	53748	128E+02
	2	1439	193E+02	$^{39}\text{Y}$	46	55595	201E+02
$^{237}\text{U}; ^{234}\text{Th}$	3	5951	869E+03	$^{51}\text{Sb}$	47	56427	225E+02
	4	6325	454E+01	$^{144}\text{Pm}$	48	58346	330E+02
	5	7083	345E+03	$^{192}\text{Ir}$	49	58865	106E+02
	6	7293	416E+01	$^{192}\text{Ir}$	50	60452	156E+02
	7	811	643E+02	$^{214}\text{Bi}$	51	60936	773E+02
	8	8449	120E+01	$^{132}\text{I}$	52	63042	786E+01
$^{234}\text{Th}$	9	9274	303E+03	$^{97}\text{Nb}$	53	65836	629E+02
$^{237}\text{U}$	10	9719	487E+03	$^{132}\text{I}$	54	66794	516E+02
$^{237}\text{U}$	11	10118	252E+04	$^{131}\text{I}$	55	72423	781E+01
$^{237}\text{U}$	12	1141	636E+03	$^{99}\text{Mo}$	56	73973	212E+02
$^{237}\text{U}$	13	11779	233E+03	$^{97}\text{Zr}$	57	7436	797E+02
$^{99}\text{Tc}$	14	1407	588E+03	$^{95}\text{Zr}$	58	75694	658E+02
	15	14569	123E+03		59	76625	179E+01
$^{46}\text{Sc}$	16	15907	185E+02	$^{132}\text{I}$	60	77297	529E+02
	17	16448	251E+03		61	78578	777E+01
	18	1814	358E+02	$^{140}\text{La}$	62	81595	223E+01
$^{236}\text{Ra}$	19	18608	776E+02	$^{25}\text{Mn}$	63	83458	311E+02
	2	19684	798E+02		64	84699	960E+01
$^{237}\text{U}$	21	20825	131E+04		65	86778	247E+01
	22	22857	141E+03	$^{143}\text{I}$	66	91147	356E+02
$^{77}\text{As}$	23	23897	326E+02	$^{39}\text{Y}$	67	93464	621E+01
$^{47}\text{Ag}$	24	25001	167E+04		68	95486	361E+01
$^{237}\text{U}$	25	26775	588E+02		69	9649	841E+01
$^{203}\text{Pb}; ^{203}\text{Hg}$	26	27944	546E+03	$^{214}\text{Bi}; ^{228}\text{Ac}$	70	96915	204E+02
	27	29355	664E+02		71	100124	542E+01
$^{192}\text{In}$	28	29615	114E+03	$^{46}\text{Sc}$	72	112054	281E+02
	29	30874	859E+02	$^{133}\text{I}$	73	123823	942E+01
$^{192}\text{Lu}$	30	3168	259E+03	$^{64}\text{Cu}$	74	134597	206E+02
$^{140}\text{La}$	31	32862	273E+02	$^{214}\text{Bi}; ^{57}\text{Ni}$	75	137823	107E+02
$^{237}\text{U}$	32	3328	866E+02		76	140862	784E+01
	33	33682	529E+02	$^{40}\text{K}$	77	146112	100E+03
$^{57}\text{Co}$	34	3521	668E+02		78	151006	267E+01
$^{131}\text{I}$	35	36469	529E+02	$^{140}\text{La}$	79	159654	448E+01
	36	38841	700E+02		80	163094	114E+01
	37	40165	162E+02		81	172963	660E+01
$^{69}\text{Zn}$	38	43979	111E+03	$^{214}\text{Bi}$	82	176487	362E+02
$^{192}\text{Ir}$	39	46835	117E+03		83	181954	390E+01
$^{140}\text{La}$	40	48733	279E+02		84	184763	732E+01
	41	49737	188E+02		85	210358	883E+01
	42	51124	328E+04	$^{214}\text{Bi}$	86	22044	645E+01
	43	52312	566E+01		87	244759	148E+01
$^{131}\text{I}$	44	53018	540E+02	$^{208}\text{Tl}$	88	26148	656E+02

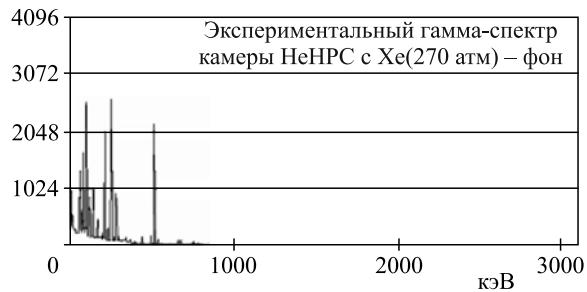


Рис. П.1-1.  $\gamma$ -спектр, измеренный на XeHPC без корпуса из НС после облучения  $\gamma$ -квантами с ксеноном (270 атм), за вычетом фона

