

P15-2016-19

[А. Ю. Дидык], Г. Г. Гульбекян,
Г. В. Мышинский *, А. В. Сабельников

**СИНТЕЗ МИКРОЧАСТИЦ СЛОЖНОГО СОСТАВА
В КАМЕРЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ КСЕНОНА (550 БАР)
ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ТОРМОЗНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ
С МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИЕЙ 10 МэВ**

Направлено в журнал «Письма в ЭЧАЯ»

* E-mail: mysh@jinr.ru

Дидык А. Ю. и др.

P15-2016-19

Синтез микрочастиц сложного состава

в камере высокого давления ксенона (550 бар) при облучении
тормозным излучением с максимальной энергией 10 МэВ

Естественный ксенон при начальном давлении 550 бар в камере высокого давления (ХеHPC) был облучен в течение $2,59 \cdot 10^5$ с тормозным излучением с максимальной энергией 10 МэВ на ускорителе электронов — микротроне МТ-25 при средних интенсивностях пучка электронов 20–22 мА. Набранный флюенс электронов составил $4,74 \cdot 10^{19}$ электронов. Температурный рост давления при стационарном режиме облучения вначале подрастал до 620 бар, а затем восстанавливался до 550 бар. После вскрытия ХеHPC для обеих внутренних камер со всеми структурами, но без газа были проведены измерения на германиевом γ -детекторе (Canberra) последовательно по 15 ч фона и короткоживущих изотопов.

При визуальном осмотре поверхностей внутренней сборки ХеHPC было обнаружено видимое покрытие значительной толщины зеленовато-желтоватого цвета. Исследования, проведенные методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и рентгеновского микрозондового анализа (РМЗА), позволили определить элементный состав синтезированных частиц.

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

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2016

Didyk A. Yu. et al.

P15-2016-19

Synthesis of Microparticles with Complex Compositions
in a Xenon High-Pressure Chamber (550 bar) under Irradiation
by Braking Radiation with a Maximum Energy of 10 MeV

Natural xenon at a pressure of 550 bar in a high pressure chamber (XeHPC) was irradiated by $2.59 \cdot 10^5$ s bremsstrahlung with a maximum energy of 10 MeV at the electron accelerator MT-25 microtron with an electron beam intensity of 20–22 μ A. The final electron fluence was $4.74 \cdot 10^{19}$ electrons. The growth of pressure versus temperature during the stationary exposure mode grew at first up to 620 bar and then dropped to 550 bar. After opening of the XeHPC both of the internal chambers with all the structures, but without gas, were measured using a γ -germanium detector (Canberra) during 15 h each for measurement of the background and short-lived isotopes.

During a visual inspection of the interior surfaces of the XeHPC inner assembly, a visible coating of substantial thickness and greenish-yellowish color was observed. The research carried out by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray micro-probe analysis (XMPA) allowed us to determine the elemental composition of synthesized particles.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2016

ВВЕДЕНИЕ

Ранее были проведены исследования элементного состава синтезированных частиц и объектов, а также структуры поверхностей элементов камеры высокого давления дейтерия (DHPC и FDHPC) с образцами ряда металлов и сплавов Al, V, Cu, Pd, Sn, Re, YMn₂ и нержавеющей стали в виде стержней и проволок, находившихся в атмосфере газообразного молекулярного дейтерия при высоком давлении под действием тормозного излучения с максимальными энергиями 10 МэВ [1–13] и 23 МэВ [14–18]. Аналогичные исследования для изучения возможностей протекания ядерных реакций были проведены в камерах с высоким давлением водорода (HHPC) с палладиевым [19–21] и оловянным [22–24] стержнями внутри и без металлических образцов [25, 26] при облучении тормозными γ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Выполнены исследования в камерах высокого давления гелия (HeHPC) без металлических образцов внутри [27–30] и с палладиевым стержнем внутри [31, 32] при облучении тормозными γ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Обзор по результатам в плотных газах H₂, D₂ и He представлен в [33].

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

Цель настоящей работы — проведение эксперимента с XeHPC при давлении ксенона 550 бар для подтверждения результатов двух экспериментов, выполненных при давлениях 270 атм [35, 36] и 250 бар [37] при облучении тормозным излучением с максимальной энергией 10 МэВ при тех же значениях тока электронного пучка.

1. КАМЕРА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ КСЕНОНА (XeHPC) И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ ОБЛУЧЕНИЯ НА МИКРОТРОНЕ МТ-25

Камера высокого давления ксенона (XeHPC), схематически 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,

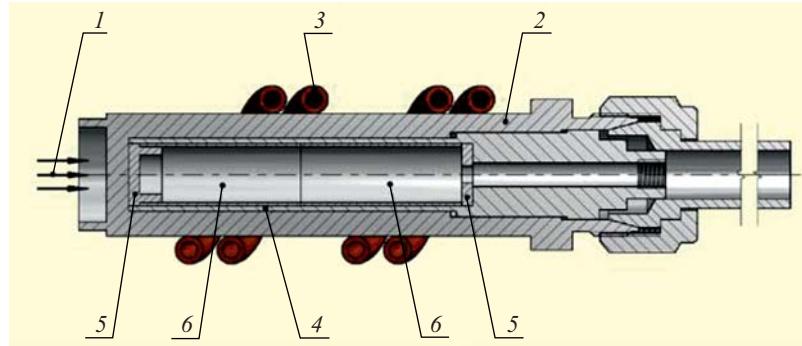


Рис. 1. Камера высокого давления XeHPC. 1 — поток тормозных γ -квантов; 2 — корпус XeHPC; 3 — трубка водяного охлаждения; 4 — тонкостенный внешний вкладыш; 5 — передняя и задняя внутренние втулки (ПВВ и ЗВВ); 6 — передний и задний алюминиевые тонкостенные внутренние вкладыши (ПАВВ и ЗАВВ)

направленная в сторону потока γ -квантов, имеет толщину 4 мм. Корпус камеры XeHPC охлаждается 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.

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 550 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 $n_{\text{Xe}}^{\text{жид}} = 1,614 \cdot 10^{22}$ 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 %), ${}_{54}^{128}\text{Xe}$ (1,91 %), ${}_{54}^{129}\text{Xe}$ (26,4 %), ${}_{54}^{130}\text{Xe}$ (4,1 %), ${}_{54}^{131}\text{Xe}$ (21,2 %), ${}_{54}^{132}\text{Xe}$ (26,9 %), ${}_{54}^{134}\text{Xe}$ (10,4 %) и ${}_{54}^{136}\text{Xe}$ (8,9 %) [35, 36].

Облучение XeHPC было проведено в течение $t = 2,59 \cdot 10^5$ с тормозным излучением с пороговой энергией 10 МэВ на ускорителе электронов МТ-25. Средний ток электронов на мишени составлял 20–22 мкА. При этом осущес-

ствлялось интегрирование тока электронного пучка с целью контроля параметров облучения и воспроизведения результатов при повторных исследованиях, что представляется очень важным. По измерениям полный интегральный поток электронов за время облучения составил $\Phi = 4,74 \cdot 10^{19}$ электронов.

В стационарном режиме облучения давление в XeHPC поднялось с 550 до 620 бар. Облучение проводилось в дневное время по 7–8 ч за день. Измерение давления осуществлялось каждое утро на XeHPC при комнатной температуре, а в течение дня — при выходе на стационарный режим облучения и по его окончании. Значительного падения давления, как в первом эксперименте [35, 36], не было отмечено.

После сброса давления в XeHPC до атмосферного сборка из двух внутренних вкладышей без разборки (рис. 1, п. 4, 5, 6) была помещена в HPGe германиевый γ -детектор (Canberra) с разрешением 1,5 кэВ на линии 1332,5 кэВ (линия ^{60}Co) для измерения γ -спектров в течение 15 ч для лучшего набора статистики. Фон γ -детектора также измерялся в течение 15 ч.

После измерения γ -спектров внутренние вкладыши были разобраны. Часть внутренних поверхностей вкладышей из Д16 и поверхности тонкостенного внутреннего вкладыша и втулки из реакторного алюминия (рис. 1, п. 5, 6), передние в большей степени, а задние в меньшей степени, оказались покрытыми зеленовато-желтоватым слоем. Толщина покрытия оказалась меньше, чем в первом эксперименте.

Часть исследований по растровой электронной микроскопии (РЭМ) и рентгеновскому микрозондовому анализу (РМЗА) была проведена в Научном центре волоконной оптики (НЦВО) РАН на электронном сканирующем микроскопе JSM-5910LV с аналитической системой AZTec (Oxford Instruments).

2. РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДНЕГО АЛЮМИНИЕВОГО ВКЛАДЫША (ПАВВ)

На рис. 2 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности переднего алюминиевого внутреннего вкладыша (ПАВВ, на рис. 1 поз. 6) (*а* и *б*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого даны в табл. 1.

На рис. 3 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ (*а* и *б*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого даны в табл. 2.

На рис. 4 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (*а*). В выделенных точках проведен РМЗА со спектром характеристического рентгеновского излучения (СХРИ) (спектр 49) на рис. 4, *б*. Концентрации элементов даны в табл. 3.

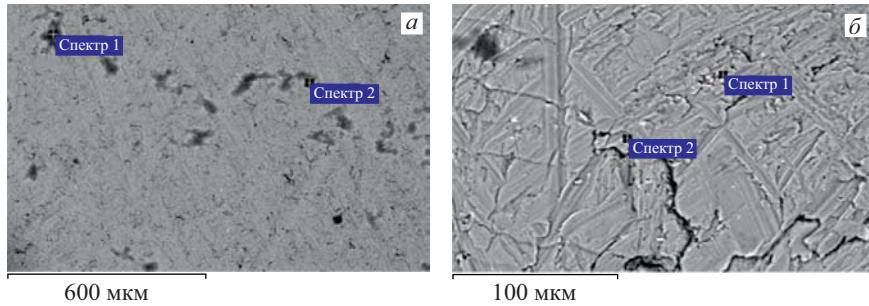


Рис. 2. РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ (результаты ПМЗА в табл. 1)

Таблица 1. Концентрации элементов на рис. 2, а, б

Спектр	C	N	O	Mg	Al	Si	S	Cl	Cr	Fe	As	Ag
	Рис. 2, а, ат.%											
Спектр 1	66,06	11,47	3,76	0,08	17,25	1,20	—	0,06	—	—	—	0,11
Спектр 2	71,41	—	5,74	0,11	22,03	0,20	0,03	0,11	0,04	0,14	0,06	0,11
Рис. 2, б, вес.%												
Спектр 1	9,68	—	2,80	4,54	57,80	11,11	—	—	—	13,24	—	0,82
Спектр 2	8,85	—	1,80	4,61	62,26	10,75	—	—	—	10,63	—	1,10
Рис. 2, б, ат.%												
Спектр 1	20,40	—	4,43	4,73	54,23	10,01	—	—	—	6,00	—	0,19
Спектр 2	18,75	—	2,86	4,83	58,72	9,74	—	—	—	4,84	—	0,26

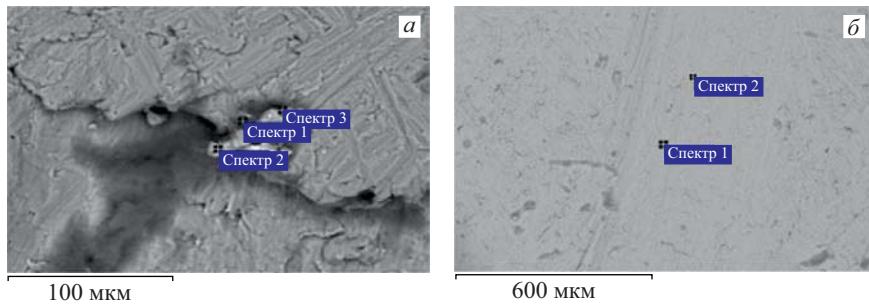


Рис. 3. РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ (результаты ПМЗА в табл. 2)

На рис. 5 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (а). В выделенных точках проведен ПМЗА с СХРИ (б). Концентрации элементов даны в табл. 4.

Таблица 2. Концентрации элементов на рис.3, а, б

Спектр	C	O	Mg	Al	Si	S	Cl	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	As	Ag	Sn	Pb	Bi
Рис. 3, а																		
Спектр 1, вес. %	31,58	12,49	0,21	19,85	3,41	—	—	—	—	—	—	0,53	—	—	—	11,44	14,15	6,35
Спектр 2, вес. %	—	39,93	0,14	9,62	0,51	0,37	7,91	—	—	11,64	1,11	22,15	6,63	—	—	—	—	—
Спектр 3, вес. %	20,18	35,38	0,16	13,60	0,17	0,11	4,18	—	—	2,14	0,28	21,36	2,43	—	—	—	—	—
Спектр 1, ат. %	58,69	17,42	0,19	16,42	2,71	—	—	—	—	—	0,21	—	—	—	—	2,15	1,52	0,68
Спектр 2, ат. %	—	64,59	0,15	9,23	0,47	0,30	5,77	—	—	5,79	0,52	10,26	2,92	—	—	—	—	—
Спектр 3, ат. %	33,61	44,23	0,13	10,08	0,12	0,07	2,36	—	—	0,82	0,10	7,65	0,83	—	—	—	—	—
Рис. 3, б																		
Спектр 1, вес. %	5,56	6,66	—	21,51	0,21	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	66,07	—	—
Спектр 2, вес. %	5,48	3,19	0,21	86,60	0,60	—	—	—	—	—	—	0,26	—	0,54	3,12	—	—	—
Спектр 1, ат. %	20,65	18,58	—	35,58	0,33	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	24,85	—	—
Спектр 2, ат. %	11,60	5,07	0,22	81,54	0,54	—	—	—	—	—	0,12	—	0,18	0,74	—	—	—	—
Спектр 4, вес. %	8,60	5,04	—	65,76	10,46	—	—	0,59	0,51	—	—	7,03	0,35	—	1,65	—	—	—
Спектр 4, ат. %	17,86	7,85	—	60,77	9,29	—	—	0,31	0,25	—	—	3,14	0,15	—	0,38	—	—	—

Таблица 3. Концентрации элементов на рис. 4, а

Спектр	C	O	Na	Al	K	Cr	Fe	Co	Ni	W
Спектр 49, вес. %	14,88	4,72	0,55	5,92	0,27	—	—	2,89	—	70,77
Спектр 50, вес. %	14,68	3,74	—	4,32	—	1,49	5,47	1,48	0,85	67,98
Спектр 51, вес. %	15,8	4,81	0,34	5,52	0,23	0,91	3,58	2,11	0,46	66,23
Спектр 49, ат. %	55,86	13,3	1,07	9,9	0,31	—	—	2,21	—	17,35
Спектр 50, ат. %	56,8	10,85	—	7,44	—	1,33	4,55	1,17	0,68	17,19
Спектр 51, ат. %	56,52	12,92	0,64	8,8	,25	0,75	2,76	1,54	0,34	15,48

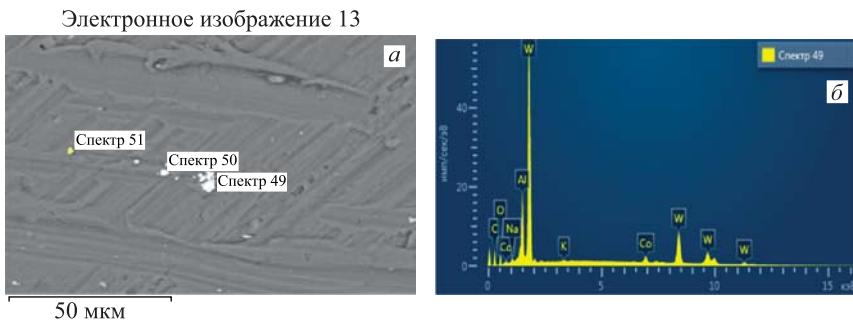


Рис. 4. РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 3)

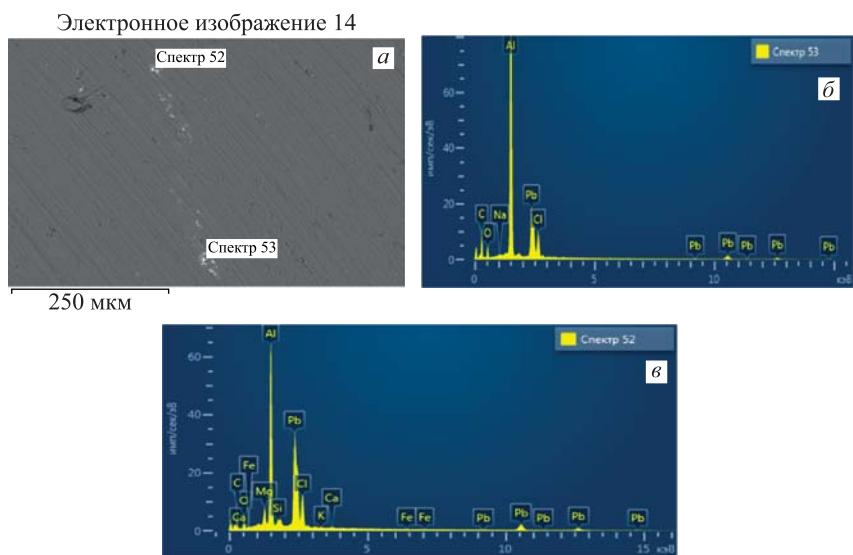


Рис. 5. РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (а) с СХРИ (б, в) (результаты РМЗА в табл. 4)

Таблица 4. Концентрации элементов на рис. 5, а и 6, а

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	Cl	K	Ca	Mn	Fe	Pb
Рис. 5, а												
Спектр 52, вес. %	25,25	7,34	—	1,89	18,71	0,58	5,32	0,21	0,24	0,17	0,17	40,29
Спектр 53, вес. %	31,98	7,21	0,17	—	31,94	—	4,34	—	—	—	—	24,34
Спектр 52, ат. %	56,64	12,36	—	2,09	18,68	0,55	4,05	0,14	0,16	0,08	0,08	5,24
Спектр 53, ат. %	58,59	9,92	0,17	—	26,05	—	2,69	—	—	—	—	2,59
Рис. 6, а												
Спектр 56, вес. %	6,3	3,15	—	—	0,27	0,35	—	—	—	0,37	89,56	—

На рис. 6 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (а). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (спектр 56) на рис. 6, б. Концентрации элементов даны в табл. 4.

