



02.04.2025

**Анализ изменений состава и морфологии
поверхности вольфрама при воздействии
плазмы тлеющего разряда и плазменного
фокуса в среде дейтерия
методами ВИМС (SIMS), ИСП (ICP) и ЭДА (EDS)**

Савватимова И.Б., Клочков А.Н., Сидоров П.П., Башутин О.А.

Заикин Д.О.

**Национальный исследовательский ядерный университет
«МИФИ»**

isavvatim@mail.ru

Цель и методы воздействия и исследования

- Основная цель - установление возможностей разных методов воздействия на инициирование ядерно-химических процессов, сравнение воздействия на W потоков высокотемпературной и низкотемпературной плазмы, формирующейся в импульсных разрядах на установке «плазменного фокуса» (ПФ) и низкотемпературной плазмы тлеющего разряда.

Решение - **выявление результатов изменения изотопного и элементного состава (процессов распада) при разных методах плазменного воздействия ионами D на W**
– **импульсного высокоэнергетического и низкоэнергетического воздействия на установке плазменного фокуса и**
- **низкоэнергетического воздействия в плазме тлеющего разряда.**

Содержание

1. Цель
2. Краткий обзор ранних работ
3. Оборудование
 - 3.1. Установка ПФ
 - 3.2. Установка ТР
4. Условия эксперимента
5. Методы анализа
6. Результаты исследований
 - 6.1. Морфология изменения поверхности после ПФ
 - 6.2. Изменение изотопного состава после ПФ
 - 6.3. Изменение элементного состава после ПФ
 - 6.4. Морфология изменения поверхности после ТР
 - 6.5. Изменение изотопного состава после ТР
 - 6.6. Изменение элементного состава после ТР
- Заключение

Методы исследования

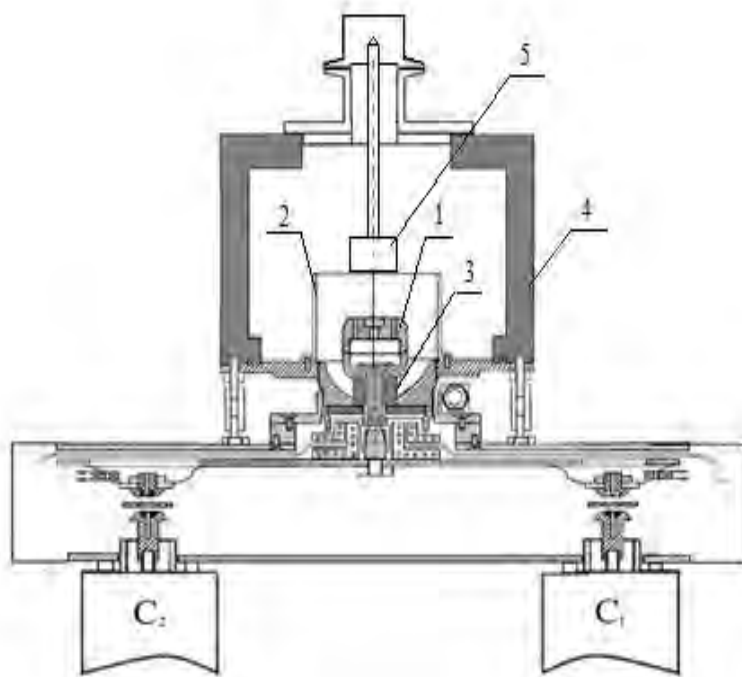
элементного и изотопного состава

- Исследование изменений вольфрама до и после экспериментов:

1. Изотопного состава – метод ВИМС (SIMS) - вторичная ионная масс-спектрометрия на масс-спектрометре TOF.SIMS.5 и ИСП (ICP) метод - индуктивно связанной плазмы с лазерной абляцией;

2. Элементного состава – метод ЭДА (энергодисперсионный метод анализа) - сканирующий электронный микроскоп TESCAN Mira3

Схема установки Плазменный фокус (ПФМ 72-м) и расположение образцов при проведении процесса облучения потоками дейтериевой плазмы [1]



1- анод

2, 5 - катод

3 - изолятор

4 - вакуумная плазменная камера

5 - образец W монокристалл
+W фольга толщиной ~ 100 мкм
(под W монокристаллом)

Расстояние от катода (образца)
до анода 50 мм

Размеры W монокристалла

D = 12 мм, H = 10 мм,

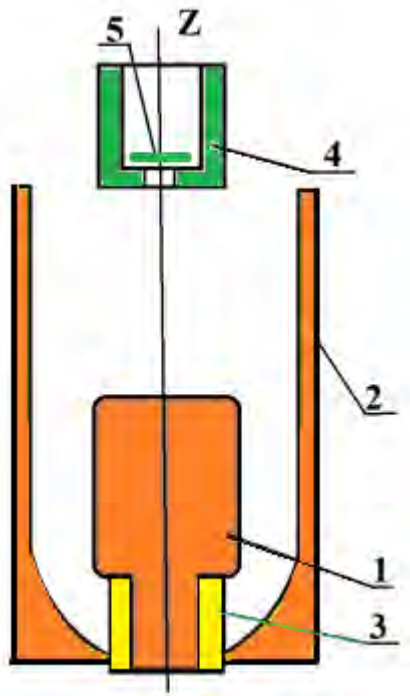
Толщина торца W монокристалла,
обращенная к плазме, 2 мм.

Центральное отверстие в доньшке
вольфрамового образца - стакана

D = 2,5 мм

Схема расположения образцов:

- 1- анод Cu,
- 2, 4 - катод,
- 3 - изолятор Al_2O_3 ,
- 4 – образец Wмонокристалл,
- 5 – W – фольга поликристаллическая



- По МГД ПФ идеальной модели В.В. Вихрева [2] плазма распространяется от Cu анода -1 с W вставкой к катоду с расположенными на катоде образцами 5 - фольга и 4 - вольфрамовый монокристаллический стаканчик с отверстием в центре, сквозь которое плазма с плотностью $(2 - 4) \times 10^{17} \text{ см}^3$ распространяется во внутреннюю часть вольфрамового стаканчика и потоком частиц охватывает вольфрамовую фольгу, приподнимая её.
- В результате плазма в центральной части фольги, как и в монокристалле вольфрама, имеет более высокую плотность частиц и энергию, а на периферии энергия ПФ рассеивается. Также энергия рассеивается внутри вольфрамового катода в результате отражений между донышком монокристалла W - 4 и поликристаллической фольгой W - 5.

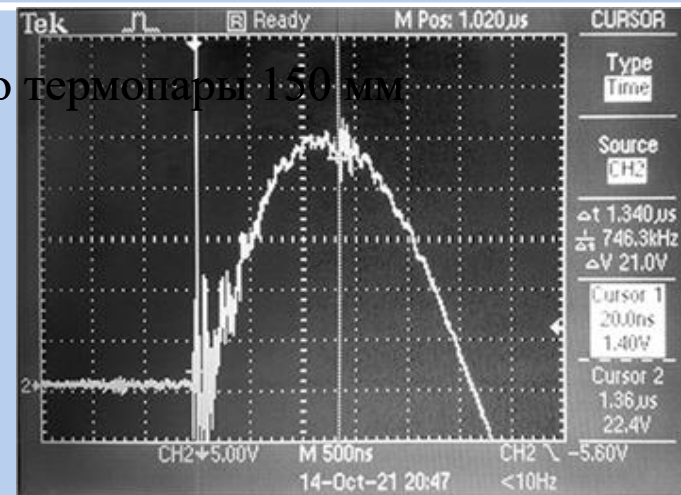
Внешний вид установки ПФМ 72-м



Расстояние от анода до термопары 150 мм

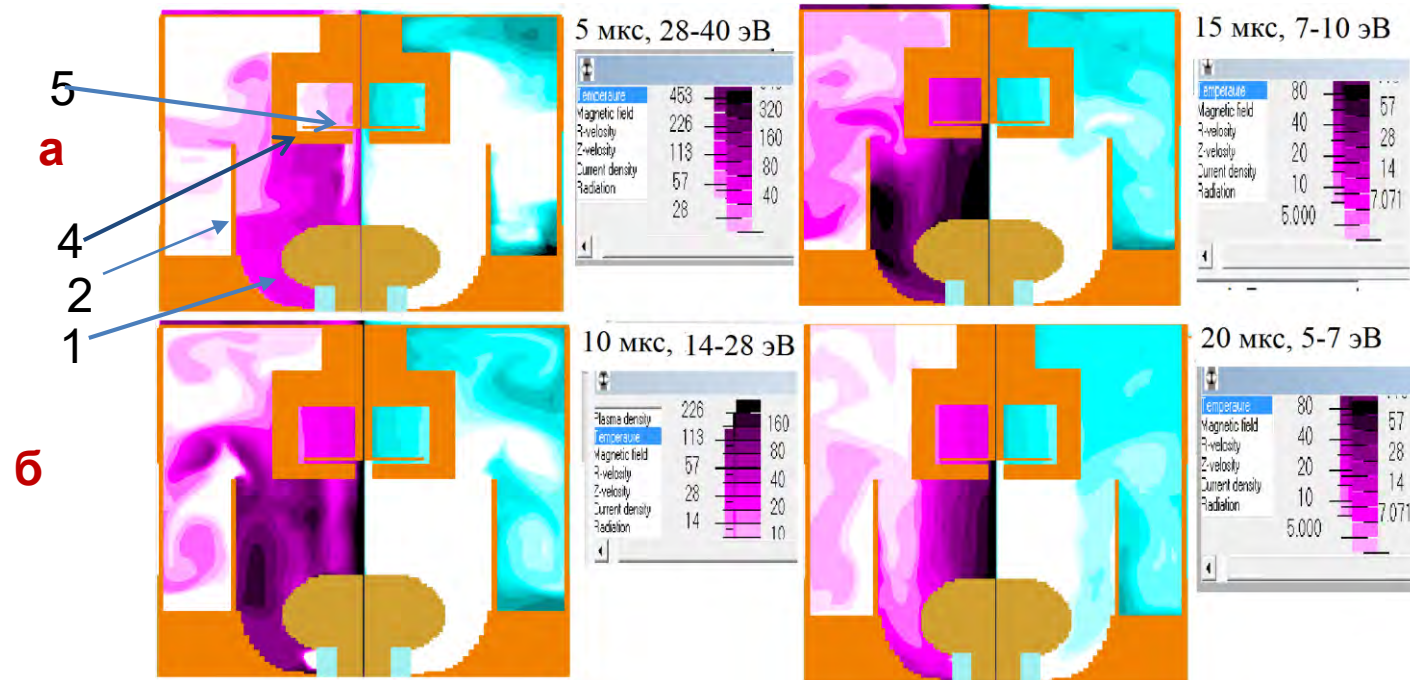


Электродная система



Скрин экрана осциллографа с разрядным током ПФМ 72-м

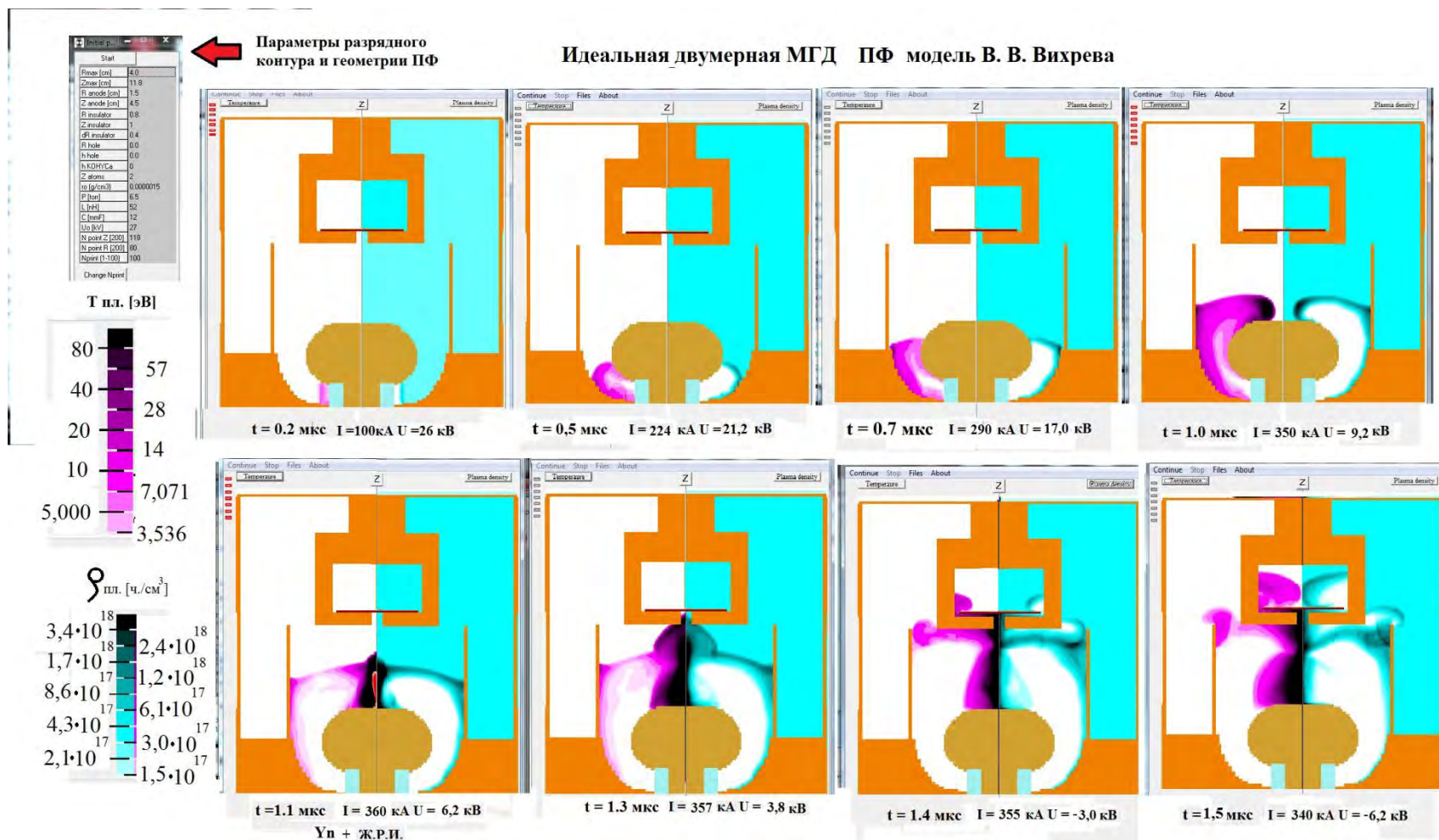
Движение плазмы к вольфрамовой мишени-катоду в процессе импульса по идеальной модели В.В. Вихрева [2]