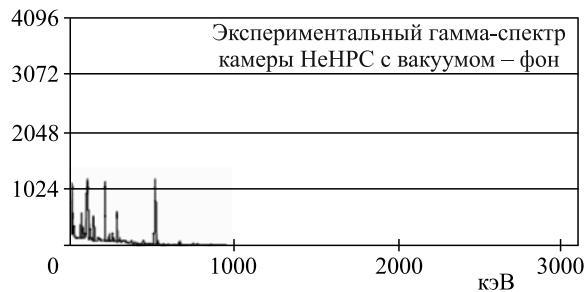


Рис. П.1-2.  $\gamma$ -спектр, измеренный на XeHPC без корпуса из НС после облучения  $\gamma$ -квантами с вакуумом внутри камеры, за вычетом фона

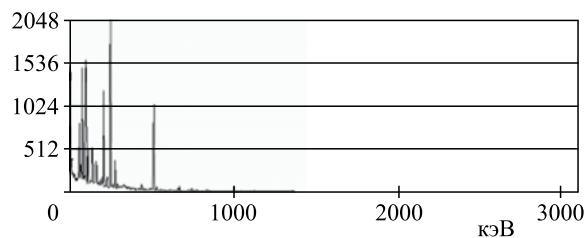


Рис. П.1-3. Разностный  $\gamma$ -спектр, полученный вычитанием из  $\gamma$ -спектра на рис. П1-1 спектра на рис. П.1-2

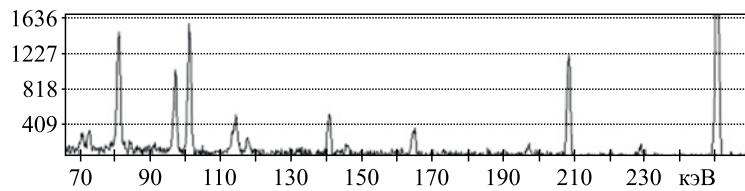


Рис. П.1-4. Участок  $\gamma$ -спектра на рис. П.1-3

На рис. П.1-3 представлен разностный  $\gamma$ -спектр, полученный вычитанием из спектра на рис. П.1-1 спектра на рис. П.1-2.

На рис. П.1-4 приведен участок  $\gamma$ -спектра на рис. П.1-3.

Из сравнения  $\gamma$ -спектров на рис. П.1-1, П.1-2, П.1-3 и П.1-4 можно сделать вывод, что с заполнением камеры высокого давления ксенона происходит наработка дополнительно радионуклидов. Отметим, что энергия тормозного излучения мала и ограничена 10 МэВ, поэтому только малая доля тормозного излучения способна вызывать ядерные реакции  $(\gamma, n)$  и  $(\gamma, p)$  на тяжелых примесях (см. более подробно приложение 1 к [37]).

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Для удобства и большей наглядности приведем две сводных таблицы распределения элементов по площадям (см. табл. П.2-1 и соответствующий ей график рис. П.2-1, *a*, усредненные по 7 площадям) и по точкам (см. табл. П.2-2 и соответствующий ей график рис. П.2-1, *b*, усредненных по 17 точкам) обнаруженных в РЭМ- и РМЗА-исследованиях.

В общую таблицу не вошли результаты, в которых получено соотношение элементов близкое к их отношению для нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

1. Ошибка в измерениях, указанных в таблицах, содержится во втором знаке после запятой.

2. Исследования появления в результате проведенных экспериментов посторонних элементов:

а) носят не количественный, а качественный характер;

б) выбор объектов для измерения носит исключительно субъективный характер.

Как правило, обмерялись наиболее привлекательные, яркие, светлые объекты с большими атомными номерами (РЭМ-исследования в отраженных электронах, Z-контраст);

в) измерение объектов в точке также несет в себе ограничения, связанные с пространственным разрешением оборудования, применяемого для измерений.

Это обстоятельство также влияет на полученные результаты.