На рис. 7 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ (а, б). В выделенных точках проведен РМЗА. СХРИ (спектр 62) на рис. 7, в относится к рис. 7, б. Концентрации элементов приведены в табл. 5.

На рис. 8, а представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ. В выделенных точках проведен РМЗА со спектром СХРИ (спектр 63) на рис. 8, б.

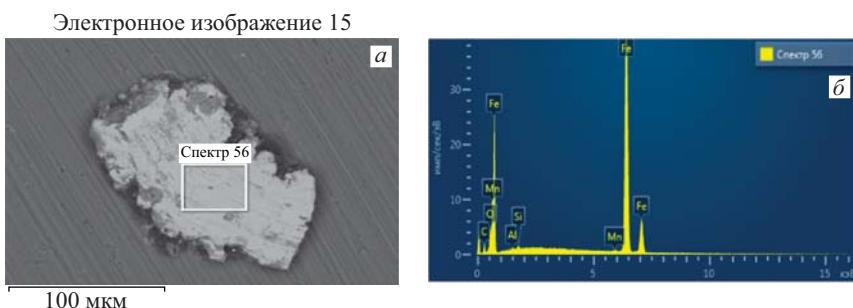


Рис. 6. РЭМ-изображение поверхности ПАВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 4)

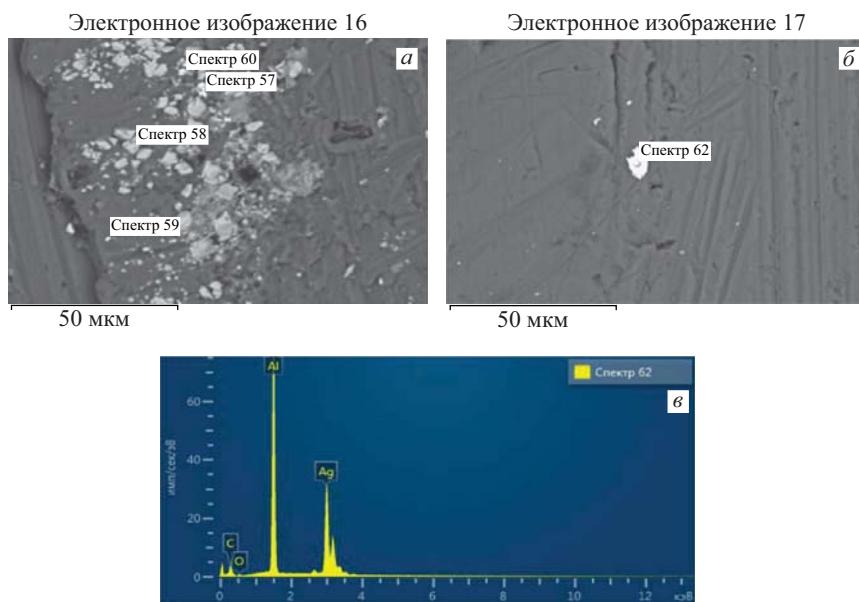


Рис. 7. РЭМ-изображения внутренней поверхности ПАВВ (а, б). В выделенных точках проведен РМЗА со спектром СХРИ (в) (результаты РМЗА в табл. 5)

Таблица 5. Концентрации элементов на рис. 7, а

Спектр	C	O	Na	Al	Si	Cl	K	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Sr	Ta	W
Спектр 57, вес.%	6,42	3,80	0,39	8,85	0,65	0,15	—	13,61	0,41	59,62	—	0,51	—	5,59	—
Спектр 58, вес.%	5,44	24,82	—	0,76	—	—	—	—	0,35	68,63	—	—	—	—	—
Спектр 59, вес.%	11,32	3,95	—	40,14	—	—	0,13	—	—	0,38	2,52	—	3,47	—	38,09
Спектр 60, вес.%	10,66	4,14	—	10,75	1,20	—	—	10,48	—	52,55	—	—	—	10,22	—

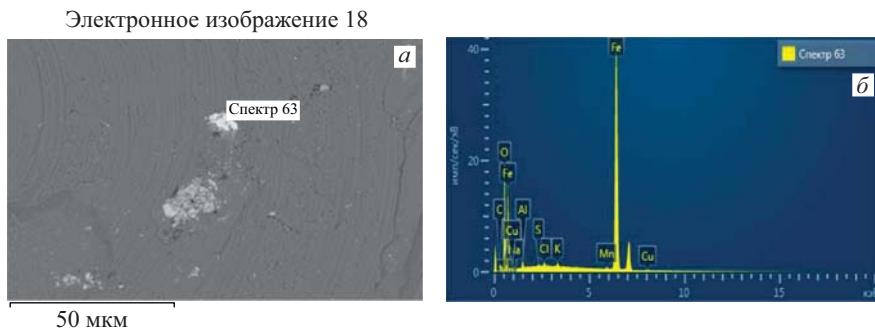


Рис. 8. РЭМ-изображение частицы на внутренней поверхности ПАВВ (а) с СХРИ (б)

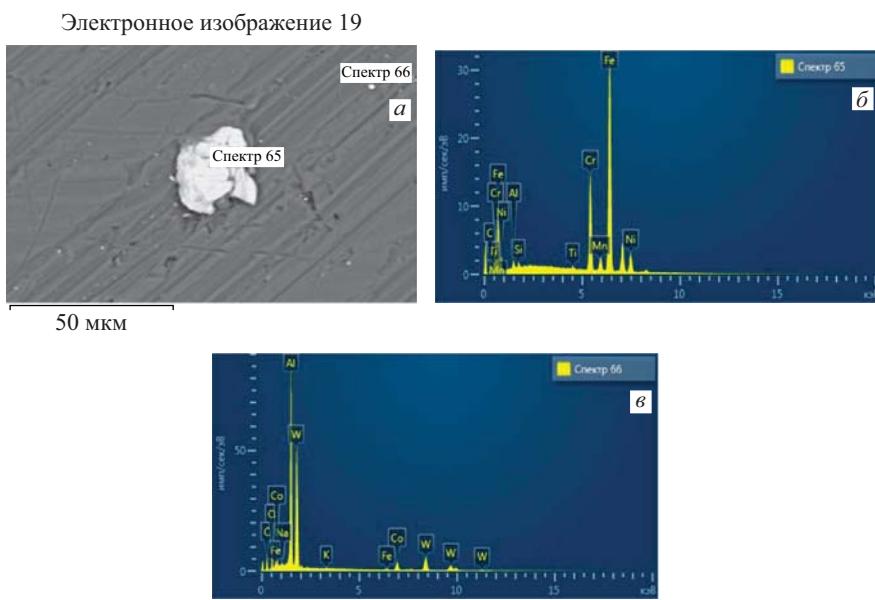


Рис. 9. РЭМ-изображение частицы на поверхности ПАВВ (а) с СХРИ (б)

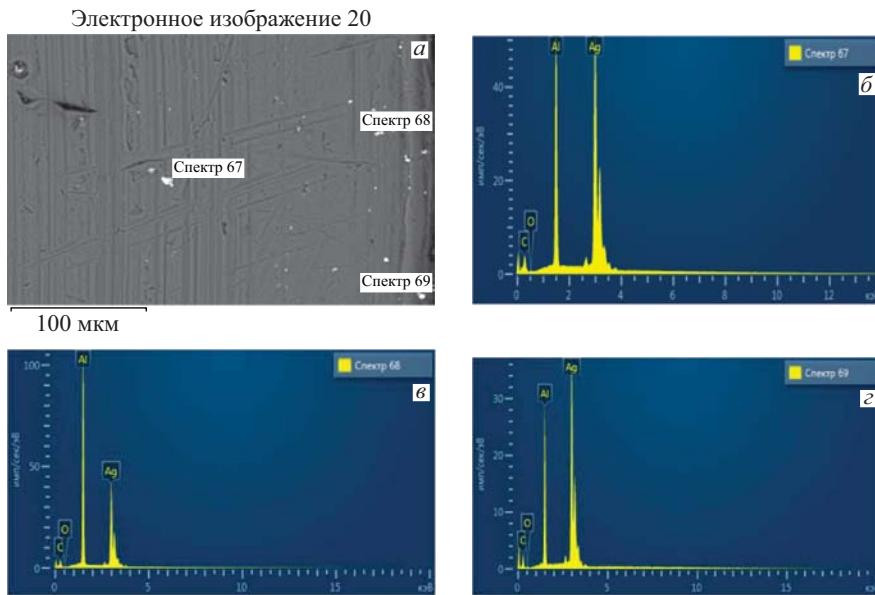


Рис. 10. РЭМ-изображение группы мелких частиц на поверхности ПАВВ (*a*) с СХРИ (*b, c, d*)

Частица, соответствующая СХРИ (спектр 63) на рис. 8, *b*, имеет состав, такой же, как и частица, соответствующая СХРИ (спектр 56) на рис. 6, *b*.

На рис. 9 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ПАВВ (*a, b, c*). В выделенных точках проведен РМЗА со спектрами СХРИ (спектры 65 и 66) на рис. 9, *b*, и 9, *c*.

Как видно из СХРИ (спектр 65) на рис. 9, *b*, частица содержит Ni, Fe, Mn, Cr и Ti, а частица с СХРИ (спектр 66) на рис. 9, *c* наряду с Fe и Co содержит много W.

А группа мелких частиц на рис. 10, *a* состоит практически из чистого серебра (рис. 10, *b, c, d*).

3. РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАДНЕГО АЛЮМИНИЕВОГО ВНУТРЕННЕГО ВКЛАДЫША (ЗАВВ)

На рис. 11 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности заднего алюминиевого внутреннего вкладыша (ЗАВВ, рис. 1, поз. 6) (*a* и *b*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого даны в табл. 6.

На рис. 12 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*a* и *b*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого приведены в табл. 7.

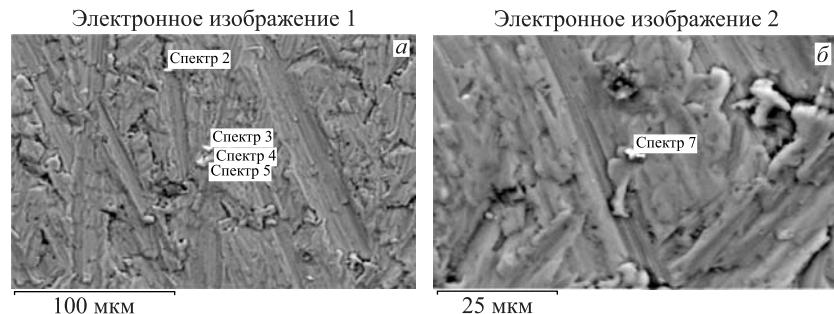


Рис. 11. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (а и б) (результаты РМЗА в табл. 6)

Таблица 6. Концентрации элементов на рис. 11, а, б

Спектр	O	Mg	Al	Si	S	Cl	Sc	Ti	Mn	Fe	Cd
	Рис. 11, а, ат. %										
Спектр 2, ат. %	0,37	—	20,58	0,16	—	—	—	—	0,48	78,41	
Спектр 3, ат. %	55,14	1,43	6,67	0,13			0,07	36,55	—	—	
Спектр 4, ат. %	49,78	1,2	20,81	0,2	—	—	—	28,01	—	—	
Спектр 5, ат. %	48,99	0,94	6,70	0,14	—	—	—	43,23	—	—	
Рис. 11, б, ат. %											
Спектр 7, ат. %	26,51	—	63,50	0,36	0,14	1,03	—	—	—	—	8,45

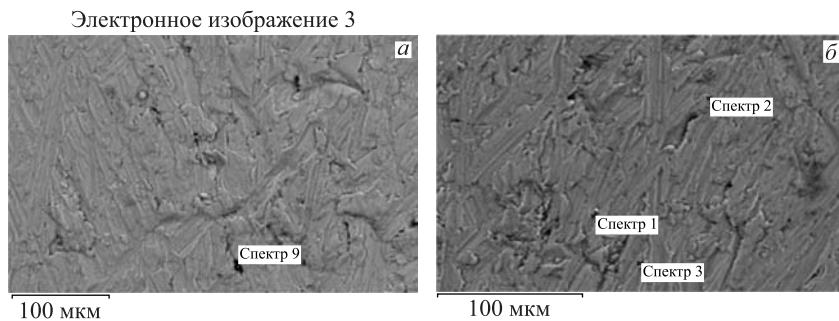


Рис. 12. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (результаты РМЗА в табл. 7)

Таблица 7. Концентрации элементов на рис. 12, а, б

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Fe	Ag	Hf	W
Рис. 12, а													
Спектр 1, ат. %	80,57	5,52	0,26	0,37	11,34	1,12	0,11	0,17	0,27	0,26	—	—	—
Рис. 12, б													
Спектр 1, ат. %	29,19	5,18		0,38	45,68	11,81	—	—	—	7,24	0,40	0,12	—
Спектр 2, ат. %	10,85	7,71	—	—	80,25	0,14	—	—	—	0,48	0,57	—	—
Спектр 3, ат. %	13,76	5,37	—	—	79,73	0,30	—	—	—	—	0,58	—	0,27

На рис. 13 и 14 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а* и *б*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого даны в табл. 8 и 9 соответственно.

На рис. 15 и 16 представлены по два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а* и *б*). В выделенных точках проведен РМЗА, результаты которого приведены в табл. 10 и 11 соответственно.