1. 5 мкс, 28 - 40 эВ, 2. 10 мкс, 14 – 28 эВ, 3. 15 мкс, 7 - 10 эВ,
4. 20 мкс, 5 -7 эВ (справа от схемы - температура плазмы – эВ)

Схема распространения плазмы (красноватые тона) от анода 1 к катоду (2, 4) по МГД ПФ модели В.В. Вихрева [2] с расположенными на катоду образцами 5 - фольга и 4 - W монокристаллический стаканчик с отверстием в центре, сквозь которое плазма с плотностью $(3 \pm 1) \times 10^{17} \text{ см}^{-3}$ распространяется во внутреннюю часть W стаканчика и потоком частиц охватывает W фольгу, приподнимая её. В результате плазма в центральной части фольги, как и в монокристалле W, имеет более высокую плотность частиц и энергию, а на периферии энергия ПФ рассеивается. Также энергия рассеивается внутри W катода в результате отражений между доншком монокристалла W и поликристаллической фольгой W.

Движение плазмы к вольфрамовой мишени в процессе импульса (Температура плазмы-эВ, плотность плазмы- частицы на см.куб.)



Виды излучений при работе с установкой плазменного фокуса и параметры процесса в ПФМ 72-М

Виды излучений в ПФ:

1. Мягкое рентгеновское излучение
2. Жесткое рентгеновское излучение
3. Ударная плазменная волна
4. Тепловое излучение
5. Нейтронное излучение

Способы диагностики

1. Сцинтиллятор NaI+ФЭУ
2. Осциллограф для регистрации параметров процесса

Режим работы

Вакуумирование до $\sim 2 \times 10^{-6}$ Торр

Газ - дейтерий ~ 5 мм

Зарядное напряжение $\sim 27 \pm 1$ кВ

Амплитудное значение тока $\sim 360 \pm 10$ кА

Период контура $\sim 5,12$ мкс

Омическое сопротивление 10 мОм,

Воздействие плазмы в экранированной зоне 20 мкс

Скорость потока ионов от $\sim 10^6$ см/с

Доза ионов на периферии $\sim 1,3 \times 10^{20}$

Доза ионов в центре $\sim 1,3 \times 10^{22}$

Возможности конкретной установки плазменного фокуса ПФМ72-м детально описаны в [1].

Особенностью экспериментов в ПФ является то, что

- исследования выполнены на монокристаллическом W и поликристаллическом W в одном эксперименте с энергиями, отличающимися в разных зонах образцов на порядки,

- в одном эксперименте на тех же образцах W создаются различные условия воздействия на облучаемый материал ионами D плазмы : область центра образцов с воздействием частиц ПФ с энергией частиц от 1 кэВ и область вне непосредственного воздействия ПФ (периферийная и экранированная зоны), где энергия ионов снижается до 3-10 электрон-вольт в импульсном режиме со временем взаимодействия ~ 20 мкс за импульс.

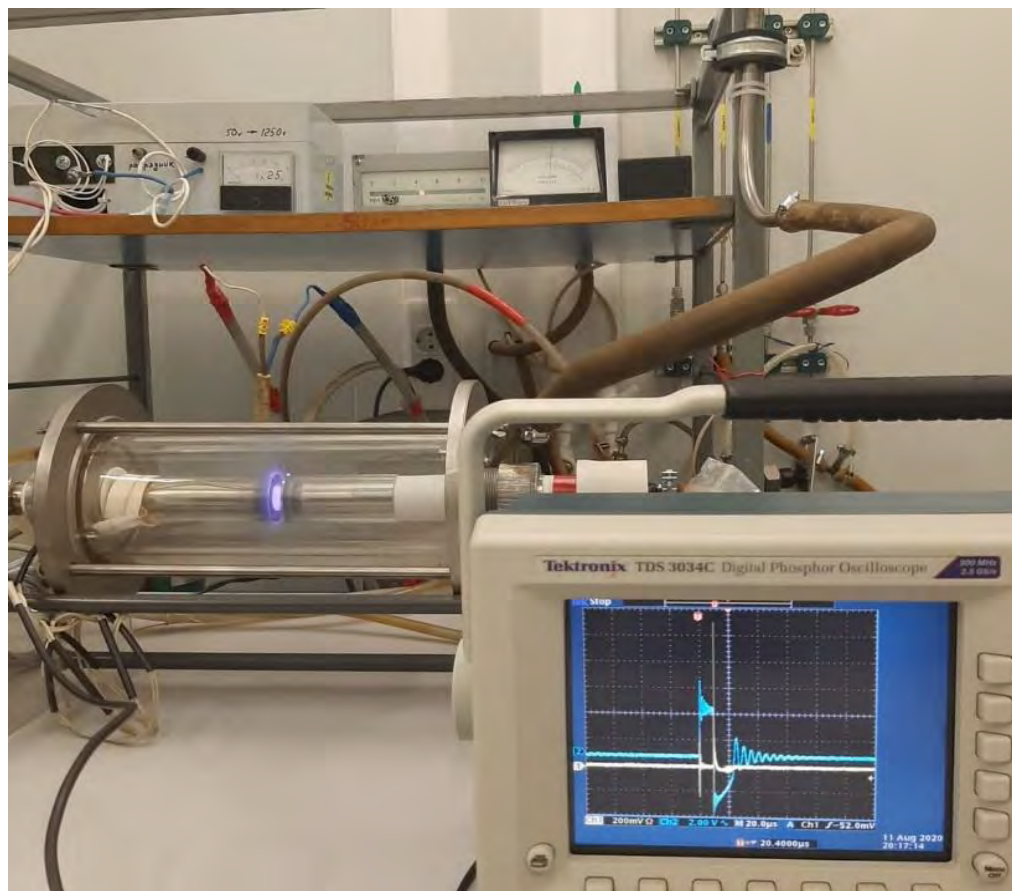
- область вне непосредственного воздействия ПФ при исследовании методом вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС) показала интенсивность образования лёгких элементов (Li, Na, K, Ca, Mg) на порядок б'ольшую относительно центральной области ПФ

Группы частиц плазменного потока

- Ионы, образованные на оси Z установки плазменного фокуса (ПФ), имеют энергию выше 1кэВ, а периферийная плазма имеет существенно меньшую энергию частиц (D^+ , D^- , D^0 , D^*) от 1 кэВ до единиц 5 - 10 эВ [2].
- Таким образом, изучается воздействие двух групп частиц с разными скоростями и энергиями:
 - Первая группа частиц со средней энергией $E_D \approx 1\text{кэВ}$,
Длительностью импульса $\sim 300\text{ нс}$ и
скоростью частиц $\sim (1,0 \pm 0,1) \cdot 10^7\text{ см/с}$
свидетельствует о формировании кумулятивной струи при образовании плазменного фокуса.
 - Вторая, слабо интенсивная группа со средней энергией $E_D \approx 8\text{ эВ}$ имеет длительность $\sim 20\text{ мкс}$ и скоростью $\sim 3 \cdot 10^6\text{ см/с}$ и принадлежит остаткам развалившейся токоплазменной оболочки.

Режим облучения потоками дейтериевой плазмы

- Жесткое рентгеновское излучение (ЖРИ) до ~ 800 кэВ,
- Нейтронный выход $< 10^7$ n/pulses
- Продолжительность нейтронного импульса и ЖРИ не более 5-10 наносекунд за импульс.
- Продолжительность каждого импульса облучения - 20 микросекунд,
- 1-я серия импульсов - 20 импульсов без нейтронов 26 кВ, 345 кА,
- 2-я серия импульсов 7 Торр, 5 импульсов 26кВ, 345 кА без нейтронов,
- 3-я серия импульсов - 5 импульсов 27 кВ, 360 кА, нейтронный выход меньше 0.4×10^8 n за импульс (1000 n на W фольгу, 20000 n W mono).



Установка тлеющего разряда.

Образец – светлое пятно на левом электрододержателе

$I = 1.1\text{A}$; $U = 5.3\text{ кВ}$

Феномен искусственной радиоактивности в металлических катодах в условиях тлеющего разряда.

С.Ф. Тимашев, И.Б. Савватимова, С.С. Потешин, Н.И. Каргин, А.А. Сысоев, С.М. Рындя

// Письма в ЭЧАЯ. 2022. Т. 53. № 1.

2 апреля 2025

Установка тлеющего разряда

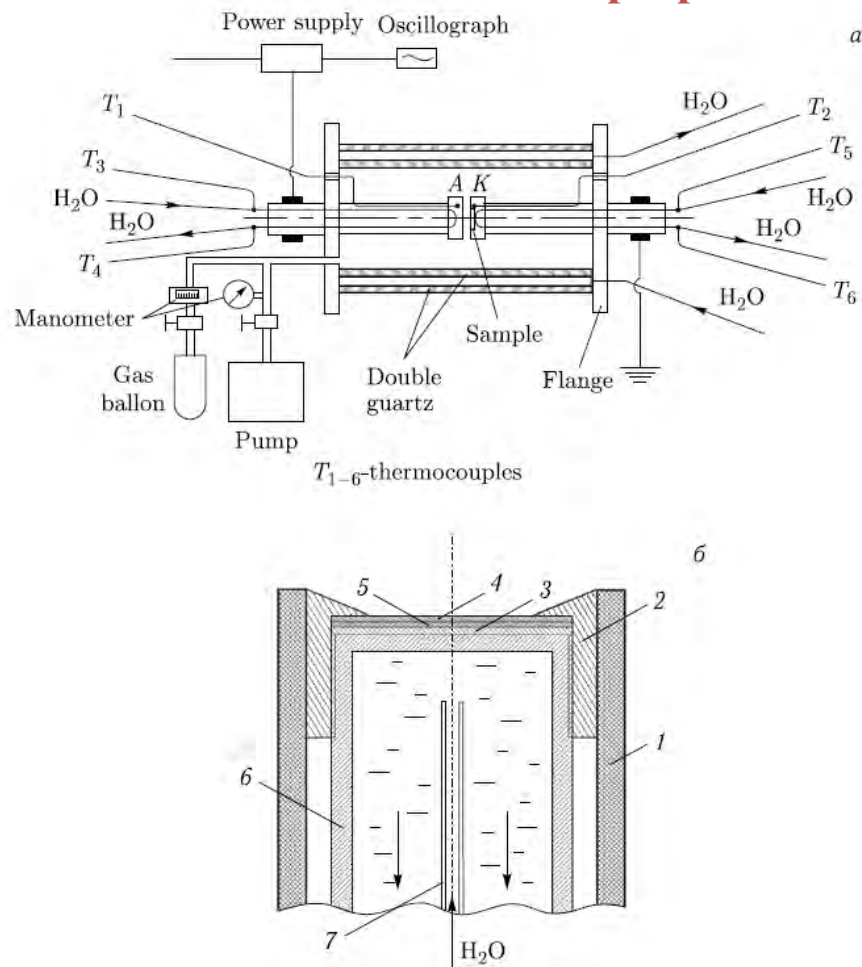


Рис. 2. а) Схема установки тлеющего разряда; б) схема размещения образца в камере тлеющего разряда: 1 — кварцевая трубка; 2 — фиксатор образца Мо (МЧВП); вариант I: 3 — W-подложка толщиной 100 мкм, 4 и 5 — Pd, вариант II: 3, 5 — Мо, 4 — Ni-фольга толщиной 100 мкм; 6 — охлаждаемый электродержатель из стали марки X18H10T; 7 — трубка из стали X18H10T, подводящая охлаждающую воду