Таблица П2-1. Анализ по площадям элементного состава, усредненным по 7 промеренным площадям (ар. %)

Z №	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Nb	Mo	Ba	W	Tl
	8	11	12	13	14	15	16	17	19	20	22	24	25	16	28	29	30	41	42	56	74	81
40	78,1	—	1,65	1,63	6,24	0,22	0,59	1,07	0,27	4,52	—	—	5,38	—	0,42	—	—	—	—	—	—	—
41	9,20	—	1,32	1,11	—	—	0,51	—	—	17,1	1,50	60,2	8,01	—	—	1,13	—	—	—	—	—	—
42	35,3	—	11,1	—	—	0,47	4,56	1,00	0,18	—	12,5	0,36	17,9	14,8	—	—	0,83	—	1,06	—	—	—
43	78,1	5,29	1,97	1,70	2,38	—	3,65	1,66	1,27	0,64	—	—	—	—	1,87	—	—	1,51	—	—	—	—
45	46,8	—	1,13	0,17	—	—	3,32	0,64	—	—	13,0	0,31	14,2	18	—	—	0,31	1,42	—	1,17	—	—
56	40,3	—	0,55	35,9	—	—	7,43	—	—	—	—	—	—	—	1,46	2,05	—	—	—	—	9,34	—
31	—	—	71,8	3,98	—	4,52	17,9	—	—	—	—	1,78	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Σ	287,8	5,29	4,17	124,6	13,88	0,22	9,23	36,45	3,18	5,34	2,98	30,10	2,17	99,46	40,81	1,46	4,34	0,31	3,38	1,51	2,23	9,34
	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Nb	Mo	Ba	W	Tl
	8	11	12	13	14	15	16	17	19	20	22	24	25	16	28	29	30	41	42	56	74	81
Σ/7	41,1	0,76	0,6	17,8	2	0,03	1,32	5,21	0,46	0,77	0,43	4,3	0,31	14,2	5,83	0,21	0,62	0,04	0,48	0,22	0,32	1,34

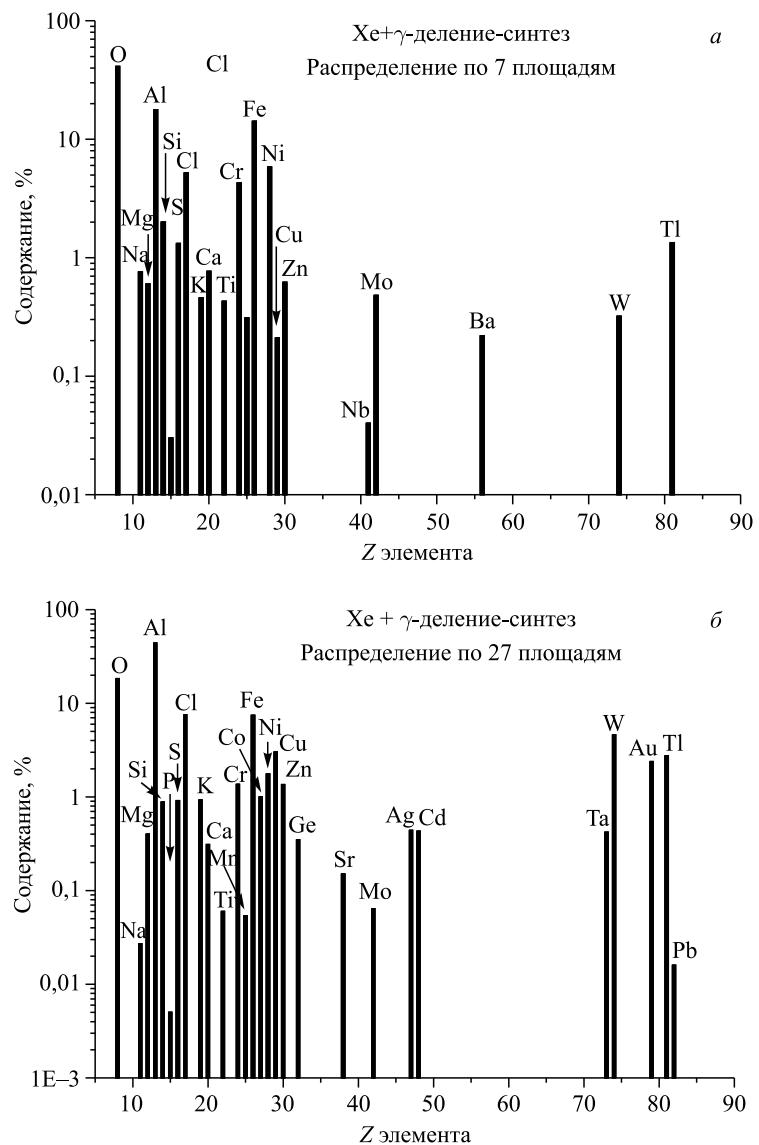


Рис. П.2-1. Распределения элементов по площадям, усредненные по 7 площадям и по точкам (а), усредненные по 27 точкам (б), обнаруженные в РЭМ- и РМЗА- исследованиях