Из табл. 1 (рис. 1, *а*), табл. 2 (рис. 3, *б*), табл. 7 (рис. 12, *б*), табл. 8 (рис. 13, *а*), табл. 9 (рис. 14, *б*), табл. 10 (рис. 15, *а*, *б*) видно, что в образцах

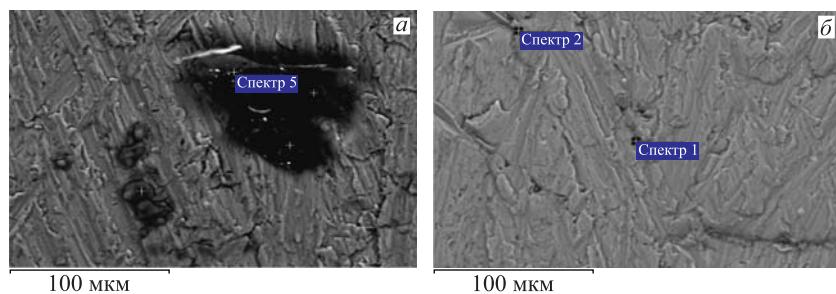


Рис. 13. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (результаты РМЗА в табл. 8)

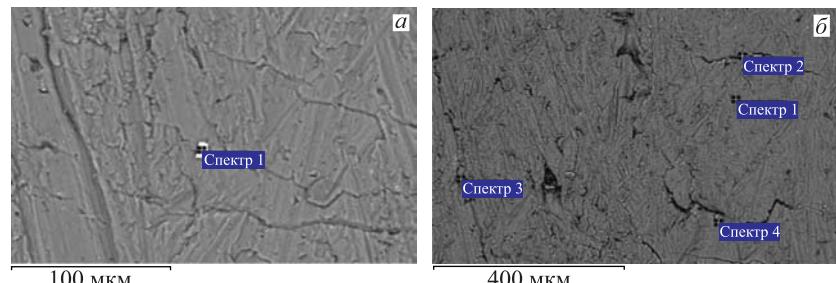


Рис. 14. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (результаты РМЗА в табл. 9)

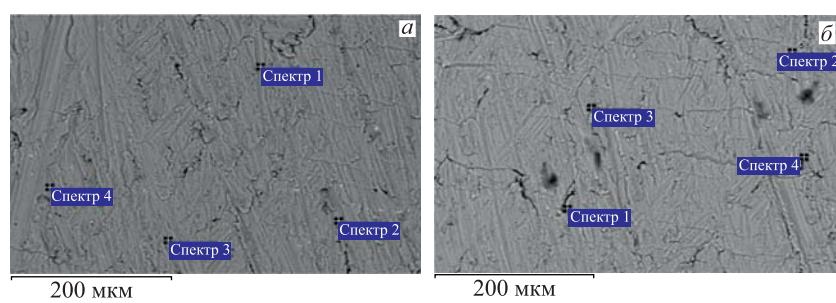


Рис. 15. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (результаты РМЗА в табл. 10)

Таблица 8. Концентрации элементов на рис. 13, а, б

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	As	Ag
Спектр 1, ат. %	—	60,50	0,34	3,50	26,51	—	—	—	9,15	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 2, ат. %	84,43	13,26	0,24	—	0,35	0,12	0,08	0,25	0,69	0,26	0,25	—	—	—	—	—	0,07	—
Спектр 3, ат. %	77,02	10,23	0,17	—	11,17	0,05	0,04	0,14	0,53	0,28	0,11	0,04	—	—	0,04	—	—	0,16
Спектр 4, ат. %	15,14	2,18	—	—	81,77	0,21	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,24	0,46
Спектр 5, ат. %	22,13	4,19	—	—	72,39	0,55	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,20	0,54	—

Рис. 13, а

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	As	Ag
Спектр 1, ат. %	31,21	6,20	0,37	0,64	44,16	0,36	—	—	—	—	—	—	3,15	0,22	12,20	1,50	—	—
Спектр 2, ат. %	26,34	4,08	0,78	0,41	48,05	0,23	—	—	—	0,10	—	—	2,82	—	17,18	—	—	—

Рис. 13, б

Таблица 9. Концентрации элементов на рис. 14, а, б

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	Cr	Fe	As	Ag
Спектр 1, ат. %	14,29	3,73	—	37,45	0,22	—	44,31	—	—	—
Спектр 2, ат. %	27,56	6,50	—	39,45	0,34	3,59	22,56	—	—	—
Спектр 3, ат. %	17,93	6,22	—	75,05	0,17	—	—	0,16	0,47	—
Спектр 4, ат. %	27,85	5,37	0,33	65,52	0,45	—	—	—	0,48	—
Спектр 5, ат. %	15,28	9,13	—	74,59	0,23	—	—	0,20	0,57	—

Рис. 14, а

Рис. 14, б

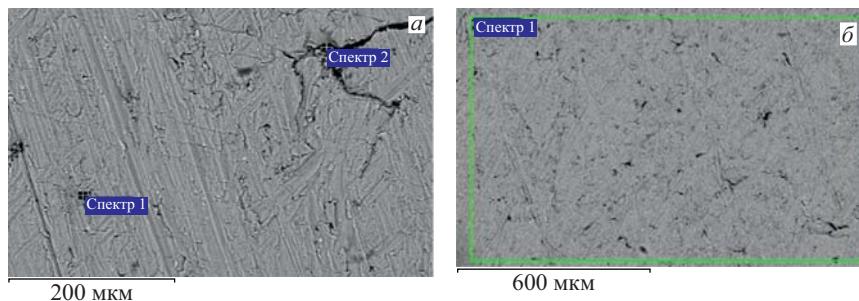


Рис. 16. РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (результаты РМЗА в табл. 11)

Таблица 10. Концентрации элементов на рис. 15, а, б

Спектр	C	O	Na	Mg	Al	Si	Cr	Fe	As	Ag	Hf
Рис. 15, а											
Спектр 1, ат. %	33,08	3,08	0,56	—	30,26	0,22	4,20	28,61	—	—	—
Спектр 2, ат. %	14,21	9,02	—	1,91	64,01	5,15	—	5,15	—	0,30	0,24
Спектр 3, ат. %	28,95	3,50	—	—	54,06	6,53	—	6,71	—	0,25	—
Спектр 4, ат. %	16,80	6,26	—	2,26	56,15	9,98	—	8,21	—	0,21	0,14
Рис. 15, б											
Спектр 1, ат. %	23,54	7,87	—	0,34	50,54	9,09	—	8,44	—	0,19	—
Спектр 2, ат. %	14,08	4,51	—	—	79,49	0,73	—	0,48	—	0,71	—
Спектр 3, ат. %	27,99	6,42	—	—	64,76	0,14	—	—	0,16	0,52	—
Спектр 4, ат. %	16,73	5,15	—	2,04	69,46	4,13	—	2,04	—	0,45	—

содержится много серебра. Поэтому возникает вопрос, а не покрывает ли серебро всю внутреннюю поверхность ПАВВ и ЗАВВ. Для проверки этого предположения энергия электронного пучка РЭМ была уменьшена с 20 до 10 кэВ, а РМЗА проводился на всей большой площади рис. 16, б. Данные представлены в табл. 11. Из анализа по большой площади 1,225 мм на 770 мкм при энергии электронов 10 кэВ видно, что серебро присутствует, т. е., по-видимому, оно покрывает всю проанализированную площадь.

Таблица 11. Концентрации элементов на рис. 16, а, б

Спектр	C	O	Mg	Al	Si	Fe	As	Ag
Рис. 16, а								
Спектр 1, ат. %	24,87	8,49	2,74	44,87	9,97	8,92	—	0,15
Спектр 2, ат. %	19,42	4,40	0,66	74,49	0,35	—	—	0,68
Рис. 16, б, 20-кэВ электроны								
Спектр 1, ат. %	22,42	4,75	0,42	70,88	0,81	—	0,16	0,56
Рис. 16, б, 10-кэВ электроны								
Спектр 1, ат. %	18,03	5,59	0,47	74,63	0,87	—	—	0,41

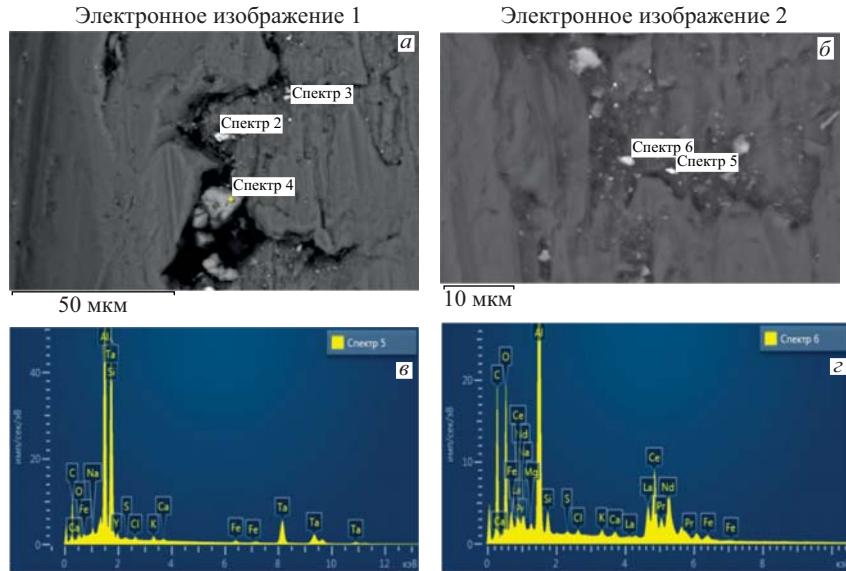


Рис. 17. Два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (а). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (в, г), относящимся к рис. 17, б

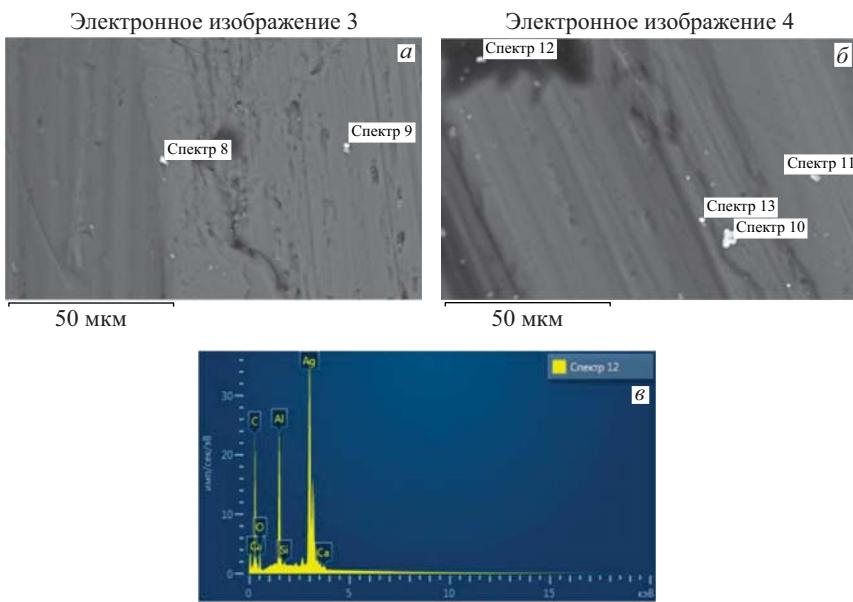


Рис. 18. Два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (а, б). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (в), относящимся к рис. 18, б

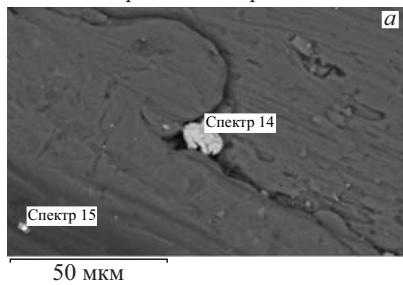
Таблица 12. Концентрации элементов на рис.17, а-г

	Спектр	^{6}C	^{8}O	^{11}Na	^{12}Mg	^{13}Al	^{14}Si	^{16}S	^{17}Cl	^{19}K	^{20}Ca
Спектр 2, масс. %	35,54	13,39	0,86	0,19	19,42	1,82	0,15	0,21	0,10	0,67	3,00
Спектр 3, масс. %	35,55	14,42	0,47	1,14	27,93	0,61	0,08	—	0,33	0,23	—
Спектр 4, масс. %	28,72	4,99	0,35	—	1,05	0,10	—	—	32,16	32,63	—
Спектр 2, ат. %	60,17	17,02	0,76	0,16	14,64	1,32	0,09	0,12	0,35	1,52	—
Спектр 3, ат. %	55,35	16,86	0,38	0,87	19,35	0,40	0,05	0,05	0,16	0,11	—
Спектр 4, ат. %	53,11	6,93	0,33	—	0,86	0,08	—	20,15	18,54	—	—
Спектр 5, масс. %	31,46	7,17	0,46	—	21,28	3,58	0,11	0,30	0,46	0,20	—
Спектр 6, масс. %	37,77	17,26	0,66	0,29	16,57	0,83	0,10	0,19	0,26	0,26	—
Спектр 5, ат. %	61,86	10,59	0,47	—	18,63	3,01	0,08	0,20	0,28	0,12	—
Спектр 6, ат. %	61,44	21,07	0,56	0,23	12,0	0,58	0,06	0,10	0,13	0,13	—
Спектр	^{24}Cr	^{25}Mn	^{26}Fe	^{28}Ni	^{39}Y	^{57}La	^{58}Ce	^{59}Pr	^{60}Nd	^{73}Ta	—
Спектр 2, масс. %	0,71	—	3,05	0,40	—	—	—	—	—	20,59	—
Спектр 3, масс. %	—	0,06	19,09	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 4, масс. %	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 2, ат. %	0,28	—	1,11	0,14	—	—	—	—	—	2,31	—
Спектр 3, ат. %	—	0,02	6,39	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 4, ат. %	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 5, масс. %	—	—	0,56	—	0,31	—	—	—	—	34,11	—
Спектр 6, масс. %	—	—	0,53	—	—	6,39	14,31	1,27	3,32	—	—
Спектр 5, ат. %	—	—	0,24	—	0,08	—	—	—	—	4,45	—
Спектр 6, ат. %	—	—	0,18	—	—	0,90	2,00	0,18	0,45	—	—

Таблица 13. Концентрации элементов на рис. 18, а–г

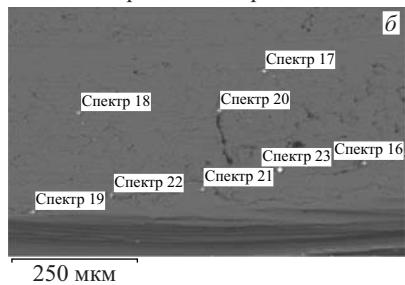
Спектр	^{6}C	^{8}O	^{12}Mg	^{13}Al	^{14}Si	^{19}K	^{20}Ca	^{24}Cr	^{26}Fe	^{28}Ni	^{29}Cu	^{47}Ag	^{73}Ta
Рис. 19, а													
Спектр 8, масс. %	11,5	2,57			3,86	—	—	—	—	—	—	—	84,22
Спектр 9, масс. %	15,97	2,39			48,16	0,28	0,05	—	4,93	21,39	2,89	1,03	—
Спектр 8, ат. %	58,13	9,75			3,86			—	—	—	—	—	28,27
Спектр 9, ат. %	33,87	3,8			48,16	0,28	0,05	—	2,42	9,75	1,25	0,41	—
Рис. 19, б, г													
Спектр 10, масс. %	5,32	—	0,22	26,54	0,17	—	—	—	—	—	—	67,75	—
Спектр 11, масс. %	10,8	1,49	1,41	52,49	1,19	—	—	—	—	—	—	32,63	—
Спектр 12, масс. %	28,27	10,62	—	10,05	0,19	—	0,33	—	—	—	—	50,53	—
Спектр 13, масс. %	14,17	1,9	—	78,02	—	—	—	—	—	—	—	5,91	—
Спектр 10, ат. %	21,41		0,44	47,51	0,3	—	—	—	—	—	—	30,34	—
Спектр 11, ат. %	26,91	2,79	1,74	58,24	1,26	—	—	—	—	—	—	9,06	—
Спектр 12, ат. %	60,76	17,14	—	9,61	0,18	—	0,22	—	—	—	—	12,09	—
Спектр 13, ат. %	27,79	2,8	—	68,12	—	—	—	—	—	—	—	1,29	—

Электронное изображение 5



50 МКМ

Электронное изображение 6



250 МКМ

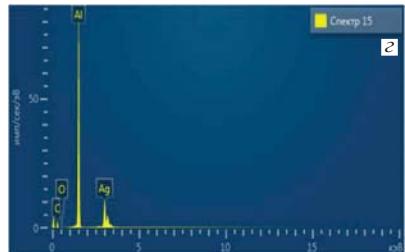
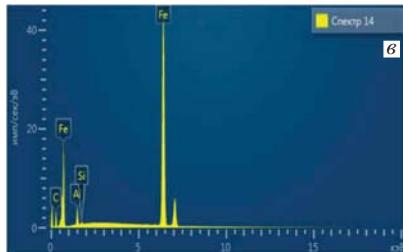


Рис. 19. РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (а, б). В выделенных точках проведен ПМЗА с СХРИ (в, г)

На рис. 17 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*, *г*), относящимися к рис. 17, *б*. Концентрации элементов приведены в табл. 12.