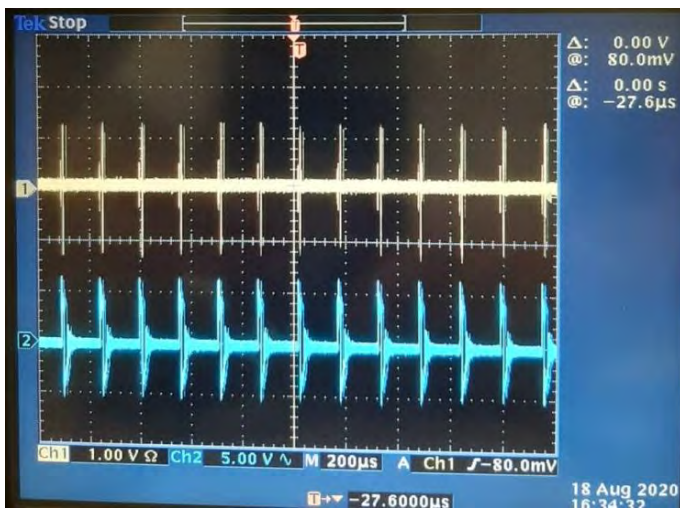


Рис. 3. Типичный «стабильный» импульсный разряд в среде дейтерия, Pd электрод:

$f = 6.2 \text{ МГц}$, $I_{\text{max}} = 1.3 \text{ А}$ (1); $U_{\text{max}} = 2.5 \text{ кВ}$ (2)

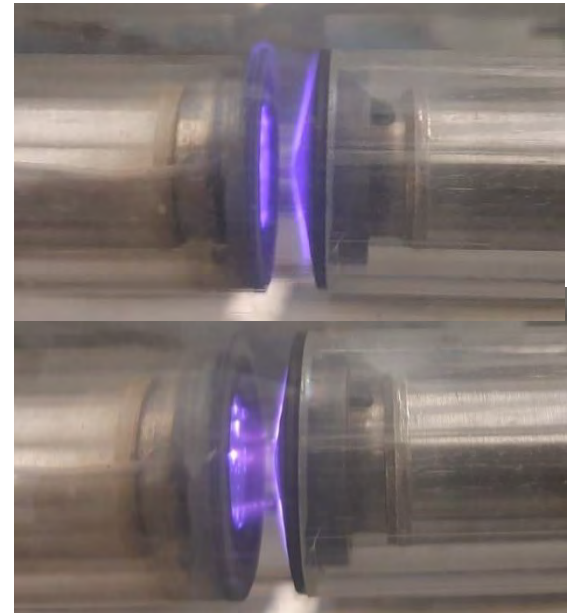
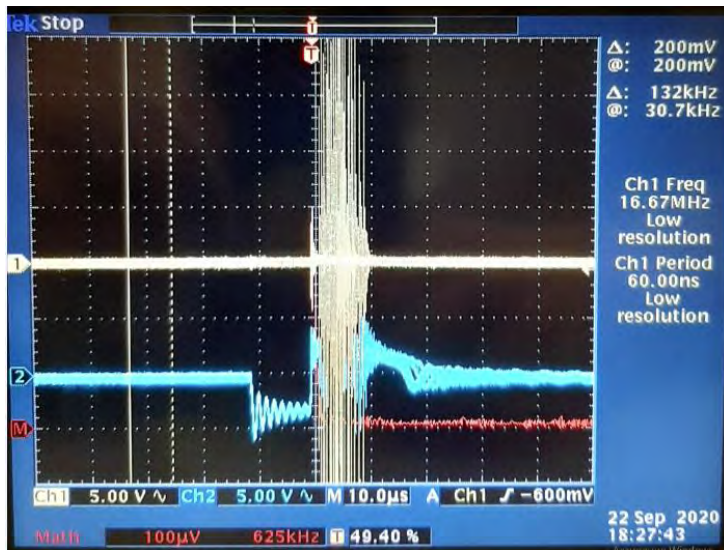


Рис. 4. Зона разрядного промежутка в среде дейтерия на образце палладия

а: «стабильный» разряд,
б: «нестабильный» разряд; видны более интенсивно светящиеся пятна на образце палладия – Горячие точки

Рис. 5. Нестабильный разряд, состоящий из единичного разряда в левой части и совокупности импульсов с амплитудой тока в несколько раз выше:

$I > 20 \text{ А}$ (1), $U \approx 2.5 \text{ кВ}$ (2); $f = 17 \text{ МГц}$

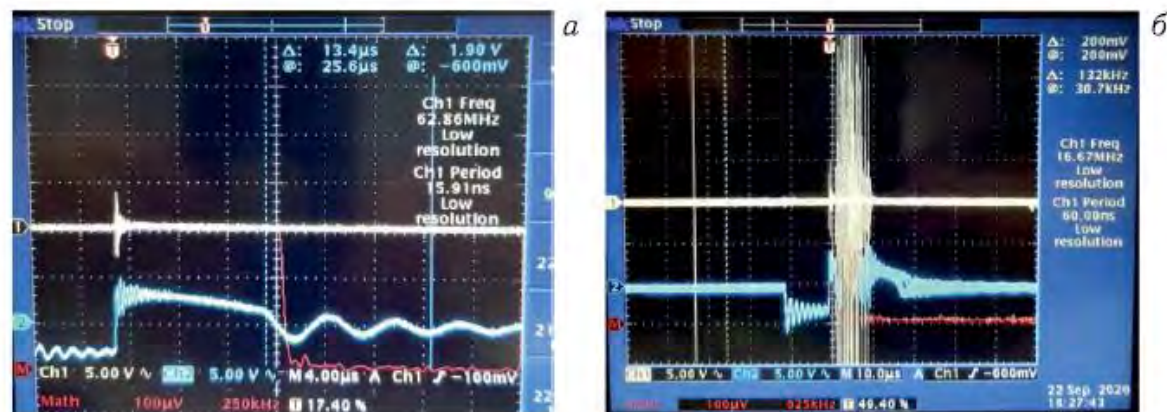


Рис. 5. Импульсные разряды в среде дейтерия с образцом палладия (Pd-D): а) слева — единичный импульс; $I = 4$ А (1), $U \approx 2,5$ кВ (2), $f = 63$ МГц; б) справа — нестабильный разряд, состоящий из единичного разряда в левой части и совокупности импульсов с амплитудой тока в несколько раз выше; $I > 20$ А (1), $U \approx 2,5$ кВ (2); $f = 17$ МГц

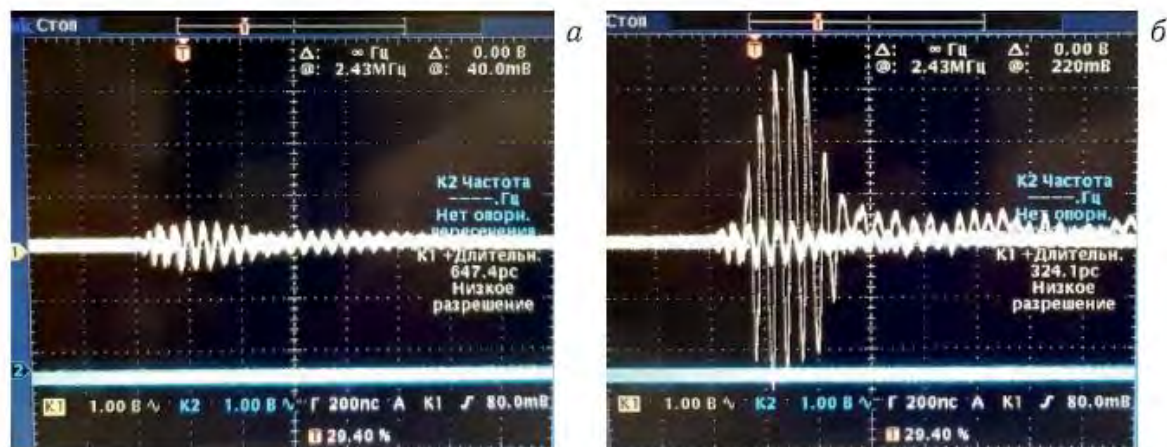
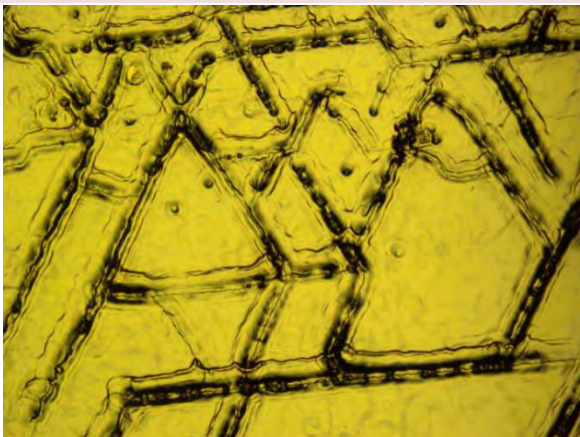


Рис. 6. Импульсный разряд в водороде на образце никеля (Ni-H): а) «стабильный разряд»; $I \approx 0,5$ А, $U \approx 0,5$ кВ, $f = 2,5$ МГц; б) нестабильный разряд — образование (возникновение) дополнительных импульсов большей интенсивности; $I = 0,5-3,5$ А, $U \approx 0,5$ кВ, $f = 1,25$ МГц

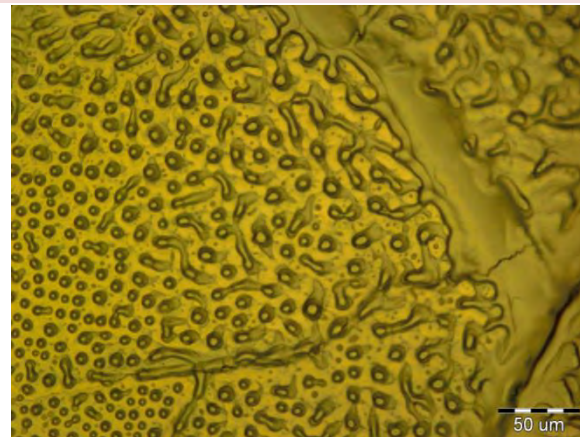
Результаты исследования изменений изотопного и элементного состава вольфрама, происходящих под воздействием потоков D плазмы в импульсных разрядах на установке «Плазменного фокуса», методом ВИМС (вторичной ионной масс-спектрометрии) и сканирующем электронном микроскопе, а также после низкотемпературной плазмы тлеющего разряда .

**Структурные изменения на поверхности вольфрама
после воздействия плазменного фокуса**

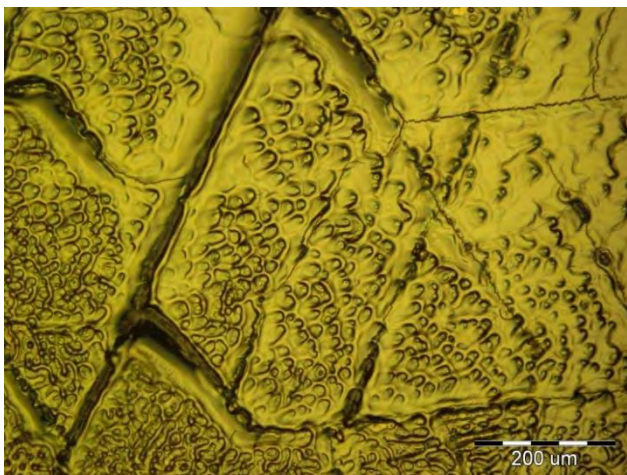
Структура поверхности монокристаллического W после воздействия плазменного фокуса в дейтерии (30 импульсов)



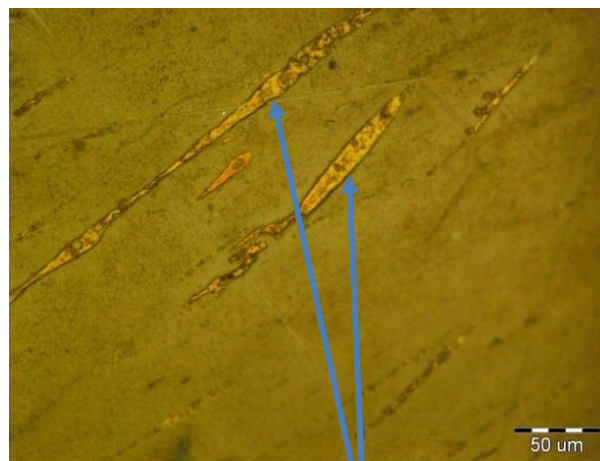
А - Структура переплавленного металла в центральной части монокристалла W с границами субзерен в области ПФ



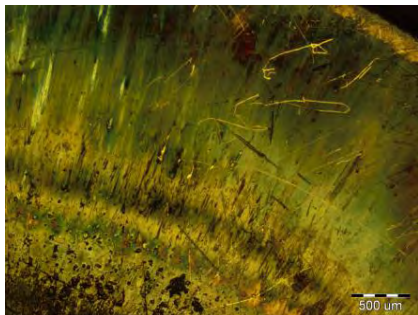
В - Структура монокристалла W в части, удалённой от оси плазменного фокуса на ~ 3-4 мм



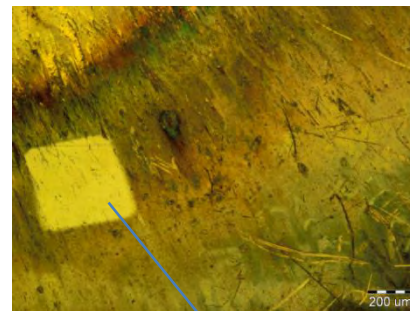
С - Структура W после 30-ти импульсов плазменного фокуса в области между «А» и «В»



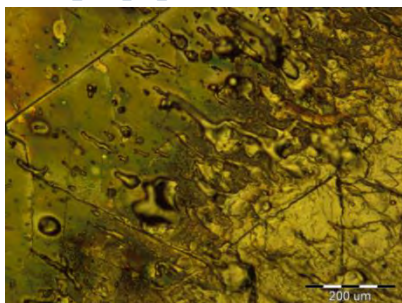
Д - «Выброшенные» из центральной зоны плазменного фокуса сгустки расплавленного W на расстоянии ~ 4 - 6 мм от оси ПФ ($T_{\text{плавл}} = 3422 \text{ C}$, $T_{\text{кипения}} = 5555 \text{ C}$)



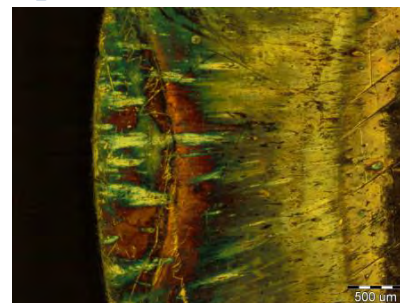
Е - Поверхность монокристаллического W после воздействия плазменного фокуса в дейтерии на периферии 5-6 мм от оси ПФ.