**Таблица П2-2. Анализ в промеренных точках элементного состава, усредненный по всем 27 промеренным точкам (ат. %), без учета графита**

Z №	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ge	Sr	Mo	Ag	Cd	Ta	W	Au	Tl	Pb
8	11	12	13	14	15	16	17	19	20	22	24	25	16	27	28	29	30	32	38	42	47	48	73	74	79	81	82	
32	5,4	—	24,4	0,5	—	0,15	—	—	9,27	—	60,2	—	—	0,07	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
33	4,9	—	0,20	59,8	0,4	—	—	—	—	4,73	—	30,0	—	—	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
34	8,3	—	0,64	82,4	0,7	—	—	—	—	—	—	0,17	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
35	4,42	—	—	78,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,25	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	16,5	—	—	
36	17	—	—	52,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	28,7	—	
37	4,53	—	—	17,1	0,34	—	—	—	—	9,95	—	68	—	—	0,08	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
38	77,4	0,73	2,48	2,27	7,18	0,14	0,39	2,60	0,49	4,91	—	—	1,39	—	—	0,04	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
39	83,2	—	1,35	3,02	6,55	—	0,27	0,50	0,62	3,43	—	—	1,10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
44	30,5	—	—	—	—	—	—	7,76	—	—	1,55	—	2,22	14,3	1,33	—	—	—	—	—	—	—	—	—	42,4	—	—	
52	11,1	—	0,95	77,8	—	—	1,86	—	0,82	—	0,38	—	—	1,8	0,85	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4,05	0,43	—	
55	8,77	—	1,05	72,3	—	—	6,39	—	0,89	—	0,26	—	—	1,4	0,83	—	—	1,72	—	—	—	,005	—	6,41	—	—		
70	8,05	—	—	51,5	0,5	—	0,41	—	—	—	—	—	—	41,2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
71	23,2	—	—	67,0	—	—	3,82	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5,92	—	—	—	—	—	
72	25,5	—	—	41,0	—	—	0,88	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
76	14,8	—	1,87	46,3	—	—	1,06	—	—	—	—	—	—	—	1,39	—	—	—	—	—	—	—	—	—	30,6	—	—	
77	—	—	0,51	89,2	0,8	—	0,22	3,27	—	—	—	—	—	0,15	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5,88	—	—	
79	14,9	—	—	51,7	—	—	1,9	—	—	—	—	—	—	0,9	1,7	—	0,68	—	—	—	—	—	—	—	—	28,2	—	—
80	6,33	—	—	66,8	0,94	—	16,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
6	9,37	—	—	32,0	—	—	30,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3,27	—	—	
7	41,9	—	—	38,6	—	—	6,58	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	12,9	—
10	8,47	—	—	15,8	—	—	40,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	26,3	—
11	11,6	—	0,98	75,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	11,5	—
22	31,0	—	1,61	26,7	0,19	—	0,79	1,02	—	—	—	—	—	0,18	27,1	11,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
24	10	—	—	16,8	—	—	0,30	0,39	—	—	—	—	—	—	—	49,5	23,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
29	19,2	—	—	13,1	1,04	—	2,00	64,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
30	—	—	—	61,0	4,74	—	5,20	29,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
32	15,2	—	—	21,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	11,2	0,82	35,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
$\sum$	495,0	0,73	10,69	11,85	23,88	0,14	24,58	203,6	2,52	8,34	1,71	36,70	1,46	200,8	26,65	47,53	81,42	36,57	9,39	3,96	1,72	11,93	11,18	11,3	124,0	64,5	74,36	0,43
<b>O</b>	<b>Na</b>	<b>Mg</b>	<b>Al</b>	<b>Si</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cl</b>	<b>K</b>	<b>Ca</b>	<b>Ti</b>	<b>Cr</b>	<b>Mn</b>	<b>Fe</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	<b>Ge</b>	<b>Sr</b>	<b>Mo</b>	<b>Ag</b>	<b>Cd</b>	<b>Ta</b>	<b>W</b>	<b>Au</b>	<b>Tl</b>	<b>Pb</b>	
<b>8</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>19</b>	<b>20</b>	<b>22</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>16</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>	<b>32</b>	<b>38</b>	<b>42</b>	<b>47</b>	<b>48</b>	<b>73</b>	<b>74</b>	<b>79</b>	<b>81</b>	<b>82</b>	
$\Sigma/27$	18,33	,027	43,9	0,88	,005	0,91	7,54	0,93	0,31	0,06	1,36	,054	7,44	1	1,76	3,02	1,35	0,35	0,15	,064	0,44	0,43	0,42	4,59	2,39	2,75	,016	