На рис. 18 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*, *г*), относящимися к рис. 18, *б*. Концентрации элементов приведены в табл. 13.

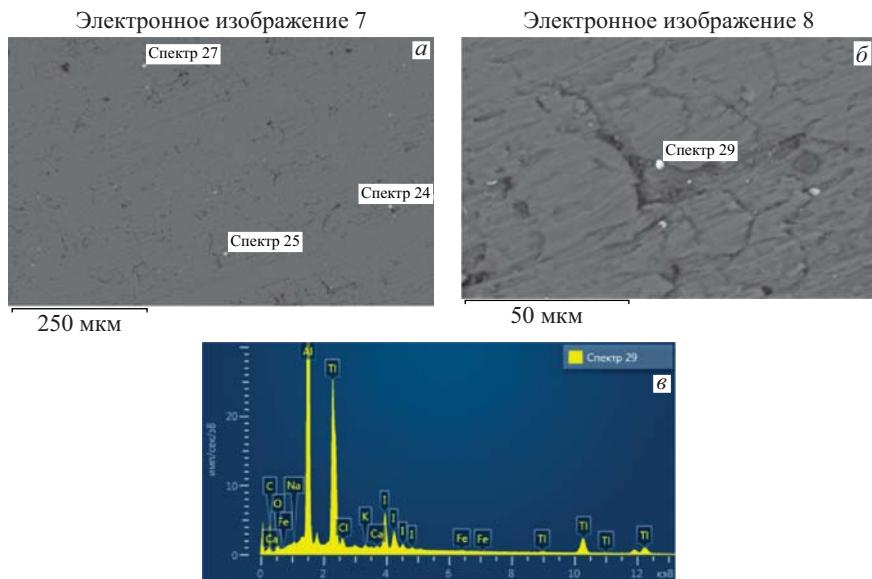


Рис. 20. РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*, *г*), относящимися к рис. 20, *б* (спектр 29)

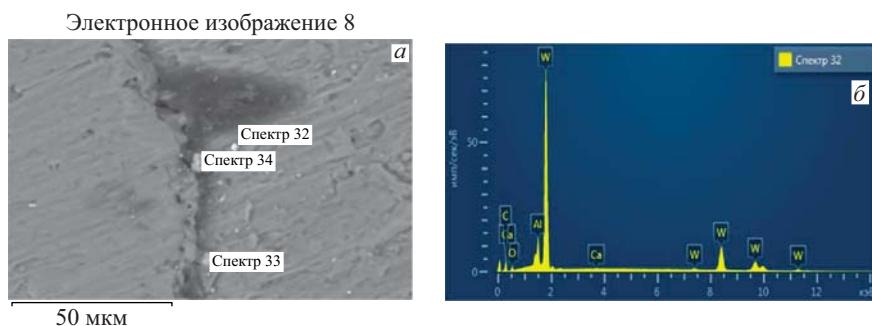


Рис. 21. РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*) (результаты РМЗА в табл. 16)

На рис. 19 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*, *г*), относящимися к рис. 19, *а*. Концентрации элементов приведены в табл. 14.

На рис. 20 представлены два РЭМ-изображения внутренней поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*), относящимся к рис. 20, *б*. Концентрации элементов приведены в табл. 15.

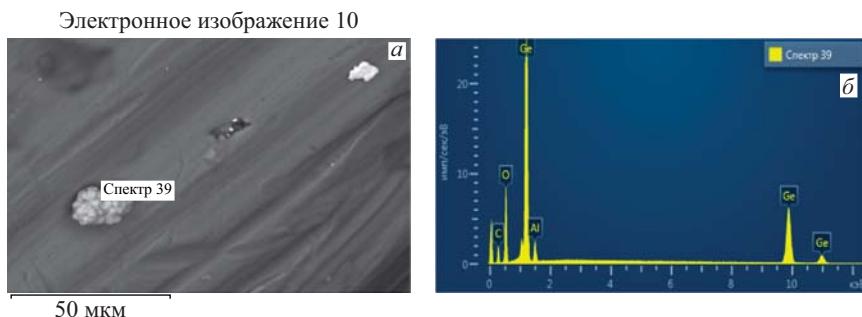


Рис. 22. РЭМ-изображение поверхности ЗАВВ (*а*, *б*). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (*в*) (результаты РМЗА в табл. 16)

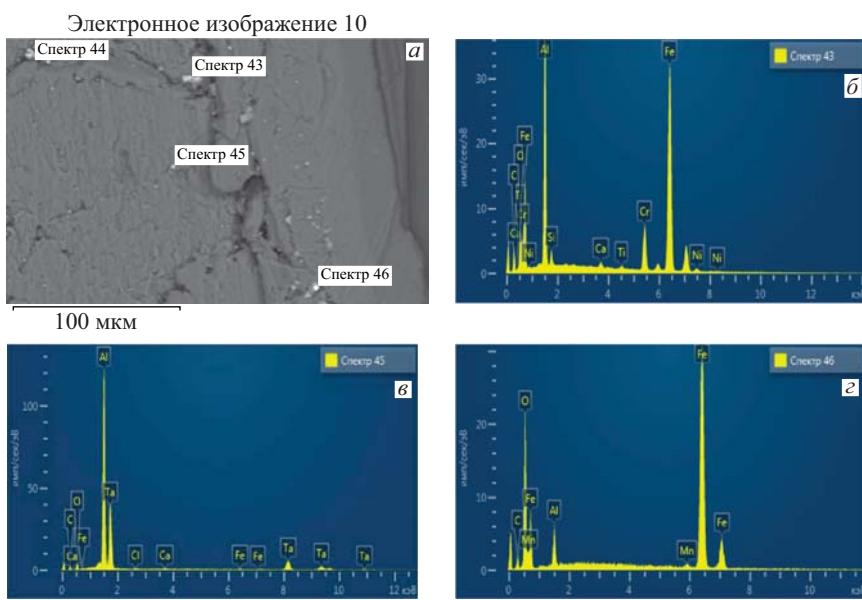


Рис. 23. РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (*а–г*). Для мелких частиц проведен РМЗА с СХРИ (*б–г*) (результаты РМЗА в табл. 17)

Таблица 14. Концентрации элементов на рис. 19, а, б

	6C	8O	11Na	12Mg	13Al	14Si	17Cl	19K	20Ca	22Ti	24Cr	25Mn	26Fe	28Ni	47Ag	73Ta	74W
Спектр 14, масс. %	12,05	—	—	—	2,63	0,22	—	—	—	—	—	—	85,10	—	—	—	—
Спектр 15, масс. %	18,86	0,61	—	—	51,85	—	—	—	—	—	—	—	—	—	28,68	—	—
Спектр 14, ат. %	38,10	—	—	—	3,71	0,30	—	—	—	—	—	—	57,89	—	—	—	—
Спектр 15, ат. %	41,36	1,01	—	—	50,63	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7,01	—	—
Спектр 16, масс. %	9,86	3,00	—	—	12,19	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	74,95	—
Спектр 17, масс. %	4,53	1,60	—	—	3,95	0,32	—	—	0,75	15,54	1,17	62,98	9,16	—	—	—	—
Спектр 18, масс. %	6,16	3,01	—	0,93	32,90	—	—	—	—	—	—	0,62	0,46	75,65	0,27	—	56,45
Спектр 19, масс. %	12,92	2,95	—	—	6,57	0,50	—	0,07	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 20, масс. %	16,90	2,61	0,85	—	57,10	—	0,49	0,78	0,29	—	—	0,44	—	—	—	20,54	—
Спектр 21, масс. %	9,78	1,95	—	—	85,51	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2,76
Спектр 22, масс. %	10,34	1,53	—	1,1	85,48	1,54	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 23, масс. %	27,14	4,15	—	—	37,80	0,64	0,04	0,09	0,12	—	—	0,17	29,85	—	—	—	—
Спектр 16, ат. %	43,80	10,00	—	—	24,10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	22,10
Спектр 17, ат. %	16,74	4,45	—	—	6,49	0,50	—	—	0,69	13,26	0,94	50,02	6,92	—	—	—	—
Спектр 18, ат. %	22,48	8,26	—	1,67	53,46	—	—	—	—	—	—	0,44	—	—	13,68	—	—
Спектр 19, ат. %	37,05	6,35	—	—	8,40	0,62	—	0,06	—	0,41	0,29	46,67	0,16	—	—	—	—
Спектр 20, ат. %	36,20	4,20	0,96	—	54,46	—	0,35	0,52	0,19	—	—	0,20	—	—	2,92	—	—
Спектр 21, ат. %	19,77	2,96	—	—	76,91	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,36	—
Спектр 22, ат. %	20,38	2,27	—	1,07	74,98	1,30	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 23, ат. %	50,36	5,78	—	—	31,22	0,51	0,03	0,05	0,07	—	—	0,07	11,91	—	—	—	—

Таблица 15. Концентрации элементов на рис.20, а, б

Спектр	⁶ C	⁸ O	¹¹ Na	¹² Mg	¹³ Al	¹⁴ Si	¹⁵ P	¹⁶ S	¹⁷ Cl	¹⁹ K	²⁰ Ca	²⁴ Cr	²⁵ Mn	²⁶ Fe	²⁸ Ni	⁴⁷ Ag	⁵³ I	⁸¹ Tl
Спектр 24, масс. %	12,07	5,36	—	0,73	36,47	0,56	—	—	0,30	—	—	—	—	0,26	—	44,25	—	—
Спектр 25, масс. %	11,38	2,48	—	0,40	20,94	1,02	0,76	—	—	0,18	0,30	0,86	61,68	—	—	—	—	—
Спектр 27, масс. %	11,76	6,77	—	0,46	57,07	0,65	—	0,33	—	—	3,94	0,40	15,37	3,25	—	—	—	—
Спектр 24, ат. %	31,75	10,59	—	0,95	42,71	0,63	—	0,27	—	—	—	—	0,15	—	12,96	—	—	—
Спектр 25, ат. %	30,69	5,03	—	0,53	25,15	1,18	0,80	—	—	0,14	0,18	0,51	35,79	—	—	—	—	—
Спектр 27, ат. %	24,58	10,63	—	0,47	53,10	0,58	—	0,26	—	—	1,90	0,18	6,91	1,39	—	—	—	—
Спектр 29, масс. %	18,55	2,03	0,17	—	31,78	—	—	0,45	0,33	0,26	—	—	0,18	—	—	11,49	34,75	—
Спектр 29, ат. %	49,06	4,03	0,23	—	37,42	—	—	0,40	0,27	0,21	—	—	0,10	—	—	2,88	5,40	—

Таблица 16. Концентрации элементов на рис.21, а, б и 22, а, б

Спектр	⁶ C	⁸ O	¹² Mg	¹³ Al	¹⁴ Si	¹⁶ S	¹⁷ Cl	¹⁹ K	²⁰ Ca	²⁶ Fe	²⁸ Ni	²⁹ Cu	³³ Ge	⁷⁴ W
Pic. 21, а, б														
Спектр 32, масс. %	10,67	2,94	—	3,86	—	—	—	0,21	—	—	—	—	—	82,33
Спектр 33, масс. %	—	43,31	—	13,58	43,11	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 34, масс. %	14,75	21,30	0,32	19,36	0,69	3,24	0,26	0,14	0,29	35,7	0,23	3,72	—	—
Спектр 32, ат. %	53,25	11,02	—	8,57	—	—	—	0,31	—	—	—	—	—	26,85
Спектр 33, ат. %	—	57,05	—	10,61	32,34	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Спектр 34, ат. %	29,69	32,19	0,32	17,35	0,59	2,44	0,18	0,09	0,17	15,46	0,09	1,42	—	—

Pic. 22, а, б

Спектр 39, масс. %	14,51	16,86	—	3,03	—	—	—	—	—	—	—	—	—	65,60	—
Спектр 39, ат. %	36,86	32,15	—	3,42	—	—	—	—	—	—	—	—	—	27,57	—

На рис. 21 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (а, б). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (б). Концентрации элементов приведены в табл. 16.

На рис. 22 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (а, б). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (б). Концентрации элементов приведены в табл. 16.

На рис. 23 представлено РЭМ-изображение внутренней поверхности ЗАВВ (а-г). В выделенных точках проведен РМЗА с СХРИ (б-г).

Как видно, приведенные здесь СХРИ очень напоминают приведенные ранее структуры с очень похожими СХРИ, поэтому мы не даем здесь таблиц с концентрациями.

4. РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДНЕЙ ВНУТРЕННЕЙ ВТУЛКИ В АНАЛИТИЧЕСКОМ ЦЕНТРЕ НИИЯФ ИМ. Д. В. СКОБЕЛЬЦЫНА МГУ

В данном разделе и далее приведем только наиболее интересные результаты ввиду большого количества полученных данных РЭМ-изображений и соответствующих им СХРИ в измерениях РЭМ- и РМЗА-методами. На рис. 24 представлены три РЭМ-изображения участков передней внутренней втулки (ПВВ, рис. 1, поз. 5) при трех вариантах увеличения в отраженных электронах (BSE).

В BSE светлые участки соответствуют химическим элементам с большим Z .

На рис. 25 представлены три РЭМ-изображения различных структур из рис. 25, в с указанием площадей, на которых сделан РМЗА. В табл. 17 приведены соответствующие элементные составы.

На рис. 26 представлены три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА. В табл. 18 приведены соответствующие элементные составы.

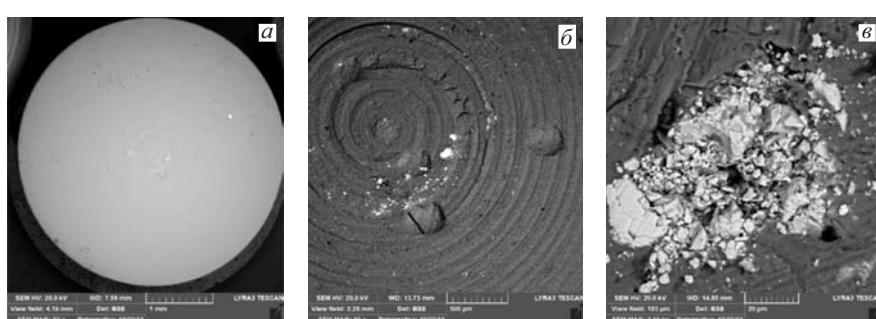


Рис. 24. РЭМ-изображения участков ПВВ при трех вариантах увеличения: 52 X (а), x95 X (б) и 2,10 кX (в)

На рис. 27 представлены три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА. В табл. 19 приведены соответствующие элементные составы.