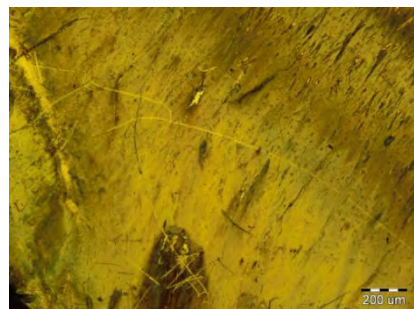
Ф - Светлое квадратное пятно - зона сканирования ВИМС (150x150 мкм²) на чистой от выбросов расплавленного металла поверхности



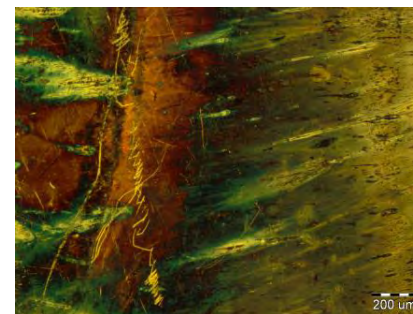
Г – граница с характерными выбросами из области ПФ



Н- периферия с характерными выбросами слева и выраженная структура монокристалла

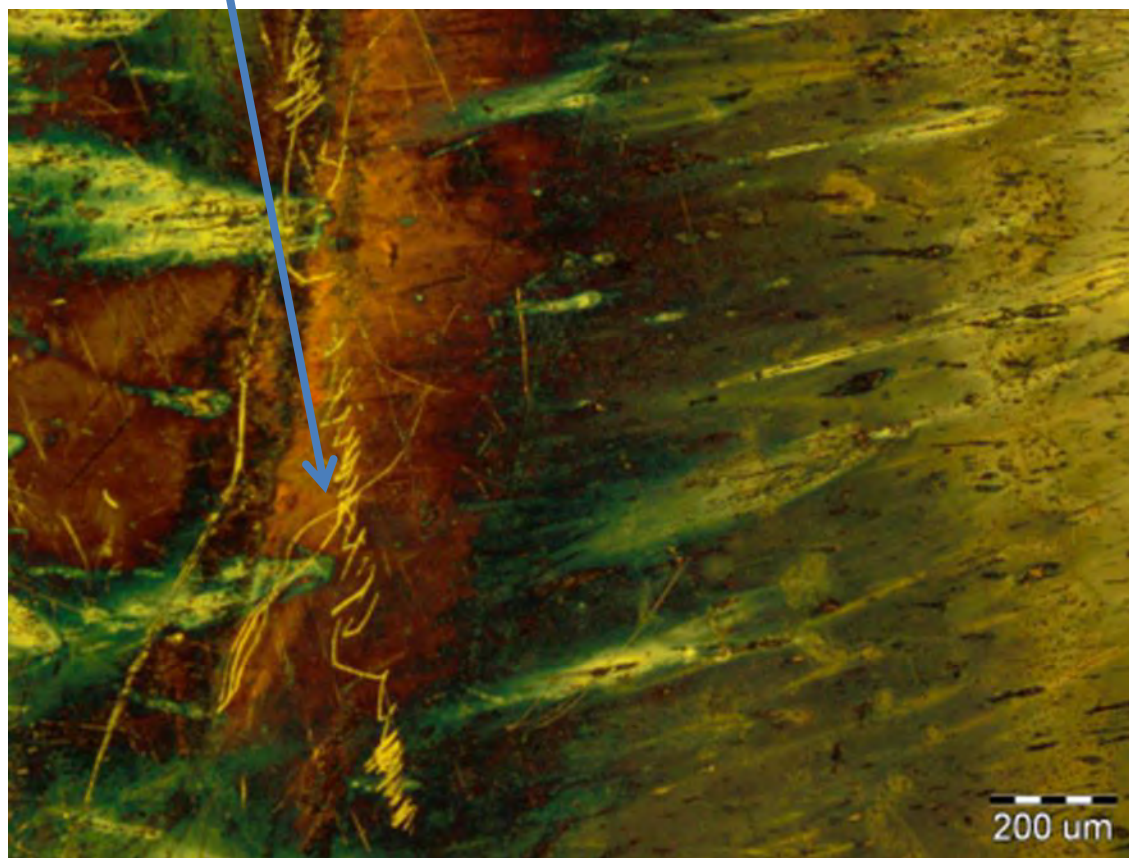


І - периферийная зона с направленными радиальными выбросами вещества из центральной зоны ПФ и следами хаотичного движения частиц



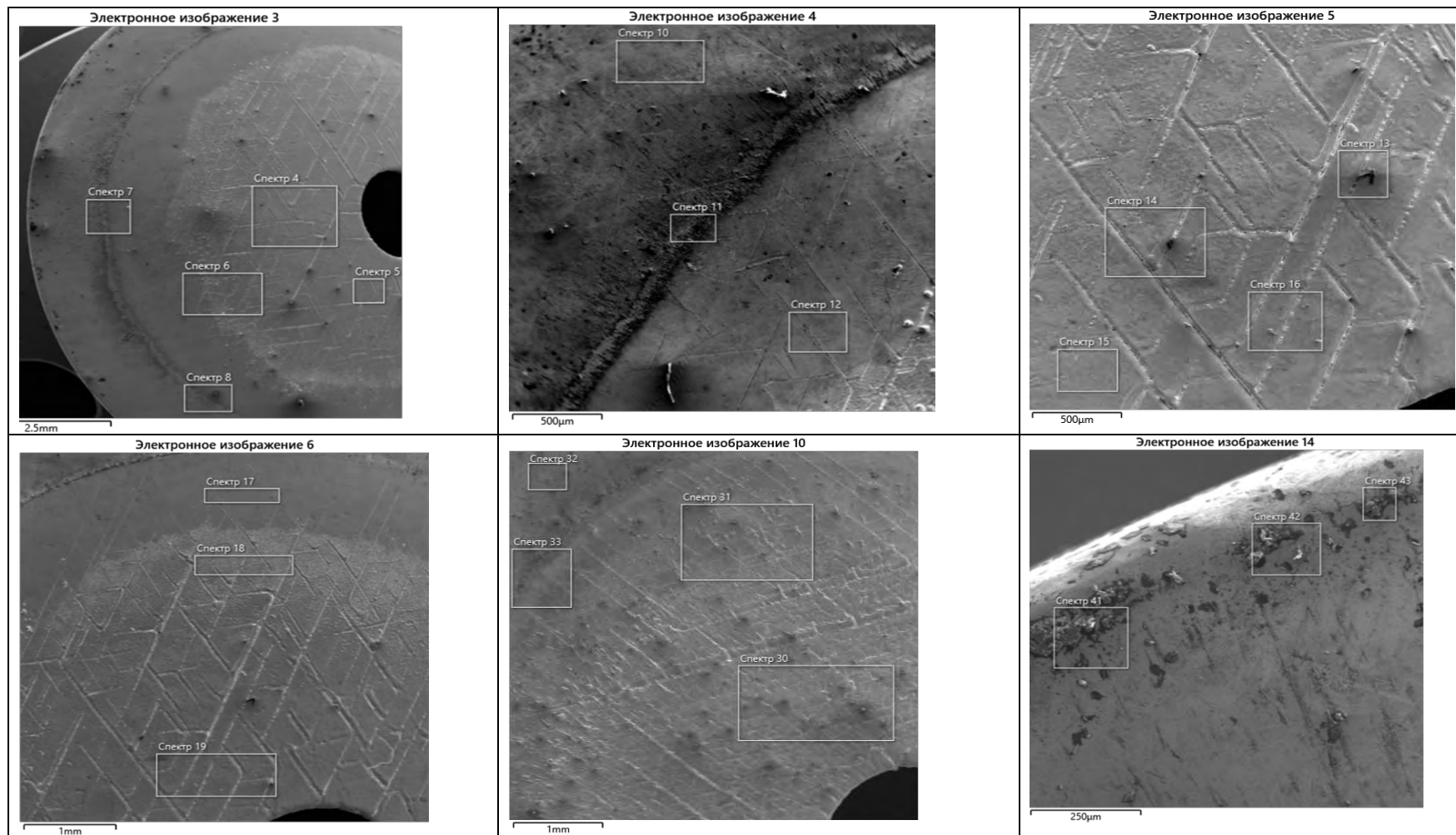
С - периферийная зона с направленными радиальными выбросами вещества из центральной зоны ПФ и следами спиралеобразного движения частиц

На слайдах 14 -15 представлены направленные радиальные выбросы в периферийной и граничной с ПФ областях. Также можно отметить появление следов заряженных частиц с хаотичным движением и спиралеобразными следами вихревых движений частиц токовой оболочки плазменного фокуса в периферийной области, меняющейся в электромагнитных полях



Неоднородность поверхности монокристалла W после импульсного высокоэнергетического воздействия плазменного фокуса объясняет неидентичность содержания элементов при ВИМС анализах

Анализируемые зоны монокристаллического W после экспериментов на установке Плазменного фокуса (ЭДС=ЭДА)



Разные участки мест анализа диаметр пучка ~ 1мкм, глубина анализируемого слоя 2 ± 1 мкм, разрешение 125 эв

2 апреля 2025

Анализ содержания элементов в разных областях монокристаллического W до и после экспериментов в D и H плазме на установке плазменного фокуса с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN Mira3 (результаты 43 спектров ЭДС)

Элемент	Содержание, at. %	Число* спектров	Центр, периферия, граница**
Ca	0,25 ±0,15 (0.12- 0.41)	10	1 центр; 9 периферия
Cd	0,33 ±0, 3 (0.09 0.8)	13	3 центр; 10 периферия
Fe	0,28±0, 2 (0,07-1,98)	9	5 центр; 4 периферия
Sb	0,35	1	периферия
Sm	0.13 ± 0.04	1	периферия
S	0.27± 0.04	2	край
K	0.27- ± 0.07	7	Периферия, граница
Br	0.48±0.25	8	2 центр; 6 периферия
Zn	2.2 ±1.5	12	3 центр; 9 периферия
Na	0.54 ± 0.07	3	край
Cl	0.27 ± 0.04	3	край
C до/ после	30 ± 0.3/ 50±25 ***		
O до/ после	12 ± 1.0/ 10±2***		
W до/ после	58±0.5/ 60±15***		
Cu до/ после	0/ 0.6 - 30***		Деталь конструкции