## 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. P. 22001-P1–22001-P6.
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. P. 42002-P1–42002-P6.
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. 26 p.
4. Дидык А. Ю., Вишневский Р. Синтез новых структур в плотном газообразном дейтерии и насыщенном дейтерием палладии при ядерных реакциях, инициированных  $\gamma$ -квантами // Физика и химия обработки материалов. 2012. № 5. С. 5–13; Препринт ОИЯИ Р15-2012-50. Дубна, 2012. 16 с.
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; JINR Preprint E15-2013-15. Dubna, 2013. 39 p.
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; JINR Preprint E15-2013-20. Dubna, 2013. 32 p.
9. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Properties of Hydrogen and Its Isotopes under High Pressure, and Technological Applications. Dubna: JINR, 2013. 320 p.
10. Дидык А. Ю., Вишневский Р., Вилчиньска-Китовска Т., Шилов В. М. Изменение химического состава под действием гамма-квантов при ядерных реакциях в насыщенном дейтерием палладии // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014. № 11. С. 11–13.
11. Дидык А. Ю., Конарски П., Сабельников А. В., Вишневский Р. Об образовании  $^{231}_{91}\text{Ra}$  и  $^{246}_{96}\text{Cm}$  при облучении палладия в молекулярном дейтерии при давлении 1,2 кбар тормозным излучением с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-78. Дубна, 2015. 43 с.

12. Дидык А.Ю., Вишневски Р., Вильчиньска-Китовска Т. Реакции фоторасщепления дейтрана, термоядерного синтеза и деления ядер, индуцированные  $\gamma$ -квантами в насыщенном дейтерием палладии и плотном газообразном дейтерии с синтезом новых структур // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 3. С. 1–9.
13. Didyk A. Yu., Wisniewski R., Wilczynska-Kitowska T., Shilov V. M. Changes in the Chemical Composition of Nuclear Reaction Products Irradiated with 10 MeV  $\gamma$  Quanta in Deuterium Saturated Palladium // J. Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2014. V. 8, No. 6. P. 1100–1112.
14. Дидык А.Ю., Вишневски Р. Ядерные реакции в насыщенном дейтерием палладии и рении в атмосфере плотного дейтерия при облучении  $\gamma$ -квантами непрерывного спектра с граничной энергией 23 МэВ // Письма в ЭЧАЯ. 2012. № 5. С. 5–13; Препринт ОИЯИ Р15-2012-63. Дубна, 2012. 22 с.
15. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. The Study of Changes in the Element Compositions of Pd and Re Specimens Irradiated in Dense Gaseous Deuterium by  $\gamma$ -Quanta with Boundary Energy up to 23 MeV // J. of Phys. Science and Application. 2013. V. 3(4). P. 209–217.
16. Дидык А.Ю., Вишневски Р. Изменения поверхности, объемных свойств образцов ванадия и нержавеющей стали, облученных в плотном газообразном дейтерии  $\gamma$ -квантами с пороговой энергией 23 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2012-75. Дубна, 2012. 15 с.
17. Дидык А.Ю., Вишневски Р. Результаты по облучению алюминия и гомогенного сплава YMn<sub>2</sub>  $\gamma$ -квантами с энергией 23 МэВ в атмосфере молекулярного дейтерия при давлении 2 кбар // Письма в ЭЧАЯ. 2014. Т. 11, № 3(187). С. 284–298; Препринт ОИЯИ Р15-2013-41. Дубна, 2013. 22 с.
18. Дидык А.Ю., Вишневски Р. Результаты по облучению нержавеющей стали и меди  $\gamma$ -квантами с энергией 23 МэВ в атмосфере молекулярного дейтерия при давлении 2 кбар // Phys. Part. Nucl. Lett. 2014. No. 3. P. 309–328; Препринт ОИЯИ Р15-2013-42. Дубна, 2013. 28 с.
19. Didyk A. Yu., Wisniewski 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;  
Дидык А.Ю., Вишневски Р. Препринт ОИЯИ Р15-2013-80. Дубна, 2013. 32 с.
20. Didyk A. Yu., Wisniewski R. Synthesis of New Structures on the Surface of Pd Rod and HHPC Elements and Their Chemical Composition in Nuclear Reactions Induced by Bremsstrahlung  $\gamma$  Quanta with Threshold Energy of 10 MeV in Molecular Hydrogen at a Pressure of 0.5 kbar // Phys. Part. Nucl. Lett. 2015. V. 12, No. 4. P. 603–617;  
Дидык А.Ю., Вишневски Р. Препринт ОИЯИ Р15-2014-6. Дубна, 2014. 34 с.
21. Дидык А.Ю., Вишневски 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 Р15-2014-7. Дубна, 2014. 24 с.; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (в печати).