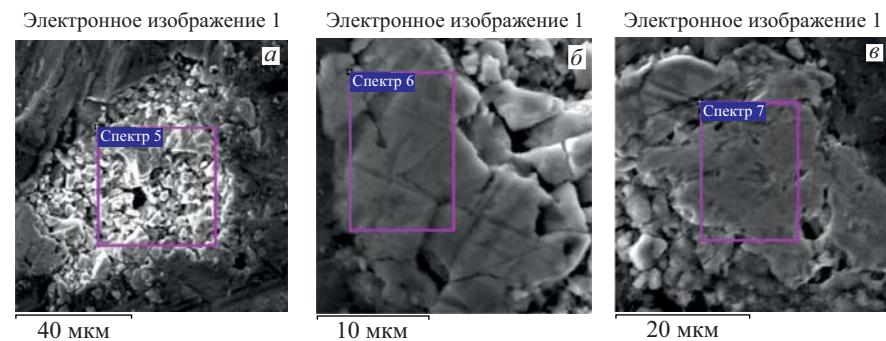


Рис. 25. Три РЭМ-изображения различных структур из рис. 25, *в* (результаты РМЗА в табл. 17)

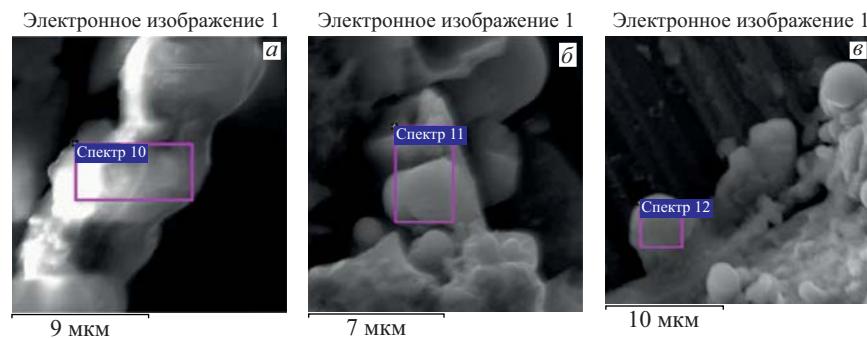


Рис. 26. Три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА (результаты РМЗА в табл. 18)

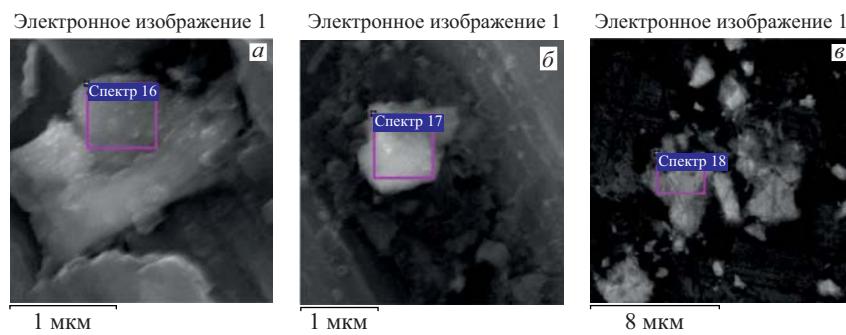


Рис. 27. Три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА (результаты РМЗА в табл. 19)

Таблица 17. Элементные составы структур (спектры 5, 6, 7) на рис. 26, а–г

Спектр	C, K	Na, K	O, K	Al, K	Si, K	K, K	Ca, K	Cr, K	Mn, K	Fe, K
Рис. 26, а (спектр 5)										
Масс. %	10,43	0,44	42,79	2,29	0,22	0,10	0,20	—	0,30	43,23
Ат. %	19,54	0,43	60,22	1,91	0,18	0,06	0,11	—	0,12	17,43
Оксид/%	CO ₂ /38,21	Na ₂ O/0,59	—	Al ₂ CO ₃ /4,33	SiO ₂ /0,48	K ₂ O/0,12	CaO/0,27	—	MnO/0,39	FeO/55,61
Рис. 26, б (спектр 6)										
Масс. %	5,46	0,36	33,20	1,76	—	—	—	—	0,40	58,83
Ат. %	12,38	0,43	56,53	1,77	—	—	—	—	0,20	28,70
Оксид/%	CO ₂ /19,99	Na ₂ O/0,48	—	Al ₂ O ₃ /3,32	—	—	—	—	MnO/0,52	FeO/75,69
Рис. 26, в (спектр 7)										
Масс. %	5,32	0,47	32,74	0,85	0,27	—	—	0,22	0,40	59,73
Ат. %	12,20	0,56	56,34	0,87	0,27	—	—	0,12	0,20	29,45
Оксид/%	CO ₂ /19,50	Na ₂ O/0,63	—	Al ₂ CO ₃ /1,60	SiO ₂ /0,59	—	—	Cr ₂ O ₃ /0,32	MnO/0,52	FeO/55,61

Таблица 18. Элементные составы структур (спектр 11) на рис. 26, *a–e*

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	S, K	Cl, K	K, K	Ca, K	Mn, K	Fe, K	Zn, K	^{72}Hf , L
Рис. 26, <i>a</i> (спектр 11)														
Масс. %	25,83	0,17	0,05	71,03	2,01	0,09	0,08	0,24	0,34	0,05	—	0,11	—	—
Ат. %	32,10	0,11	0,03	66,28	1,11	0,05	0,04	0,10	0,13	0,02	—	0,03	—	—
Оксиды/%	CO ₂ /	Na ₂ O/	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	SO ₃ /	—	K ₂ O/	CaO/	—	FeO/	—	—
	94,64	0,59	0,08		3,80	0,19	0,19		0,41	0,07		0,14		
Рис. 26, <i>b</i> (спектр 11)														
Масс. %	16,28	0,36	0,12	54,86	4,16	0,84	—	0,24	0,12	0,12	0,43	22,30	0,16	—
Ат. %	25,04	0,29	0,09	63,36	2,85	0,56	—	0,12	0,06	0,06	0,05	0,14	7,38	0,05
Оксиды/%	CO ₂ /	Na ₂ O/	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	—	K ₂ O/	CaO/	MnO/	FeO/	ZnO/	—
	59,65	0,49	0,20		7,86	1,81			0,14	0,17	0,55	28,69	0,20	
Рис. 26, <i>c</i> (спектр 11)														
Масс. %	15,97	0,36	0,12	55,88	6,87	0,19	—	0,36	0,17	0,12	0,11	20,43	—	0,22
Ат. %	24,44	0,29	0,09	63,28	4,68	0,12	—	0,19	0,08	0,05	0,04	6,72	—	0,02
Оксиды/%	CO ₂ /	Na ₂ O/	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	—	K ₂ O/	CaO/	MnO/	FeO/	HfO ₂ /	0,26
	58,51	0,48	0,20		12,99	0,40			0,21	0,16	0,15	26,28	—	

Таблица 19. Элементные составы структур на рис. 27, а–е

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	S, K	Cr, K	Mn, K	Fe, K	Ni, K	^{47}Ag , L	^{50}Sn , L
Рис. 27, а (спектр 16)													
Масс. %	4,75	—	0,71	49,18	36,99	0,61	0,02	1,28	—	5,71	0,74	—	0,01
Ат. %	7,86	—	0,58	61,10	27,25	0,43	0,01	0,49	—	2,03	0,25	—	0,00
Оксиды/%	CO ₂ / 17,40	—	MgO/ 1,17	—	Al ₂ O ₃ / 69,90	SiO ₂ / 1,31	SO ₃ / 0,06	Cr ₂ O ₃ / 1,88	—	FeO/ 7,35	NiO/ 0,94	—	SnO ₂ / 0,01
Рис. 27, б (спектр 17)													
Масс. %	7,92	—	—	50,91	29,73	0,13	—	—	—	11,17	—	0,14	—
Ат. %	12,81	—	—	61,79	21,40	0,09	—	—	—	3,88	—	0,03	—
Оксиды/%	CO ₂ / 29,04	—	—	—	Al ₂ O ₃ / 56,18	SiO ₂ / 0,27	—	—	—	FeO/ 14,37	—	Ag ₂ O/ 0,15	—
Рис. 27, в (спектр 18)													
Масс. %	5,11	—	0,82	36,55	9,50	0,24	—	—	0,31	47,47	—	—	—
Ат. %	10,73	—	0,85	57,70	8,89	0,22	—	—	0,14	21,47	—	—	—
Оксиды/%	CO ₂ / 18,71	—	MgO/ 1,35	—	Al ₂ O ₃ / 17,95	SiO ₂ / 0,52	—	—	MnO/ 0,40	FeO/ 61,07	—	—	—

Таблица 20. Элементные составы структур на рис. 28, а–е (спектр 20, спектр 21, спектр 22)

Спектр	C, K	F, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	S, K	Cl, K	K, K	Ca, K	Cr, K	Mn, K	Fe, K	$\text{Mg}_{47}\text{Ag}_{53}$, L
Рис. 28, а (спектр 20)															
Рис. 28, б (спектр 21)															
Масс. %	10,99	—	0,40	1,09	47,71	9,66	0,29	0,08	0,11	0,08	0,34	0,05	0,11	29,10	—
Ат. %	18,79	—	0,36	0,92	61,26	7,36	0,21	0,05	0,06	0,04	0,18	0,02	0,04	10,71	—
Оксид/%	CO ₂ /40,25	—	Na ₂ O/0,54	MgO/4,08	—	Al ₂ O ₃ /18,26	SiO ₂ /0,62	SO ₃ /0,19	—	K ₂ O/0,09	CaO/0,48	Cr ₂ O ₃ /0,07	MnO/0,07	FeO/0,15	Ag ₂ O/37,44
Рис. 28, в (спектр 22)															
Масс. %	5,77	2,46	0,16	2,46	47,74	30,94	0,24	0,05	0,06	0,08	0,15	0,05	—	9,52	0,33
Ат. %	9,53	2,57	0,14	2,01	59,21	22,75	0,17	0,03	0,04	0,04	0,07	0,02	—	3,38	0,06
Оксид/%	CO ₂ /21,13	—	Na ₂ O/0,21	MgO/4,08	—	Al ₂ O ₃ /58,46	SiO ₂ /0,50	SO ₃ /0,11	—	K ₂ O/0,10	CaO/0,21	Cr ₂ O ₃ /0,08	—	FeO/12,25	Ag ₂ O/0,35

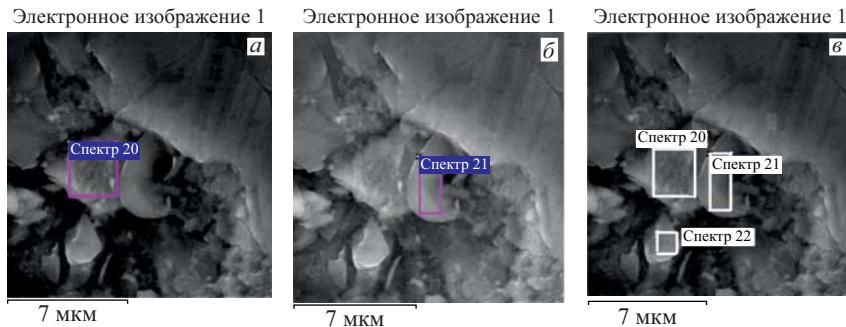


Рис. 28. Три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА

На рис. 28 представлены три РЭМ-изображения различных структур с указанием площадей, на которых сделан РМЗА. В табл. 20 приведены соответствующие элементные составы.

5. РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАДНЕЙ ВНУТРЕННЕЙ ВТУЛКИ В АНАЛИТИЧЕСКОМ ЦЕНТРЕ НИИЯФ ИМ. Д. В. СКОБЕЛЬЦЫНА МГУ

На рис. 29 представлены три РЭМ-изображения, на рис. *a* — внешний вид задней внутренней втулки (ЗВВ, рис. 1, поз. 5) сверху, на рис. *б* и *в* — изображения структур на торцевой поверхности задней втулки ЗВВ (*б* — увеличение 1,77 кХ, *в* — 2,76 кХ).

На рис. 29, *б* видны мелкие структуры, которые напоминают кристаллиты, так как имеют огранку (см. ниже рис. 30, *б*, *в*).

На рис. 30 представлены три РЭМ-изображения: на рис. *a* — внешний вид крупной рыхлой структуры с размерами 80 мкм по горизонтали и 65 мкм по вертикали, а на рис. *б* и *в* — изображения кристаллических структур с

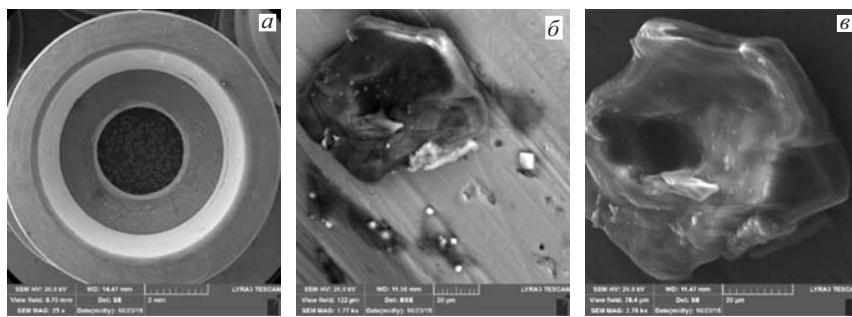


Рис. 29. Три РЭМ-изображения: *а* — внешний вид ЗВВ сверху, *б* и *в* — изображения структур на торцевой поверхности ЗВВ

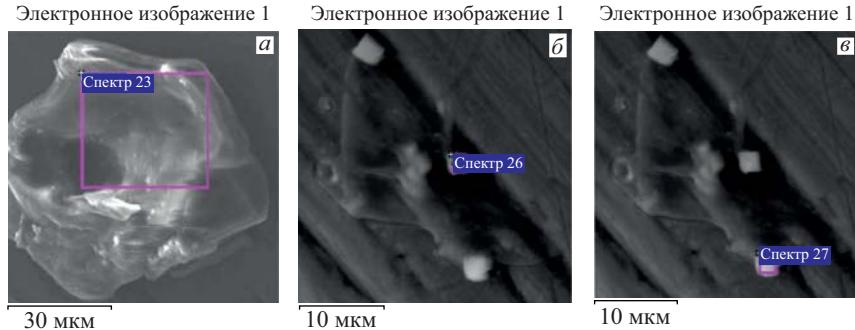


Рис. 30. Три РЭМ-изображения, *а* — внешний вид крупной рыхлой структуры; *б* и *в* — изображения мелких кристаллических структур

выделением площадей РМЗА. В табл. 21 представлены элементные составы на указанных на рис. 30 площадях.

На рис. 31 представлены три РЭМ-изображения синтезированных частиц с размерами 6 на 8 мкм (*а*); примерно 30 мкм и 10 мкм (*б*); 15 мкм (*в*)

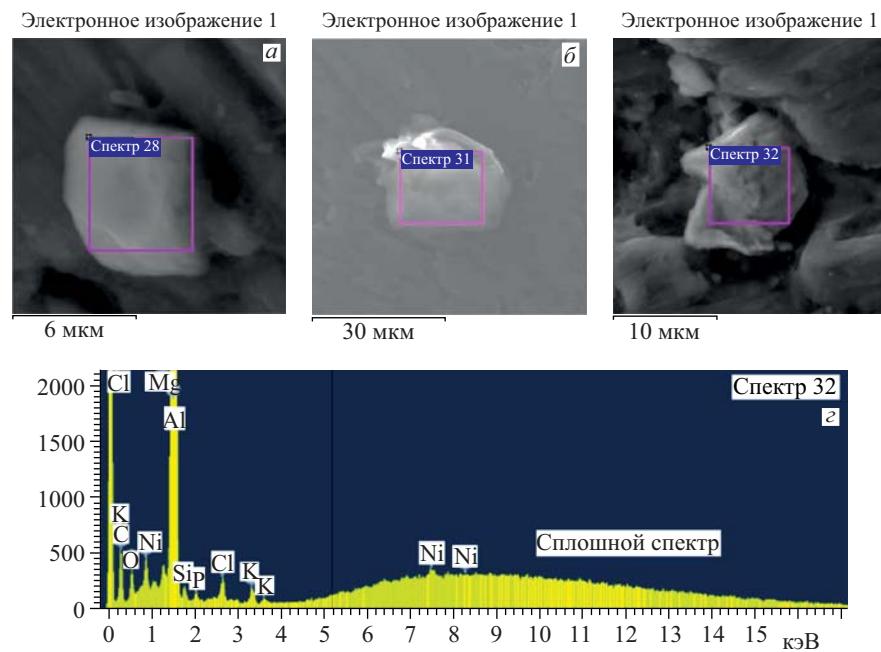


Рис. 31. Три РЭМ-изображения синтезированных частиц с размерами *а*) 6 на 8 мкм; *б*) примерно 30 мкм и 10 мкм; *в*) 15 мкм с РМЗА; *г*) СХРИ для рис. 31, *а*

с РМЗА и СХРИ (спектр 28) для рис. 31, б. В табл. 22 приведен элементный состав с указанных площадей.

Из рис. 31, г видно, что в области энергий от 4 до 18 кэВ присутствует сплошной спектр, который идентифицировать затруднительно.

На рис. 32 представлено РЭМ-изображение структуры прямоугольной формы, которая, скорее всего, представляет собой монокристалл сложного состава (а), а на рис. 32, б приведен СХРИ (спектр 29) с указанной площадкой. В табл. 23 дан элементный состав, соответствующий СХРИ на рис. 32, б.