*Количество зон анализа (спектров), в которых был обнаружен элемент

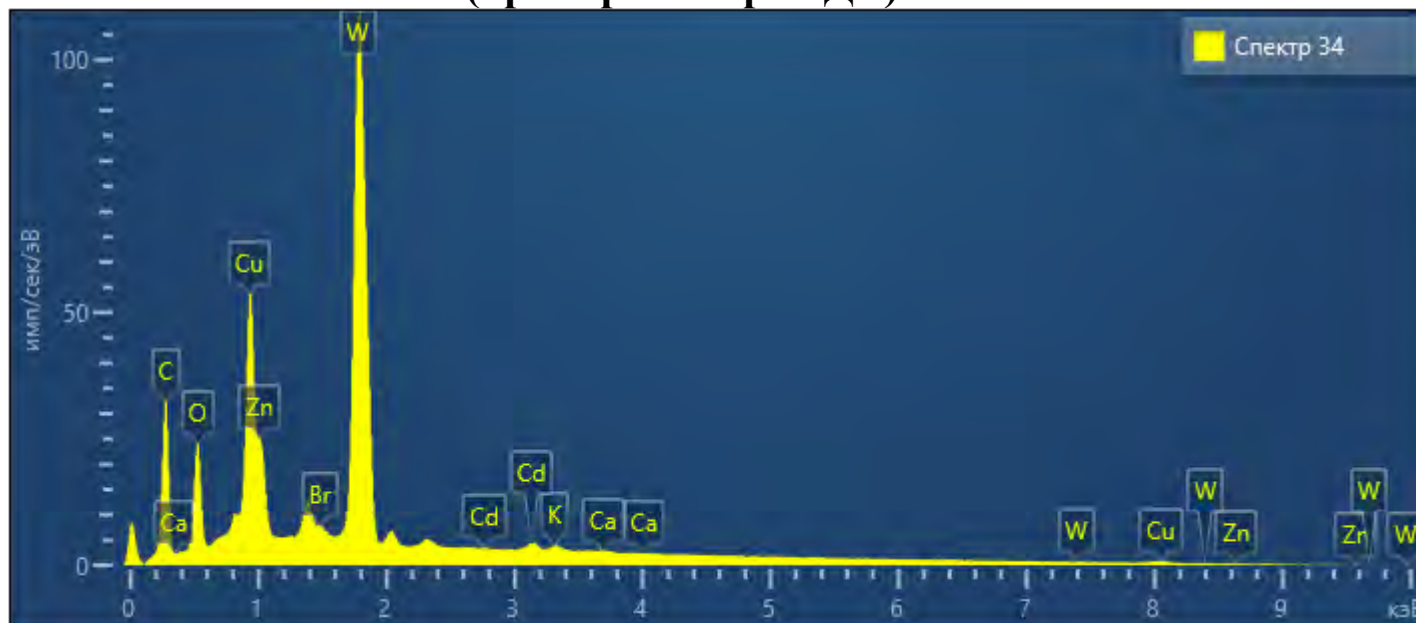
** Область, в которой обнаружен элемент

Содержание элемента **до/ после эксперимента**

***Значения содержания для всех примесных элементов >>> 3σ!!!!

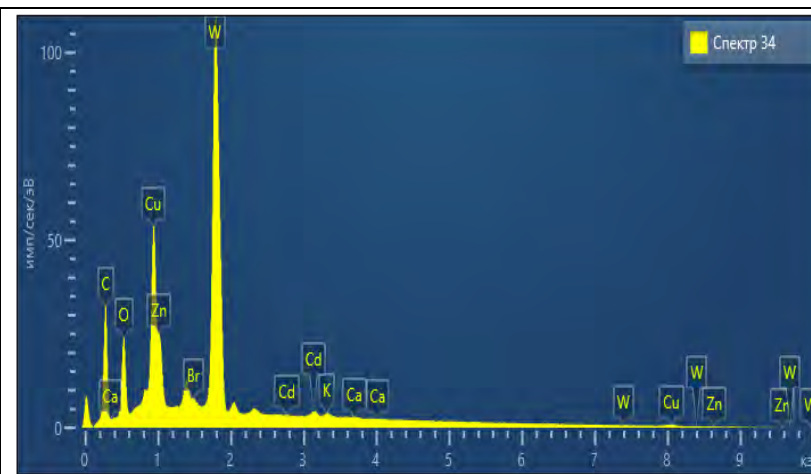
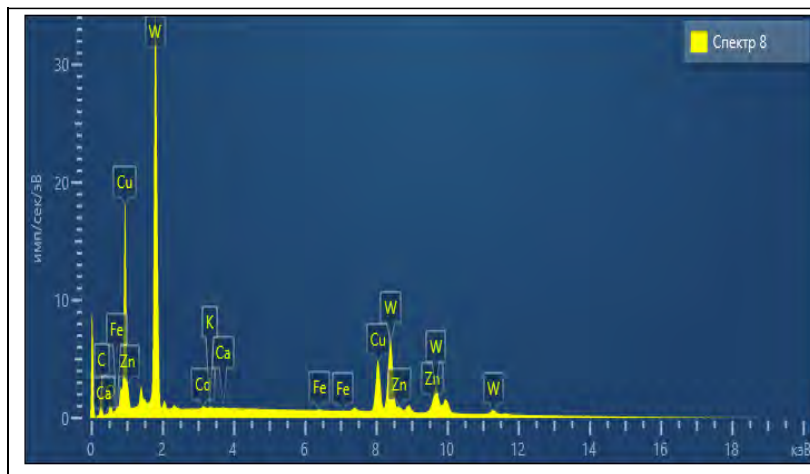
Обращаю внимание на локальность нахождения примесных элементов

На границе плазменного фокуса К, Са, Fe, Cu, Zn, Cd (спектр 34) (пример спектра ЭДА)



Элемент	Тип линии	Вес %	Сигма вес %	Атом. %
C	К-серия	14.94	0.21	53.58
O	К-серия	6.84	0.06	18.42
K	К-серия	0.26	0.04	0.29
Ca	К-серия	0.20	0.04	0.21
Cu	L-серия	14.80	0.11	10.03
Zn	L-серия	5.38	0.08	3.54
Br	L-серия	0.60	0.05	0.32
Cd	L-серия	1.70	0.10	0.65
W	M-серия	55.27	0.19	12.95
		100		100

Примеры спектров ЭДС , полученных на микроскопе TESCAN Mira 3



Были проанализированы 3 образца из монокристаллического вольфрама – исходный до эксперимента и после проведения экспериментов на установке импульсного плазменного фокуса в среде дейтерия W-D. После экспериментов в дейтерии W-D обнаружены примесные элементы **Ca, Cd, Fe, Sb, Sm, S, K, Br**, ранее обнаруженные и методом ВИМС.

Анализ методом ЭДС дал возможность уверенно подтвердить появление примесных элементов, не обнаруженных в монокристаллическом вольфраме, не прошедшем обработку в плазменном фокусе.

Си – материал конструкции необходимо исключить.

На границе и периферии **Br- 0.25-0.81%** в 6-ти спектрах на периферии и 2х в центре, **K-0.21-0.33%** в 7-и спектрах – периферия и граница, **S - в 2х спектрах**, **Sm -1-периферия 0,13%**, **Sb-1-0,35%**, **Cd-13спектров от 0.09 до 0.65% (3 в центре)**, **Zn – в 12 спектрах от 3,87 до 0.84% (3-центр)**, **Fe в 9и спектрах, в центре-5; Ca- в 10-и спектрах- 1 центр;**

Na (0.54±0.07)% и Cl (0.27±0.04) в 3х спектрах на краю

При ЭДС анализе

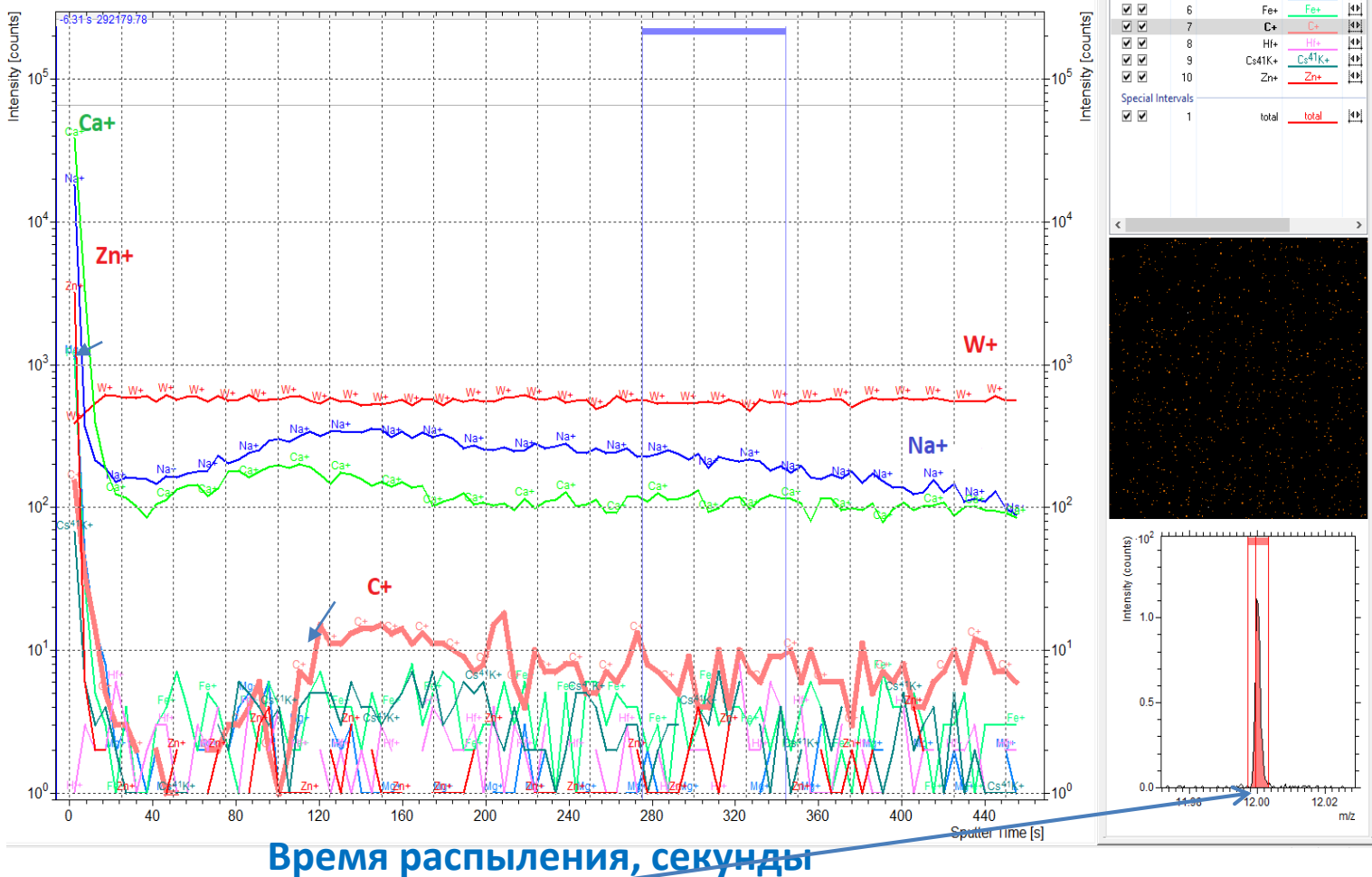
- 1. Для каждого анализируемого элемента в программе имеется эталонный спектр. Сравнение анализируемого и эталонного спектров даёт $\pm\sigma$.**
- 2. Во всех анализируемых спектрах приводимый результат составлял много больше 3 σ .**
- 3. Анализируемый слой равнялся 2 ± 1 мкм**
- 4. Размер анализируемого зонда около 3 мкм в точке или сканирование по поверхности может быть выбрано**
- 5. Разрешение значений по содержанию качественно от 0.1 %**
- 6. Разрешение спектров по энергиям 125 eV**

Методика исследований ВИМС

- Анализ поверхностей монокристаллического вольфрама и поликристаллической вольфрамовой фольги осуществлялся методом масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС) TOF.SIMS 5.
- Масс-спектрометр вторичных ионов TOF.SIMS 5 позволяет получать детальную информацию об изотопном, элементном и молекулярном составе поверхности и в приповерхностных слоях образца.
- Анализ ВИМС осуществлялся при бомбардировке ионами Bi^+ с энергией 30 кэВ. Измерение количества выбиваемых вторичных ионов проводилось в положительно заряженных вторичных ионах.
- При анализе осуществлялось травление образцов пучком ионов Cs с энергией 2 кэВ. Время счета в импульсах в секунду составляло 400 секунд для каждого скана. При этом глубина удаляемого травлением слоя составляла около 1 нанометра в секунду.
- Анализ методом ВИМС проводился после воздействия на поверхность вольфрама дейтериевой плазмы с энергией частиц от 1 кэВ в импульсном режиме продолжительностью импульсов порядка 20 микросекунд за импульс для серии из 30-ти импульсов плотностью частиц $(2-4) \times 10^{17}$ - $(6-8) \times 10^{18} \text{см}^{-3}$.