22. Дидык А.Ю., Вишневский 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. 26 с.; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (в печати).
23. Дидык А.Ю., Вишневский 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 Р15-2014-88. Дубна, 2014. 43 с.; Письма в ЭЧАЯ. 2015 (в печати).
24. Дидык А.Ю., Вишневский Р., Вилчинская-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. 23 с.
25. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Synthesis of Microobjects in 1 kbar Hydrogen Induced by 10 MeV Bremsstrahlung  $\gamma$  Quanta on Inner Surfaces of Components of a High Pressure Chamber (Part 1) // Phys. Part. Nucl. Lett. 2015. V. 12, No. 1. P. 125–144; Дидык А.Ю., Вишневски Р. Препринт ОИЯИ Р15-2014-3. Дубна, 2014. 44 с.
26. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Synthesis of Microparticles in 1 kbar Hydrogen Induced by 10 MeV Bremsstrahlung  $\gamma$  Quanta in a Reaction Chamber (Part 2) // Phys. Part. Nucl. Lett. 2015. V. 12, No. 1. P. 145–165; Дидык А.Ю., Вишневски Р. Препринт ОИЯИ Р15-2014-3. Дубна, 2014. 44 с.
27. Didyk A. Yu., Wisniewski 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. P. 22001-P.1–22001-P.6.
28. Дидык А.Ю., Вишневский 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 Р15-2014-38. Дубна, 2014. 40 с.
29. Дидык А.Ю., Вишневский 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 Р15-2014-50. Дубна, 2014. 40 с.
30. Дидык А.Ю., Вишневский 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, 2014. 23 с.
31. Дидык А.Ю., Вишневски Р., Семин В.А. Синтез микрочастиц в гелии при давлении 2,4 кбар с палладием при облучении тормозными  $\gamma$ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-33. Дубна, 2015. 40 с.; Письма в ЭЧАЯ (направлено).
32. Дидык А.Ю., Вишневски Р., Семин В.А. Исследование процессов образования новых структур и элементов в гелии при давлении 2,4 кбар с палладием при воздействии тормозных  $\gamma$ -квантов с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-34. Дубна, 2015. 40 с.; Письма в ЭЧАЯ (направлено).

33. *Дидык А.Ю.* Ядерные реакции синтеза и деления химических элементов и образование новых структур в плотных газах H<sub>2</sub>, D<sub>2</sub> и He при облучении 10 МэВ-ными  $\gamma$ -квантами // Физика и химия обработки материалов. 2015. № 2. С. 5–19.
34. *Didyk A. Yu., Wiśniewski R.* Phenomenological Nuclear-Reaction Description in Deuterium-Saturated Palladium and Synthesized Structure in Dense Deuterium Gas under  $\gamma$ -Quanta Irradiation // Phys. Part. Nucl. Lett. 2013. V. 10. No. 3(180). P. 437–457; JINR Preprint E15-2012-35. Dubna, 2012. 25 p.
35. Физические величины. Справочник / Под ред. Григорьева И. С. и Мейлихова Е. З. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1233 с.
36. *Голашвили Т. В., Чечев В. П., Бадиков С. А.* Справочник нуклидов. М.: Изд. Дом МЭИ, 2011. 461 с.
37. *Дидык А. Ю., Гульбекян Г. Г., Мышинский Г. В.* Исследование изменений элементного состава и структуры поверхностей при облучении плотного ксенона (270 атм) тормозными  $\gamma$ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-72. Дубна, 2015. 35 с.

Получено 3 августа 2015 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 27.10.2015.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.  
Усл. печ. л. 2,56. Уч.-изд. л. 3,17. Тираж 225 экз. Заказ № 58666.

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/)