На рис. 33 представлено РЭМ-изображение синтезированного нароста на стенке отверстия в центре ЗВВ (см. рис. 29, а с РМЗА (спектр 33) (а) с СХРИ (б). В табл. 24 приведен элементный состав, соответствующий СХРИ на рис. 33, б.

На рис. 34 представлено РЭМ-изображение синтезированной частицы на поверхности ЗВВ (см. рис. 34, а) с РМЗА (спектр 34) (а) с СХРИ (б). В табл. 24 приведен элементный состав, соответствующий СХРИ на рис. 34, б.

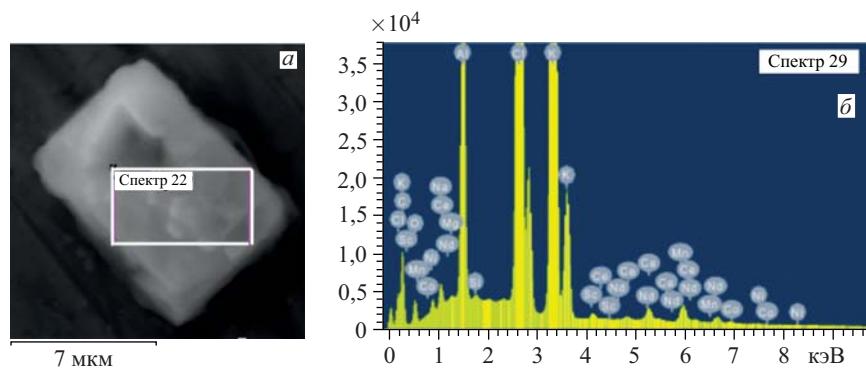


Рис. 32. РЭМ-изображение структуры прямоугольной формы (а) и СХРИ (б)

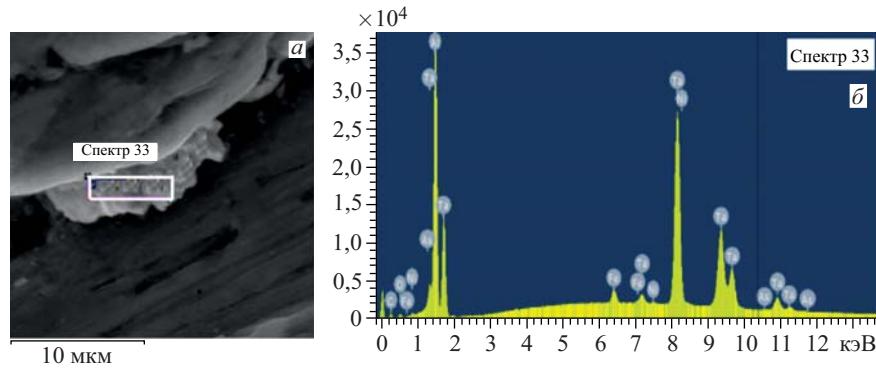


Рис. 33. РЭМ-изображение синтезированного нароста (а) и СХРИ (б)

Таблица 21. Элементные составы структур на рис.30,*a–e*

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	P, K	S, K	Cl, K	K, K	Ca, K	Fe, K	Ni, K
Рис. 30, <i>a</i> (спектр 23)													
Масс. %	19,12	1,36	0,15	63,74	11,08	—	0,20	1,11	1,24	1,81	0,19	—	—
Ат. %	25,76	0,96	0,10	64,47	6,65	—	0,11	0,57	0,57	0,75	0,08	—	—
Оксид/%	CO ₂ /	Na ₂ O/	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	—	P ₂ O ₅ /	SO ₃ /	—	K ₂ O/	CaO/	—	—
	70,06	1,83	0,25	20,93	0,46	2,77	0,46	2,77	—	2,18	0,27	—	—
Рис. 30, <i>b</i> (спектр 26)													
Масс. %	9,56	—	0,29	55,78	33,11	0,26	0,16	—	0,20	0,06	—	0,12	0,45
Ат. %	14,34	—	0,21	62,79	22,10	0,17	0,09	—	0,10	0,03	—	0,04	0,14
Оксид/%	CO ₂ /	—	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	P ₂ O ₅ /	—	—	K ₂ O/	—	FeO/	NiO/
	21,13	—	0,48	—	62,56	0,56	0,36	—	—	0,08	—	0,16	0,57
Рис. 30, <i>e</i> (спектр 27)													
Масс. %	7,68	—	0,39	54,14	32,09	3,40	0,02	—	—	—	0,07	2,70	0,47
Ат. %	11,78	—	0,29	62,31	22,67	2,31	0,01	—	—	—	0,03	0,92	0,08
Оксид/%	CO ₂ /	—	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	SO ₃ /	—	—	—	CaO/	FeO/	NiO/
	22,21	—	0,65	—	60,62	7,27	0,05	—	—	—	0,10	3,47	0,50

Таблица 22. Элементные составы структур на рис.31, а

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	P, K	S, K	Cl, K	K, K	Ca, K	Mn, K	Fe, K	Ni, K	Ag, L
Рис. 31, а (спектр 28)															
Масс. %	11,92	—	0,36	51,81	28,28	0,25	0,14	—	0,39	0,28	—	—	—	0,57	—
Ат. %	17,37	—	0,26	63,29	18,36	0,16	0,08	—	0,10	0,13	—	—	—	0,17	—
Оксид/%	CO ₂ /43,66	—	MgO/0,60	—	Al ₂ O ₃ /53,43	SiO ₂ /0,55	P ₂ O ₅ /0,31	—	—	K ₂ O/0,34	—	—	—	NO/0,73	—
Рис. 31, б (спектр 31)															
Масс. %	23,69	0,05	0,10	69,24	5,42	0,79	0,02	0,07	0,03	0,03	0,42	—	—	—	0,14
Ат. %	30,10	0,03	0,06	66,05	3,07	0,43	0,01	0,03	0,01	0,01	0,16	—	—	—	0,02
Оксид/%	CO ₂ /86,80	Na ₂ O/0,07	MgO/0,17	—	Al ₂ O ₃ /10,24	SiO ₂ /1,69	P ₂ O ₅ /0,05	SO ₃ /0,18	—	K ₂ O/0,03	CaO/0,59	—	—	—	Ag ₂ O/0,15
Рис. 31, в (спектр 32)															
Масс. %	6,99	0,31	0,17	37,02	3,53	0,20	—	—	0,05	0,08	—	0,31	51,35	—	—
Ат. %	14,61	0,34	0,17	58,10	3,28	0,18	—	—	0,03	0,05	—	0,14	23,09	—	—
Оксид/%	CO ₂ /25,61	Na ₂ O/0,42	MgO/0,27	—	Al ₂ O ₃ /6,67	SiO ₂ /0,43	—	—	—	K ₂ O/0,10	—	MnO/0,41	FeO/66,06	—	—

Таблица 23. Элементные составы структур на рис. 32,*a* (спектр 29)

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	K	Cl, K	K	^{21}Sc , K	^{25}Mn , K	^{27}Co , K	^{28}Ni , K	^{58}Ce , L	^{60}Nd , L
Масс. %	14,92	0,46	0,04	46,71	3,64	0,05	—	17,47	15,38	0,09	0,40	0,11	0,02	0,29	0,45
Ат. %	23,79	0,39	0,03	55,90	2,58	0,04	—	9,43	7,53	0,04	0,14	0,04	0,01	0,04	0,06
Оксид/%	CO ₂ /	Na ₂ O/	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	—	K ₂ O/	Sc ₂ O ₃ /	MnO/	CoO/	NiO/	Ce ₂ O ₃ /	Nd ₂ O ₃ /
	54,68	0,62	0,07		6,88	0,12			18,53	0,13	0,52	0,08	0,03	0,33	0,53

Таблица 24. Элементные составы структур на рис. 33,*a*,*б* (спектр 33), рис. 34,*a*,*б* (спектр 34) и рис. 35,*a* (спектр 35)

Спектр	C, K	O, K	Mg, K	Al, K	Si, K	P, K	Ca,K	V, K	Cr, K	Mn, K	Fe, K	Ni, K	As, L	Tc, L	Ag, L	Hf, L	Ta, L
Рис. 33, <i>a</i> (спектр 33)																	
Масс. %	5,55	40,86	—	20,73	—	—	—	—	—	—	3,73	0,59	0,90	—	—	—	27,64
Ат. %	11,49	63,43	—	19,06	—	—	—	—	—	1,66	0,25	0,30	—	—	—	—	3,79
Оксид/%	CO ₂ /	—	—	Al ₂ O ₃ /	—	—	—	—	—	FeO/	NiO/	As ₂ O ₃ /	—	—	—	Ta ₂ O ₅ /	33,75
	20,35			39,16						4,80	0,75	1,19					
Рис. 34, <i>a</i> (спектр 34)																	
Масс. %	6,56	44,04	—	18,87	—	0,16	—	0,50	1,08	—	19,06	0,71	1,96	2,41	—	—	4,65
Ат. %	12,24	61,67	—	15,67	—	0,11	—	0,22	0,46	—	7,25	0,27	0,59	0,55	—	—	0,58
Оксид/%	CO ₂ /	—	—	Al ₂ O ₃ /	—	P ₂ O ₅ /	—	V ₂ O ₅ /	Cr ₂ O ₃ /	—	FeO/	24,52	0,91	As ₂ O ₃ /	Tc ₂ O ₇ /	3,77	
	24,05			35,65		0,36		0,90	1,57				2,59				5,68
Рис. 35, <i>a</i> (спектр 35)																	
Масс. %	7,19	47,62	0,19	23,70	1,48	0,12	0,10	—	—	0,10	17,89	—	—	—	0,49	1,14	4,65
Ат. %	12,33	61,33	0,16	18,10	1,09	0,08	0,05	—	—	0,04	6,60	—	—	—	0,09	0,13	0,58
Оксид/%	CO ₂ /	—	MgO/	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	P ₂ O ₅ /	CaO/	—	—	MnO/	FeO/	—	—	—	Ag ₂ O/	HfO ₂ /	Ta ₂ O ₅ /
	26,33		0,31	44,78	3,17	0,27	0,14			0,12	23,01				0,53	1,35	5,68

Таблица 25. Элементные составы структур на рис. 36, а–σ (спектр 36, спектр 37, спектр 38)

Спектр	C, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	P, K	Ca, K	Ti, K	Cr, K	Mn, K	Fe, K	^{28}Ni , L	^{72}Hf , L
Рис. 36, а (спектр 36)													
Масс. %	10,63	1,49	50,45	16,06	0,83	0,11	0,17	—	—	—	19,41	—	0,84
Ат. %	17,40	1,21	62,02	11,71	0,58	0,07	0,09	—	—	—	6,84	—	0,9
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	P ₂ O ₅ /	CaO/	—	—	—	FeO/	—	HfO ₂ /
	38,93	2,48	—	30,35	1,77	0,26	0,24	—	—	—	24,98	—	0,99
Рис. 36, б (спектр 37)													
Масс. %	7,11	0,20	42,13	11,66	0,43	—	0,10	0,08	6,67	0,69	27,34	3,58	—
Ат. %	13,53	0,19	60,16	9,87	0,35	—	0,06	0,04	2,93	0,29	11,19	1,39	—
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	CaO/	TiO ₂ /	Cr ₂ O ₃ /	MnO/	FeO/	NiO/	—
	26,06	0,33	—	22,03	0,93	—	0,14	0,14	9,75	0,90	35,18	4,55	—
Рис. 36, σ (спектр 38)													
Масс. %	10,36	0,41	56,73	31,83	0,41	—	—	—	—	—	—	0,25	—
Ат. %	15,34	0,30	63,04	20,98	0,26	—	—	—	—	—	—	0,08	—
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	—	—	—	—	—	NiO/	—
	37,97	0,69	—	60,15	0,87	—	—	—	—	—	—	0,32	—

На рис. 35 представлено РЭМ-изображение синтезированной частицы на поверхности ЗВВ (см. рис. 35, *a*) с РМЗА (спектр 35) (*a*) с СХРИ (*б*). В табл. 24 приведен элементный состав, соответствующий СХРИ на рис. 35, *б*.

На рис. 36 представлены два РЭМ-изображения синтезированных частиц (*a*, *б*) и структуры типа дендррида (*в*) на поверхности ЗВВ. В табл. 25 приведены элементные составы этих структур.

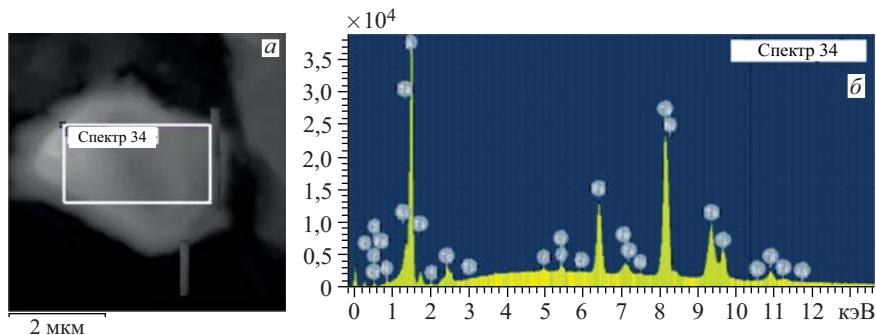


Рис. 34. РЭМ-изображение синтезированной частицы (*а*) и СХРИ (*б*) (результаты РМЗА в табл. 24)

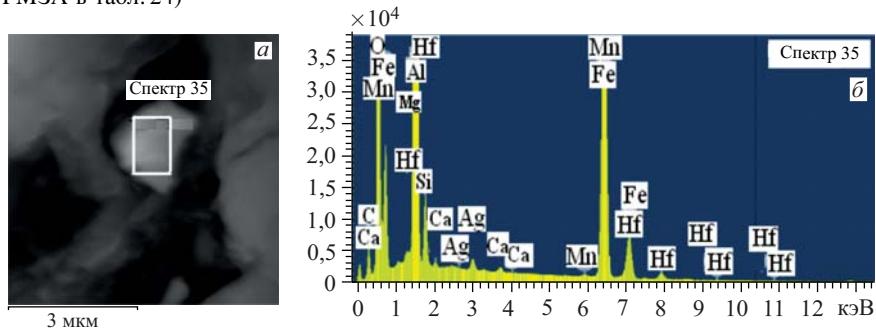


Рис. 35. РЭМ-изображение частицы (*а*) и СХРИ (*б*)

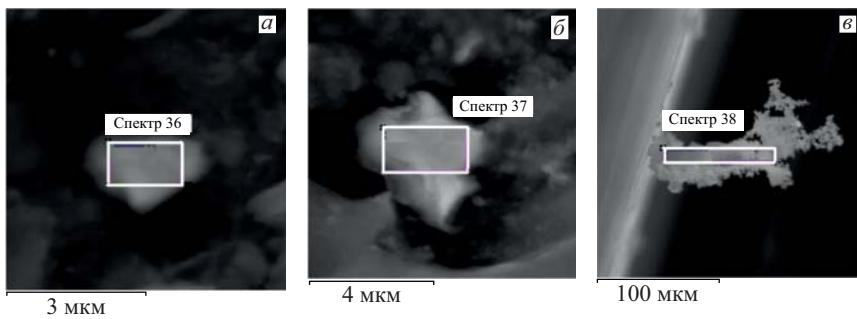


Рис. 36. Два РЭМ-изображения синтезированных частиц (*а*, *б*) и структуры типа дендррида (*в*) на поверхности ЗВВ

Таблица 26. Элементные составы структур на рис.37,*a*–*e* (спектр 39, спектр 40, спектр 44)

Спектр	C, K	Na, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	P, K	Ti, K	Fe, K	Ni, K	^{47}Ag , L
Рис. 37, <i>a</i> (спектр 39)											
Масс. %	13,30	—	—	59,57	26,51	0,29	0,14	—	—	0,19	—
Ат. %	18,99	—	—	63,85	16,85	0,18	0,08	—	—	0,06	—
Оксид/%	CO ₂ /48,74	—	—	—	Al ₂ O ₃ /50,08	SiO ₂ /0,61	P ₂ O ₅ /0,32	—	—	NiO/0,24	—
Рис. 37, <i>b</i> (спектр 40)											
Масс. %	2,37	0,12	0,64	38,37	32,47	0,63	—	0,09	0,18	0,09	25,05
Ат. %	4,82	0,13	0,64	58,61	29,41	0,55	—	0,04	0,08	0,04	5,68
Оксид/%	CO ₂ /8,68	Na ₂ O/0,17	MgO/1,06	—	Al ₂ O ₃ /61,35	SiO ₂ /1,34	TiO ₂ /0,15	FeO/0,23	NiO/0,11	Ag ₂ O/26,91	—
Рис. 37, <i>c</i> (спектр 44)											
Масс. %	12,81	—	0,32	59,10	27,51	0,27	—	—	—	—	—
Ат. %	18,62	—	0,23	63,66	17,57	0,16	—	—	—	—	—
Оксид/%	CO ₂ /46,93	—	MgO/0,53	—	Al ₂ O ₃ /51,97	SiO ₂ /0,57	—	—	—	—	—