Спектры отдельных элементов, регистрируемых ВИМС (W монокристалл центр)

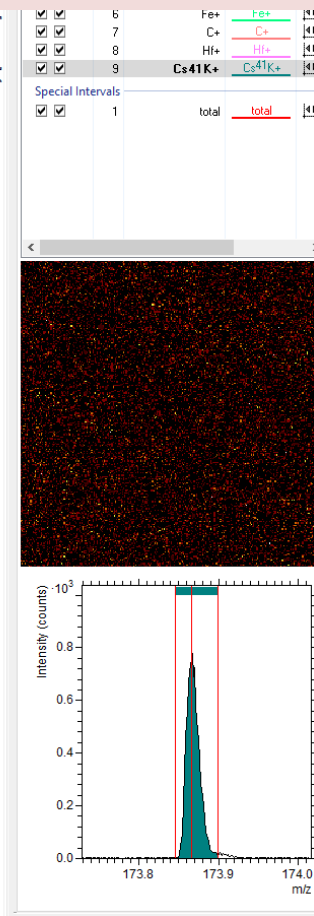
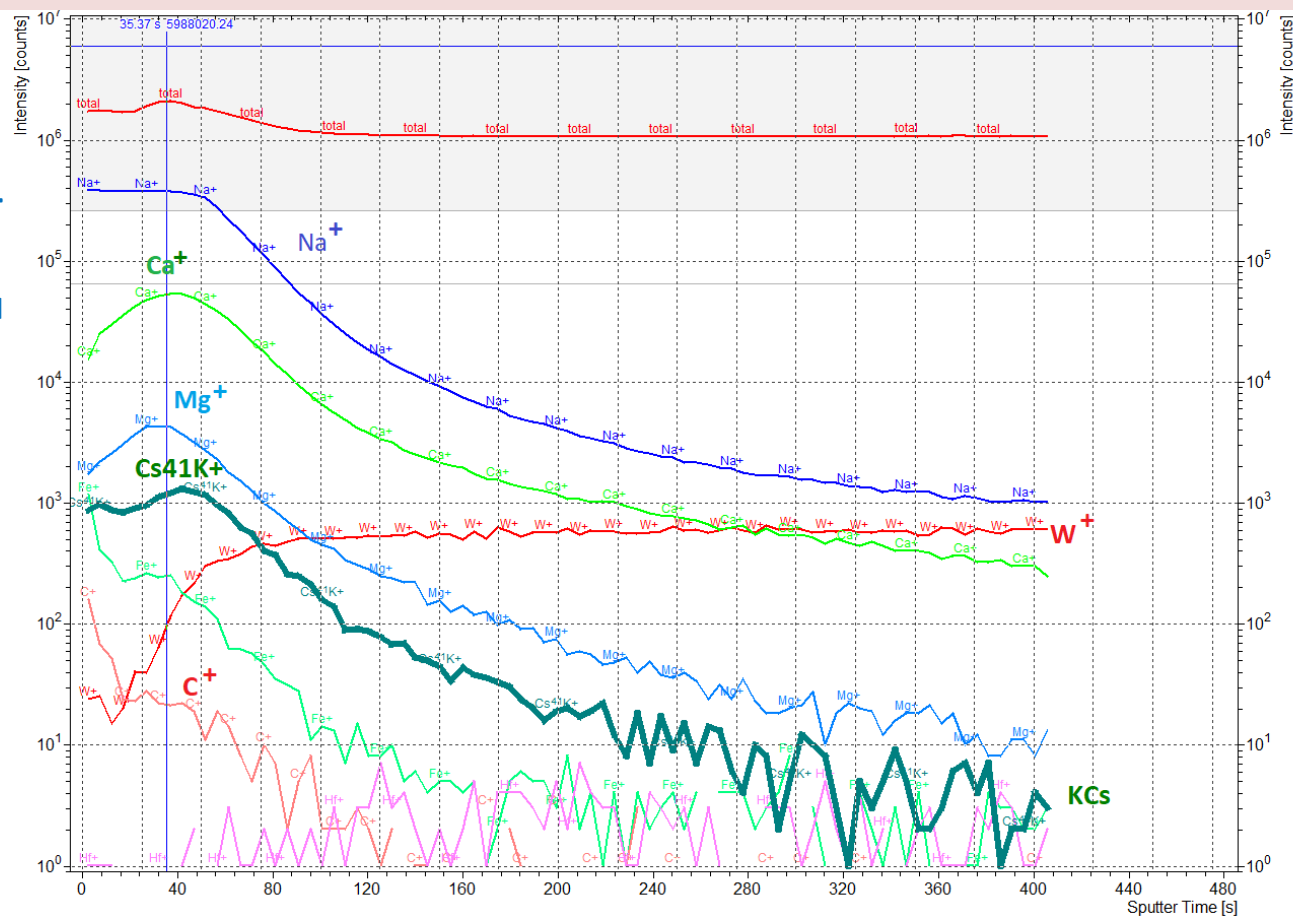
Интенсивность,
импульсы
в сек



На примере изотопа C12 можно видеть безукоризненную идентификацию элементов и изотопов

Спектры отдельных элементов, регистрируемых ВИМС (W монокристалл край)

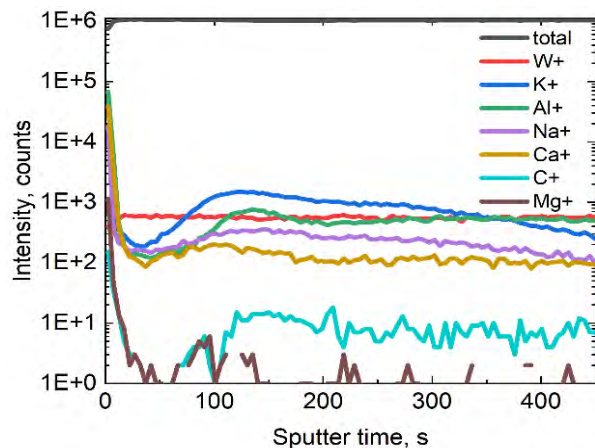
Интенсивность, импульсы в сек



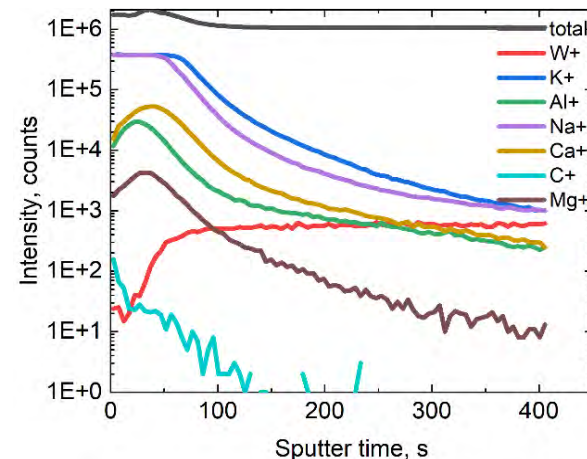
Монокристалл край – можно видеть, что в приповерхностных слоях наблюдается почти на 3 порядка больше натрия, на 2 порядка - Ca, на 1.5 порядка больше магния, калия и даже железа.

Cs133K41 – 174 масса – темнозелёная.

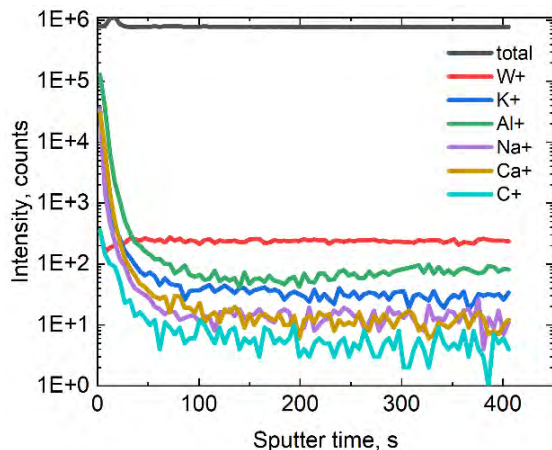
Спектры ВИМС отдельных элементов на поверхности W монокристалл (А, Б) и фольги W поликристалл (В и Г)



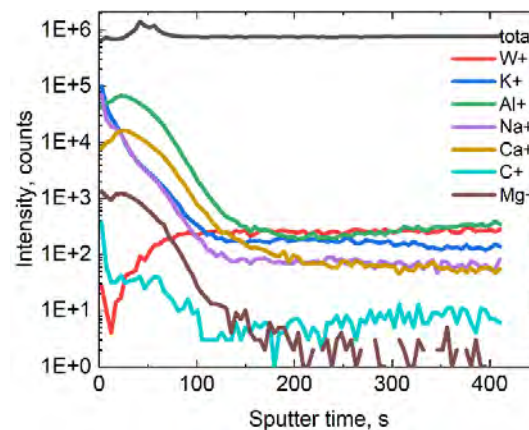
А - W монокристалл - центр ПФ



Б - W монокристалл – периферия ПФ. В приповерхностных слоях наблюдается почти на ~ 3 порядка > Na, на ~ 2 порядка > Ca, на ~ 1.5 порядка > Mg, K и Fe.



В - Фольга W – центральная часть
На поверхности K, Na, Ca ~ 4×10^4 имп/с, на удалении от поверхности на ~ 50 нм < 10^2 имп/с



Г - Фольга W – периферия. На поверхности K, Na, Ca ~ 10^5 имп/с, что на 3 порядка >, чем на удалении от поверхности на 100 нм ~ 10^2 имп/с

1 «Лёгкие» элементы в W после плазменного фокуса в D ВИМС

Элемент	m/z	W моно центр 1	W моно центр 2	W моно Край 1	W моно Край 2	W фольга Центр 1	W фольга Край 1	W фольга Край 2	**< >
1	2	3	4	5	6	7	8	9	
H	0.99	1186	1020	5040	16 924	545	7124	2565	
Li6 7,5%	6.07	278	228	1359	1543	263	6876	379	
Li7 92,5%	6.95	763	1322	<u>13 362</u>	<u>14 754</u>	1190	<u>75 482</u>	3066	>10-70 край
C12	11.96	1003	2098	798	1704	1407	2159	1454	
O16	16.04	478	680	3533	6274	362	4389	1103	
Na23	22.99	39297	49986	<u>5 641 388</u>	<u>3 547 031</u>	38713	<u>4 252 542</u>	194540	>100 Край
Mg 26	26.01	692	1315	7973	10 972	782	4382	2398	>Край 5-7раз
<u>K39 93,3%</u>	<u>39.12</u>	88545	69289	<u>7 035 144</u>	<u>5 530 286</u>	43231	<u>6 855 759</u>	264 414	>100 Край *
<u>Ca40 97%</u>	<u>39.89</u>	53 878	192 033	<u>723272</u>	<u>1 522 747</u>	42 392	381 152	178 970	
<u>K41 6,7%</u>	41.05	11 095	7431	<u>1 006 832</u>	439 819	5702	548 696	22829	*
Ca44 2%	43.82	4498	4681	19 011	34 274	1833	10 132	4929	
2 Na23 46	45.85	1675	421	51 104	10 253	575	18787	771	

***Калия нет ни в каких элементах конструкции, но миллионы импульсов регистрируются**

На краях образцов монокристаллического W и фольги W в зоне «экранированной» и на периферии плазменного фокуса в 10-20 раз больше появление более «лёгких» элементов, чем по центру пучка. Т.е., либо они также образуются, но меньше распыляются и «выбрасываются», либо энергетические условия в этих периферийных областях более предпочтительны для их образования. Структурные изменения, иллюстрирующие эти факты, можно видеть на слайдах **13-15

Li –увеличение содержания на периферии в 10 раз в W моно и до 70 раз в W поли в фольге.

2. Содержание изотопов-элементов (интенсивность импульсов в секунду) после экспериментов на установке Плазменный фокус в монокристаллическом W в D методом ВИМС, коррелирующие с СЭМ данными.

Элемент	Масса изотопа	Значение масс ВИМС*	Содержание изотопа в %	W центр-1	Wцентр-2	W край-1	Wкрай-2	комплексы
Na	23	22.99	100	39297	49986	5 641388	3 547031	
Al	27	26.94		130224	550494	347465	1 224254	
K	39	39.12	93,3	88545	69289	7 035144	5 530286	
Ca	40	39.89	97	53878	192033	723272	1 522747	
Ca	44	43.82	2	4498	4681	19011	34274	
Fe	56	55,81	91,7	6395	7111	32785	52156	Fe-4000 CaO-28000
Zn	64	64±0.2	48	7534	1664	9894	9266	
Zn	66	66 ±0.25	28	4861	1298	4794	6620	
Zn	67	67 ±0.25	4	5094	1752	5330	5034	
Zn	68	68 ±0.25	19	6131	1264	4840	4280	
Br	79	79.12	50,7	35824	4995	39352	15395	
Br	81	81 ±0.25	49,3	128591	16521	135847	42157	KCa
Sb	121	120.93	57	9328	3923	7803	10075	
Sm	152	152.14	26,7	1073	7772	1507	35793	
Sm	153	154 ±0.5	22,2	2148	7200	1660	16931	
Cd	112	112 ±0.25	24,1	19218	3778	16803	10657	
Cd	114	114 ±0.33	28,7	31598	4249	43377	19392	

*Значения масс, при котором регистрировалась интенсивность в секунду

Cd, Sm, Sb, Br, Zn, Fe, Ca, K, Na, Al – фиксируются методами ВИМС и ЭДА

Факты, на которые следует обратить внимание (ВИМС)

1. Li7 до **15000** импульсов (ионов) в секунду в монокристалле **W** и до **75000** импульсов (ионов) в **W фольге** в зоне, удалённой от центра плазменного фокуса-периферийной и «экранированной» **на краях W** образцов в 5 раз больше.
2. На краях образцов монокристаллического **W** и фольги **W** в «экранированной» зоне на периферии плазменного фокуса появляется в **10-20-100 раз больше более «лёгких» элементов, чем по центру фокуса**. Т.е., либо они также образуются, но меньше распыляются и «выбрасываются», либо энергетические условия в этих периферийных областях более предпочтительны для их образования.
3. С **K** наблюдается аналогичный результат: **в центре образцов W монокристалла содержание калия K39 составляет десятки тысяч импульсов ~ (70 - 90) тысяч, а на периферийных участках по ~ (5 – 7) миллионов импульсов, т.е. в ~100 раз больше**, для **W фольги** результат сравнения центральной зоны воздействия плазменного фокуса и периферии повторяется. Для **K41** также сохраняется кратность увеличения содержания этого изотопа в зоне, удалённой от центра. **Калий отсутствует в элементах конструкции!!!**
Но на ВИМС регистрируются миллионы импульсов (ионов)!!!