Таблица 27. Элементные составы структур на рис.38,*a–e* (спектр 45, спектр 46, спектр 48)

Спектр	C, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	P, K	Cr, K	Fe, K	Ni, K	$_{47}\text{Ag}$, L
Рис. 38, <i>a</i> (спектр 45)										
Масс. %	15,17	0,15	61,07	21,26	0,24	0,78	—	—	1,33	—
Ат. %	21,29	0,11	64,36	13,29	0,15	0,43	—	—	0,38	—
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	P ₂ O ₅ /	—	—	NiO/	—
	55,57	0,25		40,17	0,52	1,79			1,69	
Рис. 38, <i>e</i> (спектр 46)										
Масс. %	10,16	0,28	56,27	31,74	0,32	0,13	0,07	0,22	0,59	0,23
Ат. %	15,15	0,21	62,99	21,07	0,20	0,03	0,02	0,07	0,18	0,04
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	P ₂ O ₅ /	Cr ₂ O ₃ /	FeO/	NiO/	$\text{Ag}_{2}\text{O}/$
	37,22	0,47		59,97	0,67	0,29	0,10	0,29	0,75	0,24
Рис. 38, <i>b</i> (спектр 48)										
Масс. %	7,50	0,29	54,04	37,53	0,36	—	—	—	0,28	—
Ат. %	11,52	0,22	62,29	25,65	0,24	—	—	—	0,09	—
Оксид/%	CO ₂ /	MgO/	—	Al ₂ O ₃ /	SiO ₂ /	—	—	—	NiO/	—
	27,48	0,47		70,91	0,78				0,35	

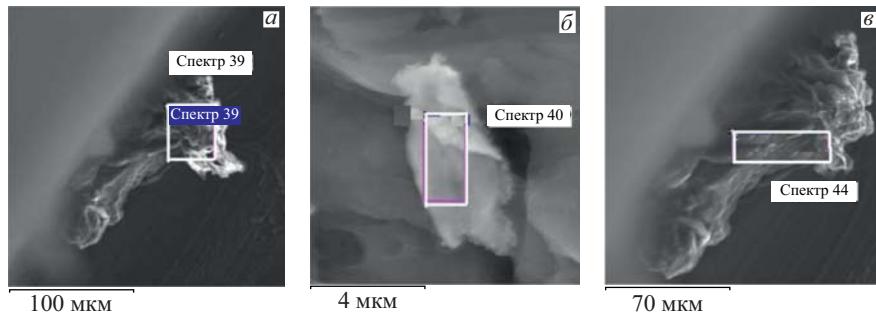


Рис. 37. Три РЭМ-изображения синтезированных частиц (*a–c*) на поверхности ЗВВ

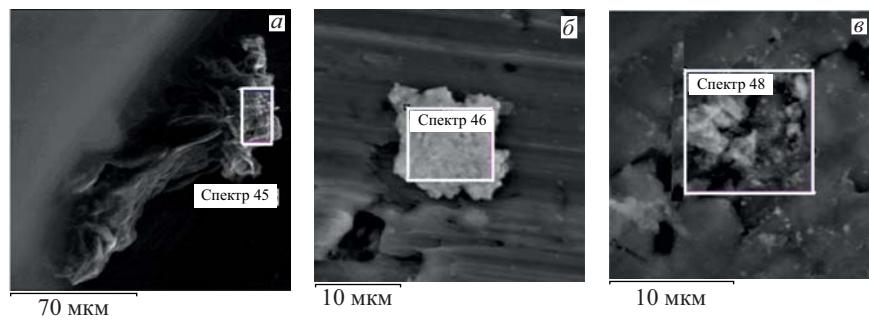


Рис. 38. Три РЭМ-изображения синтезированных частиц (*a–c*) на поверхности ЗВВ

На рис. 37 представлены три РЭМ-изображения синтезированных частиц (*a–c*) на поверхности ЗВВ. В табл. 26 приведены элементные составы этих структур.

На рис. 38 представлены три РЭМ-изображения синтезированных частиц (*a–c*) на поверхности ЗВВ. В табл. 27 приведены элементные составы этих структур.

6. РЭМ- И РМЗА-ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДНЕЙ И ЗАДНЕЙ ВНУТРЕННИХ ВТУЛОК

На рис. 39 представлен участок поверхности передней втулки (ПВВ, рис. 1, поз. 5) с синтезированной частицей (*a*) с СХРИ (*b*) с большой площади (49 мкм на 77 мкм), а в табл. 28 представлен элементный состав, соответствующий рис. 39, *b*.

На рис. 40 представлен участок поверхности ПВВ с синтезированной частицей (*a*) с СХРИ (*b*) с площади 21 мкм на 42 мкм, а в табл. 28 приведен соответствующий элементный состав.

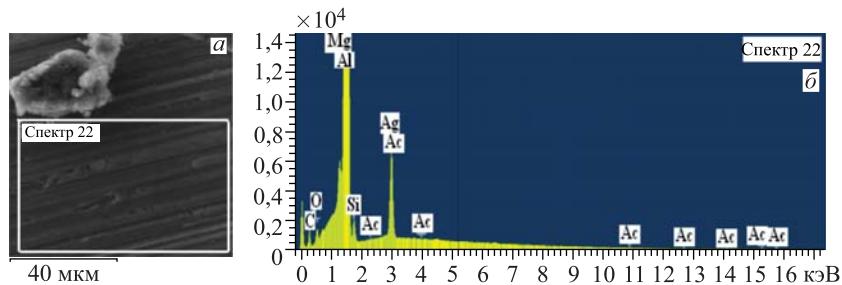


Рис. 39. РЭМ-изображение части поверхности ПВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 28)

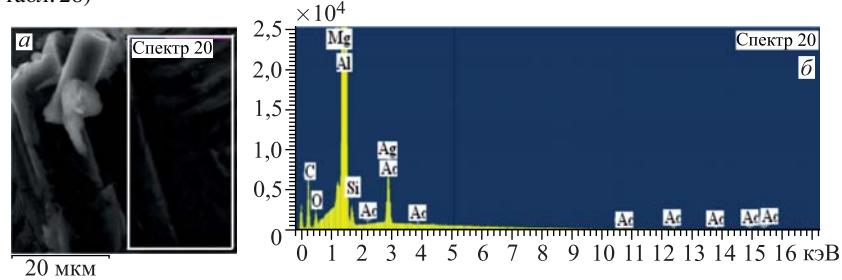


Рис. 40. РЭМ-изображение участка поверхности ПВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 28)

На рис. 41 представлен участок поверхности ПВВ с синтезированной частицей (а) с СХРИ (б) с площади 21 мкм на 42 мкм, а в табл. 28 приведен соответствующий элементный состав.

На рис. 42 представлен участок поверхности ЗВВ с синтезированной частицей (а) с СХРИ (б) с площади 28 мкм на 66 мкм, а в табл. 29 дан соответствующий элементный состав.

На рис. 43 представлен участок поверхности ЗВВ с синтезированной частицей (а) с СХРИ (б) с площади 28 мкм на 66 мкм, а в табл. 29 дан соответствующий элементный состав.

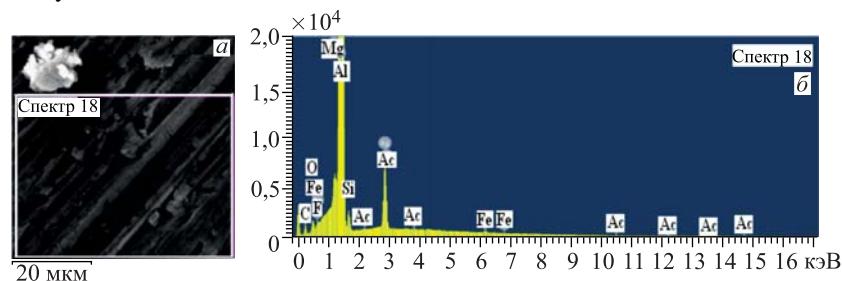


Рис. 41. РЭМ-изображение площади ПВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 28)

Таблица 28. Элементные составы структур на рис.39, а, б (спектр 22), рис.40, а, б (спектр 20) и рис.41, а, б (спектр 18)

Спектр	C, K	F, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	Fe, K	^{47}Ag , L	^{89}Ac , M
Рис. 39, а, б (спектр 22)									
Масс. %	2,48	—	0,36	48,15	45,79	0,32	—	2,26	0,65
Ат. %	4,15	—	0,30	60,65	34,19	0,23	—	0,42	0,06
Оксид/%	CO ₂ /9,07	—	MgO/0,60	—	Al ₂ O ₃ /86,51	SiO ₂ /0,68	—	Ag ₂ O/2,42	Ac ₂ O ₃ /0,71
Рис. 40, а, б (спектр 20)									
Масс. %	8,12	—	0,26	53,81	35,38	0,34	—	1,61	0,49
Ат. %	12,54	—	0,20	62,40	24,32	0,22	—	0,28	0,04
Оксид/%	CO ₂ /29,74	—	MgO/0,43	—	Al ₂ O ₃ /66,84	SiO ₂ /0,72	—	Ag ₂ O/1,73	Ac ₂ O ₃ /0,54
Рис. 41, а, б (спектр 18)									
Масс. %	2,29	0,36	0,35	47,75	45,74	0,42	0,06	2,30	0,73
Ат. %	3,85	0,38	0,29	60,37	34,29	0,30	0,02	0,43	0,06
Оксид/%	CO ₂ /8,38	—	MgO/0,58	—	Al ₂ O ₃ /86,43	SiO ₂ /0,90	FeO/0,08	Ag ₂ O/2,47	Ac ₂ O ₃ /0,80

Таблица 29. Элементные составы структур на рис. 42,*a, б* (спектр 3), рис. 43,*a, б* (спектр 6) и рис. 44,*a, б* (спектр 1)

Спектр	C, K	Mg, K	O, K	Al, K	Si, K	K, K	Fe, L	Ag, L	Ac, M
Рис. 42, <i>a, б</i> (спектр 3)									
Масс. %	1,73	0,34	47,40	47,27	0,24	—	—	2,31	0,70
Ат. %	2,93	0,28	60,39	35,71	0,18	—	—	0,44	0,06
Оксид/%	CO ₂ / 6,34	MgO/ 0,56	—	Al ₂ O ₃ / 89,32	SiO ₂ / 0,52	—	—	Ag ₂ O/ 2,48	Ac ₂ O ₃ / 0,78
Рис. 43, <i>a, б</i> (спектр 6)									
Масс. %	5,09	0,40	50,78	40,97	0,25	0,09	—	1,89	0,53
Ат. %	8,21	0,32	61,46	29,41	0,17	0,04	—	0,34	0,05
Оксид/%	CO ₂ / 218,67	MgO/ 0,66	—	Al ₂ O ₃ / 77,42	SiO ₂ / 0,53	K ₂ O/ 0,11	—	Ag ₂ O/ 2,03	Ac ₂ O ₃ / 0,58
Рис. 44, <i>a, б</i> (спектр 1)									
Масс. %	2,91	0,29	48,87	44,99	0,43	—	1,14	1,38	—
Ат. %	4,82	0,24	60,80	33,19	0,31	—	0,41	0,25	—
Оксид/%	CO ₂ / 210,65	MgO/ 0,48	—	Al ₂ O ₃ / 85,01	SiO ₂ / 0,92	—	FeO/ 1,46	Ag ₂ O/ 1,48	—

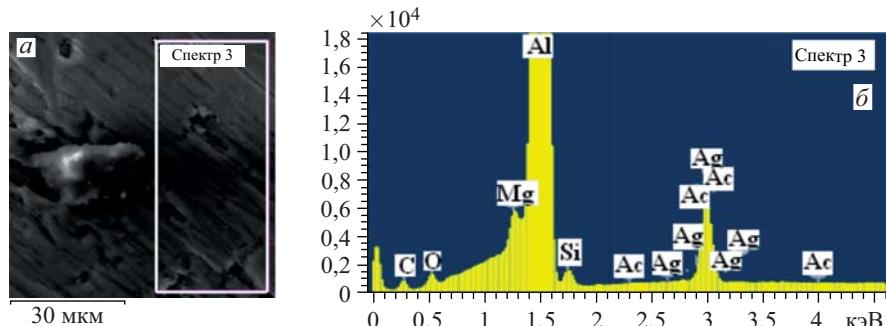


Рис. 42. РЭМ-изображение части поверхности ЗВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 29)

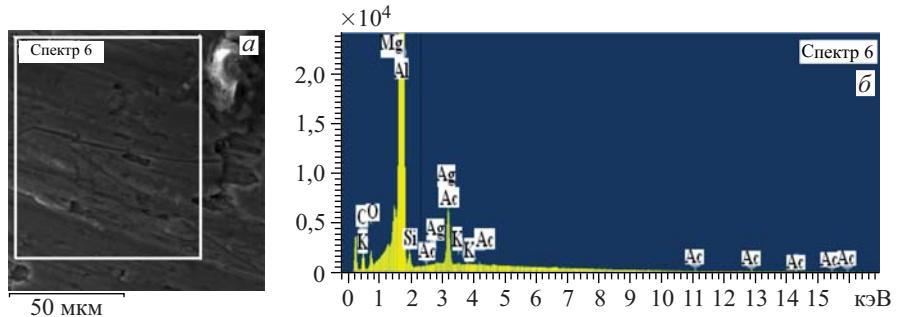


Рис. 43. РЭМ-изображение участка поверхности ЗВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 29)

На рис. 44 представлен участок поверхности ЗВВ с синтезированной частицей (а) с СХРИ (б) с площади 34 мкм на 34 мкм, а в табл. 29 дан соответствующий элементный состав.

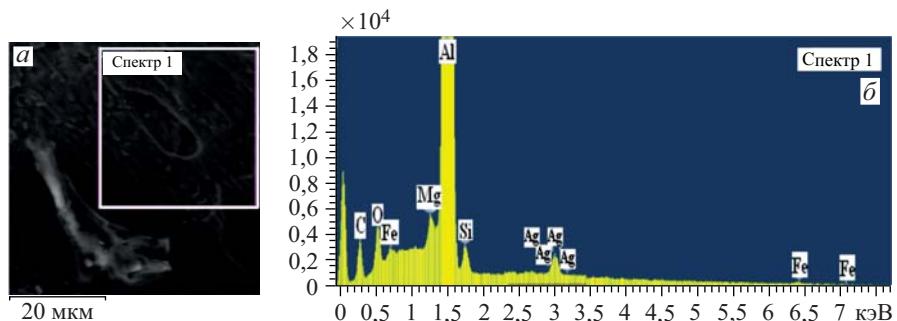
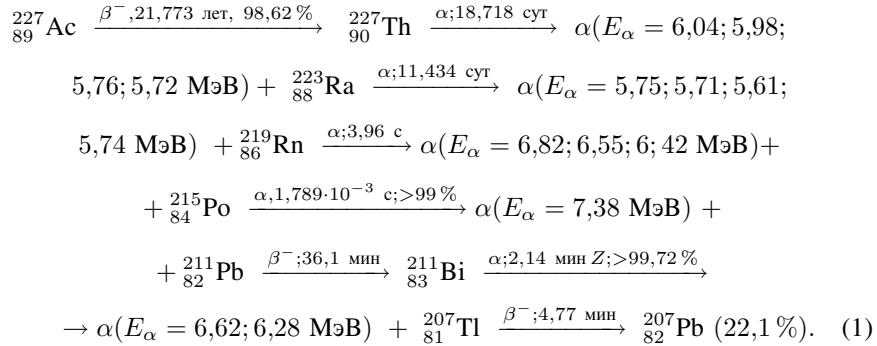
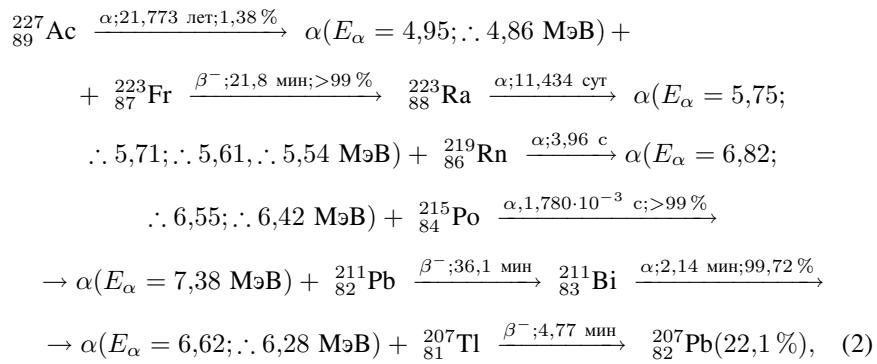


Рис. 44. РЭМ-изображение поверхности ЗВВ (а) с СХРИ (б) (результаты РМЗА в табл. 29)

Как видно из СХРИ: на рис. 39, б – 43, б и из табл. 28 и 29, в спектрах присутствуют помимо серебра также линии химического элемента актиния,



Для уточнения наличия актиния, две моды радиоактивного распада которого приведены ниже:



были проведены измерения на α -спектрометре Canberra числа α -частиц от распада. Измерения проводились по 7 сут (168 ч): вначале измерение фона на детекторе и затем измерение выхода α -частиц от распада ${}_{89}^{227}\text{Ac}$. Отметим, что, как видно из (1) и (2), после распада ${}_{89}^{227}\text{Ac}$ происходят относительно медленные распады ${}_{88}^{223}\text{Ra}$ с $T_{1/2} = 11,434$ сут в mode (1) и ${}_{90}^{227}\text{Th}$ с $T_{1/2} = 18,718$ сут в mode (2). Видно, что по мере получения более легких элементов энергии α -частиц возрастают с известными периодами полураспада, поэтому, измеряя различные времена, например при $\Delta t_1 > 11,434$ сут, а затем еще при $\Delta t_2 > 18,718 - 11,434 = 7,284$ сут, можно проследить обе схемы распадов (1) и (2) и однозначно доказать, что распадался именно ${}_{89}^{227}\text{Ac}$. Результаты измерения выхода α -частиц из реакций (1) и (2) представлены в приложении 1 (см. рис. П.1, а также [40]).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведено повторное облучение пучком тормозных γ -квантов камеры высокого давления при более высоком давлении ксенона 550 бар. Предыдущие эксперименты проводились в тех же условиях при давлении ксенона 270 и 250 бар [35–37]. Камера высокого давления объемом 4,5 см³ при давлении ксенона 550 бар облучалась на микротроне ЛЯР ОИЯИ в течение $2,59 \cdot 10^5$ с пучком тормозного излучения с максимальной энергией 10 МэВ.

2. Поверхности камеры высокого давления, имевшие контакт с газообразным ксеноном, оказались покрытыми зеленовато-желтоватым слоем.

3. Анализ синтезированных структур и частиц, расположенных на передних и задних вкладышах и втулках, и анализ их поверхностей сделан

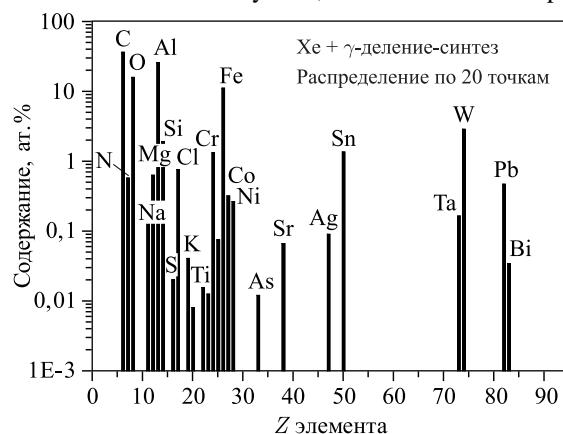


Рис. 45. Распределение по элементам для переднего вкладыша. Анализ сделан в НЦВО РАН

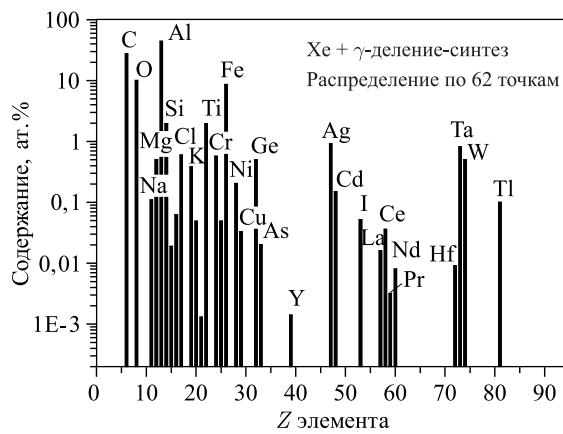


Рис. 46. Распределение по элементам для заднего вкладыша. Анализ сделан в НЦВО РАН

в двух независимых аналитических лабораториях. Обе лаборатории показали наличие в частицах и на поверхностях вкладышей и втулок элементов, отсутствующих в объеме XeHPC до начала облучения.

4. Методами растровой электронной микроскопии и рентгеновского микрозондового анализа на поверхностях, имевших контакт с ксеноном, и в частицах обнаружены следующие ранее отсутствовавшие в объеме XeHPC легкие химические элементы: $_{9}\text{F}$, $_{11}\text{Na}$, $_{15}\text{P}$, $_{16}\text{S}$, $_{17}\text{Cl}$, $_{19}\text{K}$, $_{20}\text{Ca}$; элементы группы металлов средних масс: $_{21}\text{Sc}$, $_{22}\text{Ti}$, $_{23}\text{V}$, $_{24}\text{Cr}$, $_{25}\text{Mn}$, $_{26}\text{Fe}$, $_{27}\text{Co}$, $_{28}\text{Ni}$, $_{29}\text{Cu}$, $_{30}\text{Zn}$; элементы середины таблицы Менделеева: $_{32}\text{Ge}$, $_{40}\text{As}$, $_{38}\text{Sr}$, $_{39}\text{Y}$, $_{43}\text{Tc}$, $_{47}\text{Ag}$, $_{48}\text{Cd}$, $_{50}\text{Sn}$, $_{51}\text{Sb}$, $_{53}\text{I}$, $_{56}\text{Ba}$, $_{57}\text{La}$, $_{58}\text{Ce}$, $_{59}\text{Pr}$, $_{60}\text{Nd}$ и тяжелые элементы: $_{72}\text{Hf}$, $_{73}\text{Ta}$, $_{74}\text{W}$, $_{81}\text{Tl}$, $_{82}\text{Pb}$, $_{83}\text{Bi}$ и $_{89}\text{Ac}$.

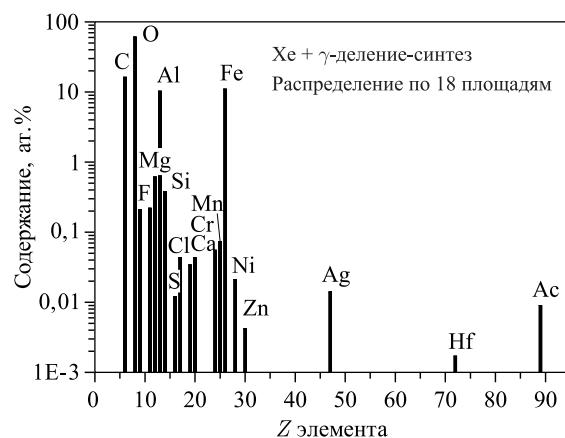


Рис. 47. Распределение по элементам для передней втулки. Анализ сделан в НИИЯФ МГУ

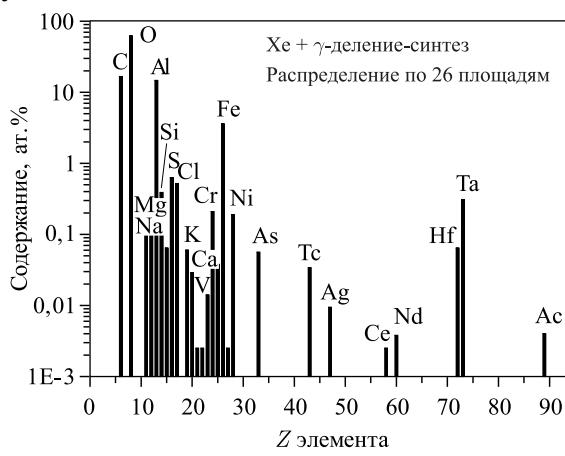


Рис. 48. Распределение по элементам для задней втулки. Анализ сделан в НИИЯФ МГУ

Для большей наглядности, удобства и компактности подачи информации на рис. 45–48 в виде гистограмм представлен усредненный элементный состав в точках и по площадям в указанных на рисунках количествах.

5. В точках содержание отдельных, особенно тяжелых элементов доходит до десятков атомных процентов (см. таблицы).

6. В первом приближении существенного различия в выходе химических элементов между передними и задними вкладышами и втулками не наблюдается. Отметим лишь, что на заднем вкладыше и задней втулке обнаружены редкоземельные элементы (см. рис. 45–48).

7. Кроме синтезированных стабильных элементов на втулках были обнаружены радиоактивные элементы, отсутствующие в природе: технеций ^{43}Tc и актиний ^{89}Ac . Отметим, что появление актиния во всех анализах сопровождается появлением серебра.

8. В данном эксперименте проявляются или, наоборот, не обнаруживаются химические элементы, отсутствующие или, наоборот, присутствующие в предыдущих экспериментах [35–37]. Несмотря на эти различия, данный эксперимент подтверждает результаты, полученные в проведенных ранее работах [35–37].

9. Для объяснения обнаруженных аномалий в образовании новых химических элементов необходимо привлечь *коллективные ядерные реакции деления и синтеза*.

Приложение

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ВЫХОДА α -ЧАСТИЦ С ЭНЕРГИЯМИ

$$E_\alpha = 4,95 \text{ и } E_\alpha = 4,86 \text{ МэВ ИЗ РЕАКЦИЙ (1) и (2)}$$

На рис. 49 представлены результаты измерения фона (7 сут) и эффекта — выхода α -частиц с энергиями $E_\alpha = 4,95$ и $E_\alpha = 4,86$ МэВ. При

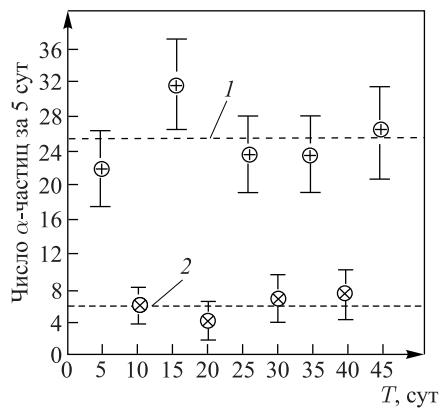


Рис. 49. Измерения фона α -спектрометра (\otimes) и измерение эмиссии α -частиц от ^{227}Ac с фоном (\oplus), 1 и 2 — среднеквадратичные значения фона и эффекта вместе с фоном

этом необходимо учитывать, что выход α -частиц происходит под разными углами с поверхности и различных глубин из материала задней внутренней втулки (ЗВВ) (см. рис. 39–41, табл. 28 и рис. 42–44, табл. 29, а также сводные рис. 47, 48).

ЛИТЕРАТУРА

1. Didyk A. Yu., Wiśniewski R. Nuclear Reactions, Induced by Gamma Quanta, in Palladium Saturated with Deuterium Surrounded by Dense Deuterium Gas // Euro. 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 γ Quanta in Dense Molecular Deuterium at 1,2 kbar Pressure // Euro. 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 γ -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 γ -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 γ -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 γ 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 γ -Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl., Lett. 2013. V. 10, No. 7. P. 804–819.
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 γ -Quanta in Dense Deuterium Gas // Phys. Part. Nucl., Lett. 2013. V. 10, No. 7. P. 820–832.
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. и др. 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. Wiśniewski R., Didyk A. Yu., Wilczinska-Kitowska T. Deuteron Disintegration, Thermonuclear and Nuclear Fission Reactions Induced by γ -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.
12. Дидык А. Ю., Вишневски Р., Вильчиньска-Китовска Т. Реакции фоторасщепления дейтерона, термоядерного синтеза и деления ядер, индуцированные γ -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. et al. Changes in the Chemical Composition of Nuclear Reaction Products Irradiated with 10 MeV γ 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 рением в атмосфере плотного дейтерия при облучении γ -квантами непрерывного спектра с граничной энергией 23 МэВ // Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т. 10, № 4(181). С. 613; Препринт ОИЯИ Р15-2012-63. Дубна, 2012. 22 с.
15. Didyk A. Yu., Wisniewski R. The Study of Changes in the Element Compositions of Pd and Re Specimens Irradiated in Dense Gaseous Deuterium by γ -Quanta with Boundary Energy up to 23 MeV // *Journal of Physical 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 γ -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 YMn₂ γ -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 γ -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 γ 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 γ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ в молекулярном водороде при давлении 0,5 кбар. Препринт ОИЯИ Р15-2014-7. Дубна, 2014. 24 с.
22. Дидык А.Ю., Вишневский Р. Ядерные реакции с синтезом микрочастиц в водороде при давлении 3,5 кбар в присутствии олова при облучении тормозными γ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2014-89. Дубна, 2014. 26 с.
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 γ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2014-88. Дубна, 2014. 43 с.
24. Дидык А.Ю. и др. Синтез микрочастиц в плотном водороде при давлении 3,5 кбар с оловянным стержнем под действием тормозных γ -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 γ Quanta on Inner Surfaces of Components of a High Pressure Chamber // Phys. Part. Nucl. Lett., 2015. V. 12, No. 1. P. 125–144; 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 γ Quanta in a Reaction Chamber // Phys. Part. Nucl. Lett., 2015. V. 12, No. 1. P. 145–165; Препринт ОИЯИ Р15-2014-3. Дубна, 2014. 44 с.
27. 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 γ -Rays of 10 MeV Threshold Energy // Euro. 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 γ -квантами с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт 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 γ -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 γ -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 γ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-33. Дубна, 2015. 40 с.
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 γ -квантов с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-34. Дубна, 2015. 40 с.

33. *Дидык А. Ю.* Ядерные реакции синтеза и деления химических элементов и образование новых структур в плотных газах H₂, D₂ и He при облучении 10 МэВ-ными γ -квантами // Физики 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 γ -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. *Дидык А. Ю., Гульбекян Г. Г., Мышинский Г. В.* РЭМ- и РМЗА-исследования синтезированных частиц и объектов при облучении плотного ксенона (270 атм) тормозными γ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-71. Дубна, 2015. 40 с.
36. *Дидык А. Ю., Гульбекян Г. Г., Мышинский Г. В.* Исследование изменений элементного состава и структуры поверхностей при облучении плотного ксенона (270 атм) тормозными γ -квантами с максимальной энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2015-72. Дубна, 2015. 32 с.
37. *Дидык А. Ю., Гульбекян Г. Г., Мышинский Г. В.* Аномалии на внутренних поверхностях камеры высокого давления ксенона ХeHPC (250 бар) с образованием мицрочастиц сложного состава при облучении тормозным излучением с пороговой энергией 10 МэВ. Препринт ОИЯИ Р15-2016-1. Дубна, 2016. 38 с.
38. Физические величины. Справочник / Под ред. Григорьева И. С. и Мейлихова Е. З. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1233 с.
39. *Голашвили Т. В., Чечев В. П., Бадиков С. А.* Справочник нуклидов. М.: Изд. Дом МЭИ, 2011. 461 с.
40. *Дидык А. Ю. и др.* Образование $^{231}_{91}\text{Ra}$ 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. 39 с.

Получено 18 марта 2016 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 01.08.2016.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 3,25. Уч.-изд. л. 3,97. Тираж 200 экз. Заказ № 58874.

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

E-mail: publish@jinr.ru
www.jinr.ru/publish/