4. **Na**-по центру плазменного фокуса ~ 40-50 тысяч импульсов по центру **W** монокристалла и фольги, а на периферии в экранированной зоне ~ 3 - 5 миллионов импульсов, т.е. > в 75 ~100 раз.
5. Для изотопа **Ca40** в центре воздействия ПФ интенсивность регистрации количества ионов составляла (~ 50~19) тысяч импульсов, а на периферии ~ 700 т.имп ~1,5 миллиона имп. (в ~30-35 раз>).
6. **Mg** - изменения по зонам анализа ~ 3-5 раз, регистрируемое при анализе содержание этого элемента в ~ 50 раз меньше, чем **Na**, а в керамических изоляторах- элементах конструкции содержание **Mg** в 6 раз больше, чем **Na**. Т.е.нельзя объяснить появление **Mg** напылением элемента из деталей установки .
- 7.Исследование изменений изотопного и элементного состава **W** под воздействием потоков **D** плазмы методом (ВИМС) на моно- и поликристаллическом **W** показало зависимость количества появления легких элементов (**Li**, **Na**, **K**, **Ca**, **Mg**) от энергии ионов **D**: - в зоне формирования ПФ после 30-ти импульсов с плотностью частиц $J = (6-8) \times 10^{18} \text{см}^{-3}$ и плотностью $J = (2-4) \times 10^{17} \text{см}^{-3}$ **на периферийной и экранированной зонах, где энергия ионов снижается до единиц эВ (5 -7 эВ), - б'ольшая интенсивность регистрации лёгких элементов на порядок и более по сравнению с центром ПФ (миллионы импульсов по сравнению с тысячами).** Различие в количестве образующихся лёгких элементов в центре и на периферии объясняется как различием энергетического воздействия, так и более активным распылением и выбросом материала в центре ПФ.

К обсуждению результатов

Были проанализированы 3 образца из монокристаллического вольфрама – исходный до эксперимента и 2 после проведения экспериментов на установке импульсного плазменного фокуса в среде дейтерия W в D плазме.

После экспериментов с W-D регистрируются методами ЭДА и ВИМС следующие примесные элементы K, Ca, Cd, Fe, Sb, Sm, Br, Zn, не обнаруживаемые до экспериментов в монокристаллическом W.

Li и Mg ЭДА не обнаруживает, а ВИМС регистрирует

***Значения содержания для всех примесных элементов >>> 3σ !!!!**

Анализ методом ЭДА дал возможность уверенно подтвердить:

- появление примесных элементов, не обнаруженных в монокристаллическом вольфраме, не прошедшем обработку в плазменном фокусе.
- локальность распределения образующихся элементов по поверхности примесных элементов

Обсуждение результатов

В процессе исследований воздействия потоков дейтериевой плазмы на вольфрам методами ВИМС и ЭДА обнаружилось, что максимальные эффекты регистрации изотопов наблюдались в области «растекающейся» холодной плазмы, находящейся на периферийной части образцов на расстоянии 5-6 мм от оси Плазменного Фокуса.

Обнаружено увеличение концентрации легких элементов с массой менее массы матричного материала W (Li, Na, K, Ca, Mg) в экранированной и периферийной областях образцов монокристаллического и поликристаллического W от 5 до 100 крат для различных элементов.

Причём, в периферийной и экранированной областях анализируемых образцов регистрируются до миллионов импульсов (ионов) по сравнению с тысячами в центральной области. То есть существенное увеличение концентрации изотопов с массой меньше массы матричного материала W наблюдается в областях, удалённых от оси установки - центра ПФ, где их распыление и «выброс» ударной плазменной волной меньше или не происходит совсем.

Т.е. наблюдаются процессы распада.

Масс-спектрометрический элементный и изотопный анализ.

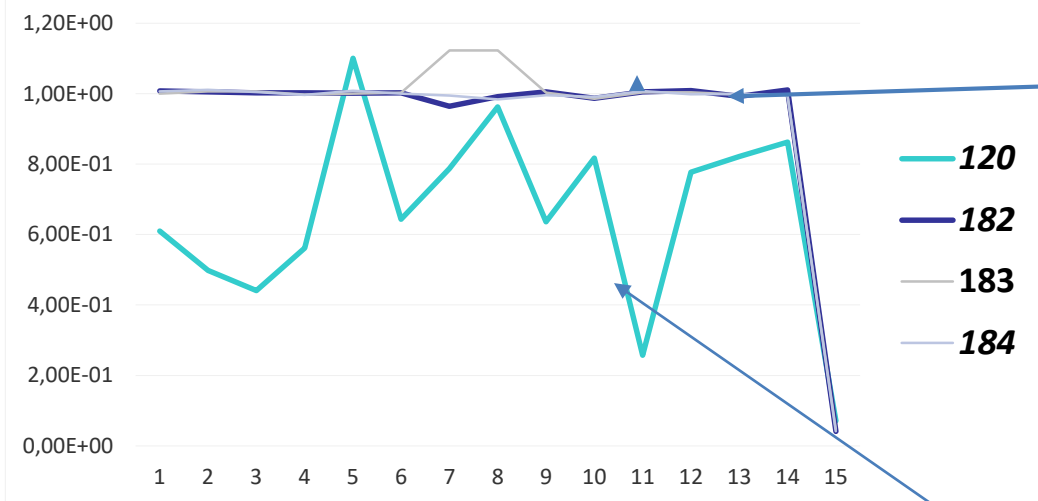
Для проведения масс-спектрометрического анализа состава приповерхностных слоев Pd- и Ni-катодов, исходных и прошедших плазменную обработку, использовался ICP масс-спектрометр для изотопного и элементного анализа ELAN DRC-e (Perkin Elmer, Канада) с установкой лазерной абляции UP-213 (New Wave Research, США).

Масс-спектрометрия с источником ионов в виде индуктивно связанной аргоновой плазмы (ICP-MS) признана наиболее универсальным методом анализа элементного и изотопного состава вещества и применяется в качестве быстрого, эффективного и высокочувствительного метода количественного одновременного определения многих элементов в широком диапазоне концентраций. При лазерном сканировании выбранного участка поверхности образца и абляции материала формируется плазма, содержащая аэрозольные частицы с компонентами распыляемого металла, которые захватываются потоком аргона и направляются в горелку ICP. Температура плазмы составляет 6000–8000 °C. Там происходит контролируемая ионизация такой «пробы», а далее свободные ионы пробы разделяются по соотношениям m_i/Z_i , где Z_i — кратность ионизации иона и величина элементарного заряда соответственно, а m_i — масса иона i , и детектируются. При этом используется двухрежимный (счетный и аналоговый) детектор с автоматическим выбором режима работы с рабочим линейным диапазоном более 9 порядков. Фактически на выходе даются таблицы чисел импульсов в секунду, фиксируемых для каждого из определяемых (по задаваемой программе) «массовых чисел» — отношений m_i/Z_i . Возникающие в случаях $Z_i = 1$ проблемы решаются в каждом случае отдельно. Диапазон анализируемых масс 5–260 а. е. м., разрешающая способность 0,3–0,7 а. е. м. (в диапазоне 5–260 а. е. м.), точность измерения изотопных отношений 0,08 %. Область сканирования 6 × 2 мм для Pd-образца и 3 × 1 мм для Ni-образца.

Для снижения возможного влияния эффекта фракционирования изотопов мы использовали до 15 последовательно получаемых при абляции проб с каждого выбранного участка. При этом измерялся фон (без абляции), который при анализе вычитался. Количество измеряемых импульсов, относящееся к массе, которая связывается с i -м изотопом элемента q , суммируется по всем 15 последовательным измерениям, и в дальнейшем анализируются именно эти суммарные величины Nq_i как количественные характеристики общего числа данного изотопа каждого конкретного элемента, входящего в состав исследуемого образца.

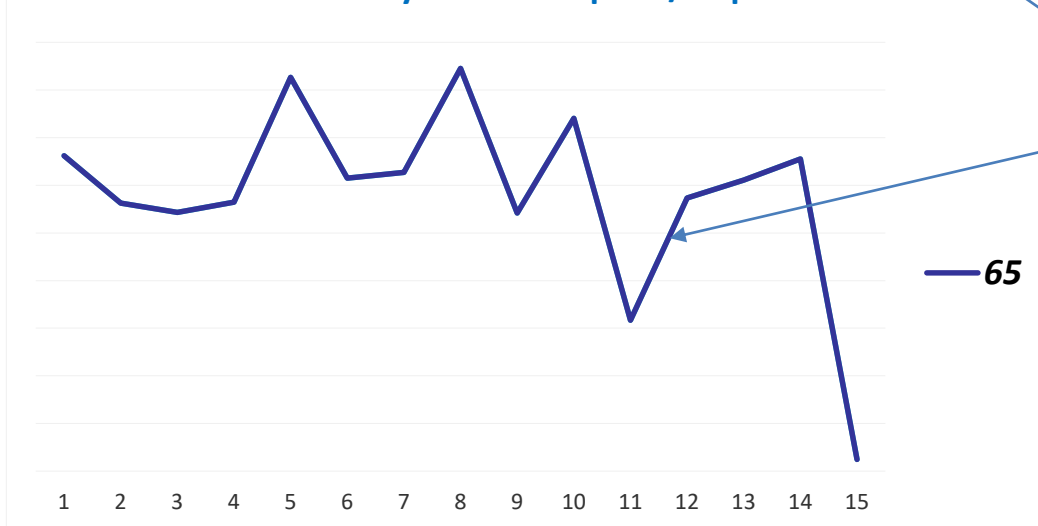
Соотношение изотопов Sn и Cu на облученной и необлучённой стороне W – тлеющий разряд в Дейтерии 200 часов (ICP масс-спектрометр)

Sn в W Облучённая сторона/Обратная



1. Соотношение изотопов W на облученной и необлучённой стороне, равное 1, свидетельствует о неизменности изотопных соотношений вольфрама

Cu в W Облучённая сторона/Обратная



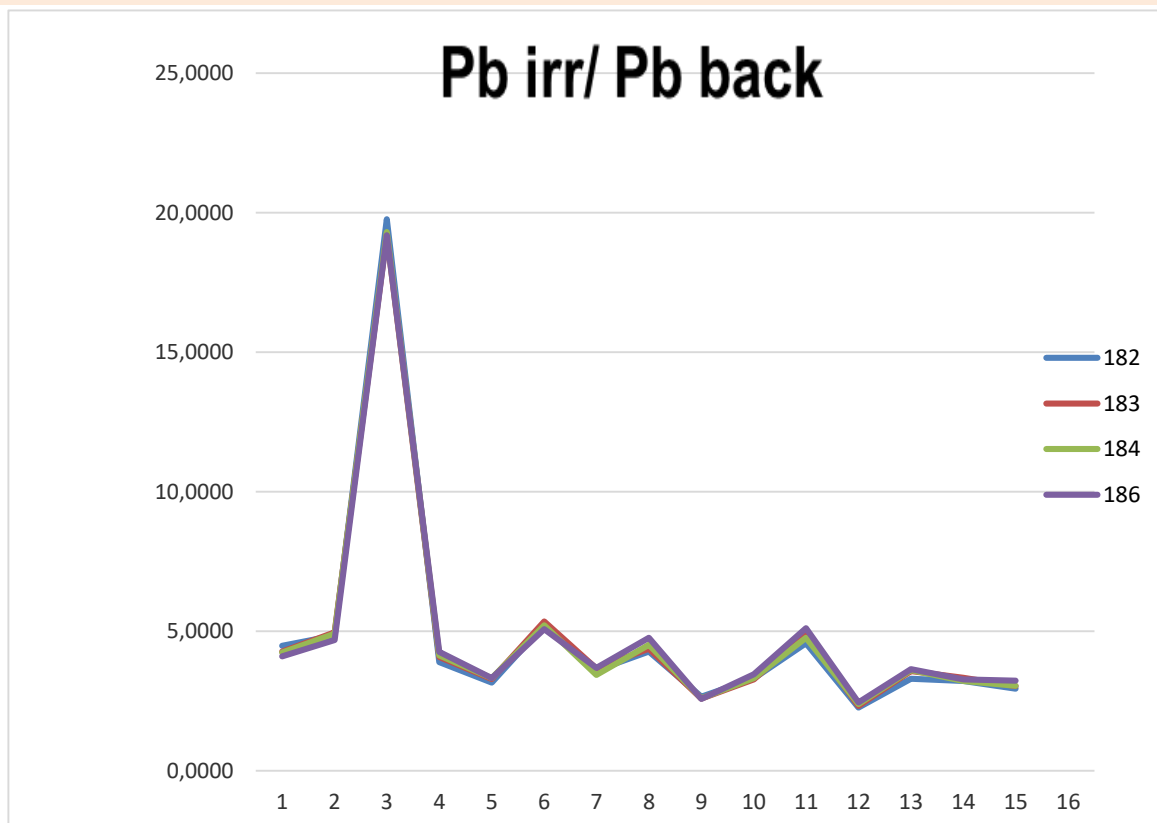
2. Корреляция изменений в сканах масс 120 и 65 позволяют видеть, что Sn и Cu образуются в тех же локальных точках. Как происходят такие превращения ещё предстоит разобраться, что бы объяснить распад W

Отношения нормированных интенсивностей изотопов в Pb на облучённой дейтерием в тлеющем разряде и обратной сторонах - Pb irr/ Pb back – анализ ИСП МС

Элемент	Al	Cr	Fe	Fe	Zn	Cu	Cu	W	W	W	W	Mn	Pb	Pb	Pb	Pb
Изотоп	27	52	57	56	64	65	63	182	183	184	186	55	206	204	207	208
1	2,0	1,1	0,6	0,6	2,6	2,1	1,8	4,5	4,3	4,2	4,1	0,8	1,0	1,0	1,0	1,0
2	2,6	1,1	1,2	1,1	2,1	2,1	2,0	4,8	5,0	4,9	4,7	0,9	1,0	1,0	1,0	1,0
3	13,8	5,2	3,3	3,3	7,2	8,6	8,4	19,8	19,2	19,3	19,2	4,6	3,8	3,8	3,8	0,6
4	3,6	1,8	0,8	0,8	1,8	1,6	1,8	3,9	4,1	4,1	4,3	1,3	1,0	0,8	1,0	1,0
5	2,8	1,4	0,8	0,8	1,7	1,9	1,8	3,2	3,3	3,3	3,3	1,1	1,0	0,9	1,0	1,0
6	2,8	1,5	0,9	0,7	1,8	2,1	2,1	5,2	5,4	5,2	5,1	1,2	1,0	0,9	1,0	1,0
7	2,5	1,4	0,6	0,5	1,7	1,7	1,8	3,6	3,7	3,4	3,7	0,9	1,0	1,0	1,0	1,0
8	2,8	1,3	0,7	0,7	1,6	1,8	1,7	4,3	4,4	4,5	4,8	1,1	1,0	1,0	1,0	1,0
9	3,1	1,2	0,7	0,6	1,6	1,6	1,6	2,7	2,6	2,6	2,6	0,8	1,0	1,0	1,0	1,0
10	2,9	1,5	0,7	0,7	1,7	1,8	1,8	3,3	3,3	3,3	3,5	1,0	1,0	0,9	1,0	1,0
11	2,7	1,2	0,7	0,6	1,9	1,8	2,0	4,6	4,9	4,8	5,1	0,9	1,0	0,9	1,0	1,0
12	2,4	1,1	0,8	0,6	1,5	1,5	1,5	2,3	2,3	2,4	2,4	0,7	1,0	1,1	1,0	1,0
13	3,1	1,2	0,7	0,6	1,6	1,7	1,6	3,3	3,6	3,6	3,6	0,8	1,0	1,0	1,0	1,0
14	3,1	1,2	0,7	0,6	1,7	1,6	1,8	3,2	3,3	3,2	3,3	0,9	1,0	0,9	1,0	1,0
15	2,2	1,1	0,8	0,8	2,2	1,7	1,6	2,9	3,0	3,1	3,2	0,8	1,0	1,1	1,0	1,0
средн	3,5	1,5	0,9	0,9	2,2	2,3	2,2	4,8	4,8	4,8	4,9	1,2	1,2	1,1	1,2	1,0
отн ско																
%	82,6	66,2	71,7	79,0	64,9	78	77,2	89	84,6	85,37	83	80,9	60,9	64,2	59,9	10,8

S и Si содержатся как примеси в Ar. В каждом измерении состав плазмообразующего газа вычитается из анализируемого спектра

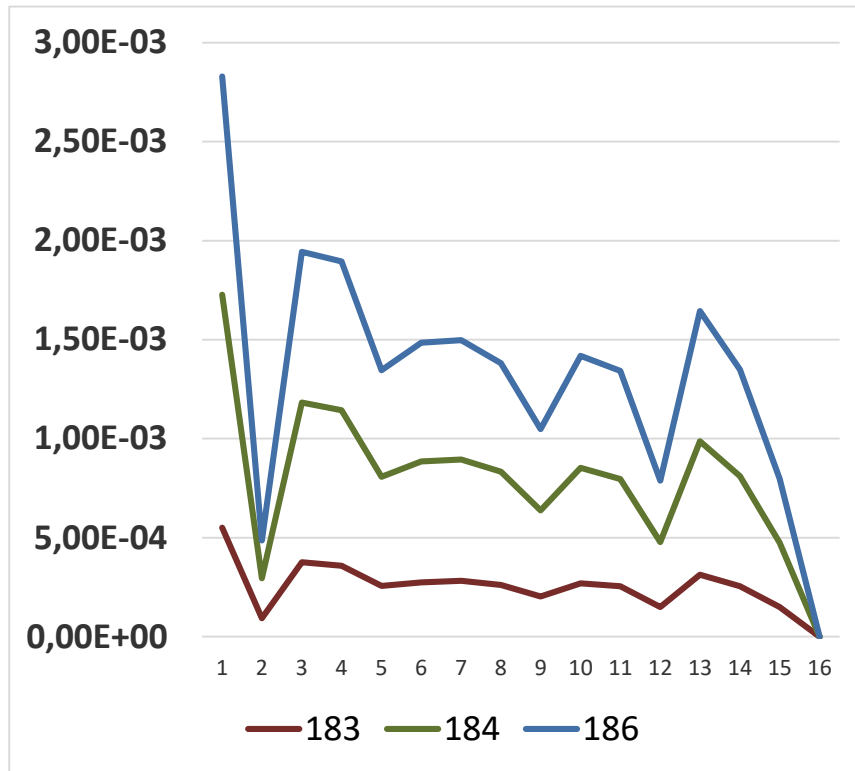
Отношения нормированных интенсивностей изотопов W в Pb на облучённой и обратной сторонах после облучения в тлеющем разряде в дейтериевой плазме (Pb irr/ Pb back) ИСП МС



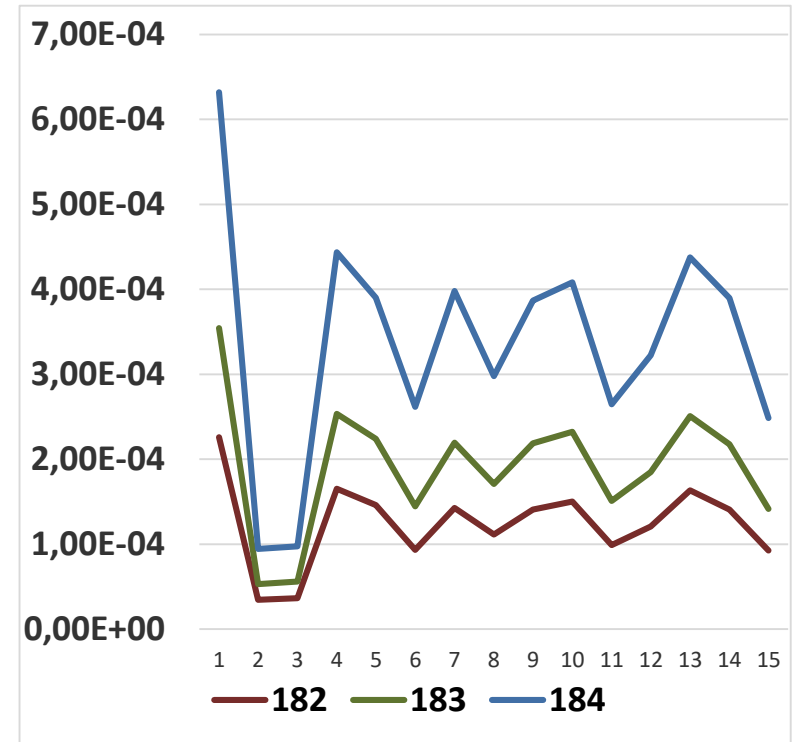
Номер скана ИСП МС анализ

Смысл графика – на облучённой стороне Pb в 5 раз больше вольфрама, что можно видеть в таблице

W в Pb на облучённой стороне (ИСП)



W в Pb на обратной стороне (ИСП)



Содержание W в Pb на облучённой и обратной сторонах в относительных единицах - наглядное отличие в 5 раз

Заключение

Группы элементов, регистрируемых в разных экспериментах с W разными методами анализа, разнообразны K, Ca, Cd, Fe, Sb, Sm, Br, Zn (ЭДА и ВИМС)

ВИМС позволяет выявлять ещё дополнительные элементы, лежащие за пределами чувствительности ЭДА. Например, методом ВИМС фиксируются небольшие количества Rh, Ru, Te, Pd в W.

Исследования ещё не закончены, и требуют внимания для дальнейшего расследования процессов, зависимостей и нюансов. Точку ставить рано. И хотелось бы продолжить эти исследования для выявления механизма процесса превращений.

Эксперименты с Pb показали возможность превращения Pb в W в условиях воздействия плазмы тлеющего разряда (ТР) [].

Эксперименты с Pd показали возможность превращения примесных элементов Pt и Pb в W [].

Это может свидетельствовать о протекании разнообразных процессов по различным механизмам, как было показано ранее (ISCF-8) - смена условий проведения экспериментов показывает, что могут работать различные механизмы.

Природа едина. LENR проявляется в большинстве применяемых экспериментаторами методов. Особенности, конечно, существенны.

Выводы

Фиксируемое повышение содержания легких атомов есть следствие возможных ядерно-химических реакций [3, 4, 5,], инициируемых при воздействии импульсных плазменных потоков на катод установки плазменного фокуса.

Для конкретизации таких процессов требуются последующие углублённые исследования по выявлению ядер более тяжелых масс, образующихся в исследуемых процессах.

Основной результат данной работы – подтверждение базовой идеи [3, 4, 5,] об определяющей роли неравновесных электронов с кинетической энергией $\sim 3\text{--}5$ эВ в инициировании этих процессов.

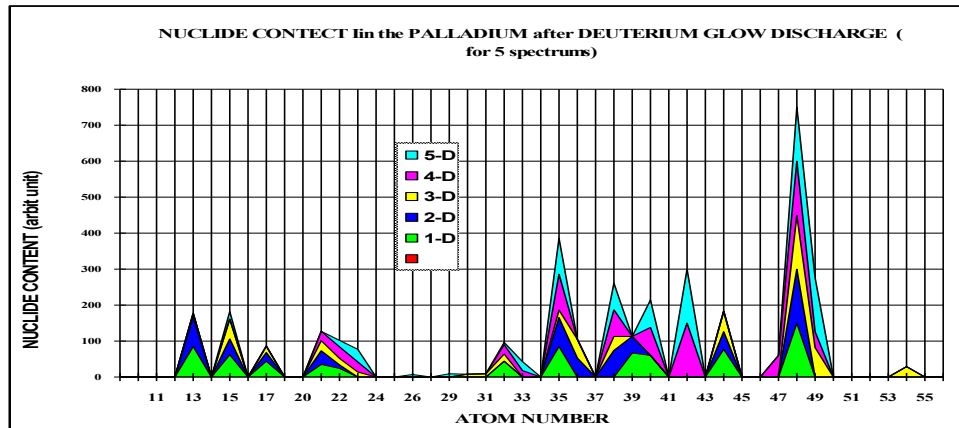
Литература

1. Башутин О.А., Сидоров П.П., Козловский К.И., Салахутдинов Г.Х. Излучательные характеристики плазменного фокуса ПФМ-72м // В книге: Лазерные, плазменные исследования и технологии ЛаПлаз-2024. Сборник научных трудов X Международной конференции. Москва, 2024. С. 204
2. Вихрев В.В. // Журнал Физика плазмы. 1977. Т. 3. С. 981
3. Современные методы диагностики плазмы и их применение: сборник тезисов докладов XIV конференции. Москва, 10–12 декабря 2024 г. [Электронный ресурс]. М.: НИЯУ МИФИ, 2024. – 184 с.
3. С.Ф. Тимашев, И.Б. Савватимова, С.С. Потешин, С.М. Рындя, Н.И. Каргин. Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2022, Т.53. Вып.1 с.110. <https://doi.org/10.1134/S1063779622010051>
4. С.Ф. Тимашев, И.Б. Савватимова, С.С. Потешин, С.М. Рындя, Н.И. Каргин. Инициирование искусственной радиоактивности примесных элементов в свинцовом катоде в условиях тлеющего разряда. ЖФХ, 2023, т. 97, №7, с. 915-924
5. Timashev S.F. Non-Nucleon Metastable Excitations in Nuclear Matter and e– Catalysis As a QuarkCumulative Mechanism for Initiating Low-Energy Nuclear Chemical Processes: Phenomenology. Russ. J. Phys. Chem. A, 2024. Vol. 98, No. 6, pp. 1147–1152; ArXiv_2406.10293v
6. Karabut A.B., Kuchеров Ya.R., Savvatimova I.B. "Nuclear product ratio for glow discharge in deuterium". **Physics Letters A**, 170, 265-272 (1992).
7. Savvatimova, Ya.Kuchеров and A. Karabut, "Cathode Material Change after Deuterium Glow Discharge Experiments, “**Transaction of Fusion Technology** “ (December 1994); v.26, number 4T(1994), pp. 389-394.
8. A.B. Karabut, Ya.R. Kuchеров, I.B. Savvatimova The Investigation Of Deuterium Nuclei Fusion At Glow Discharge Cathode “ **Fusion Technology** Vol.20 Dec.1991 (P.924-928)
9. Savvatimova I.B., Korolev V.Ul. Comparative analysis of heat effect in various cathode materials exposed to glow discharge. ICCF7, Canada, 1998, p18
10. J. Dash, I. Savvatimova, S. Frantz, and F. Weis, “**Effects of Glow Discharge with Hydrogen Isotope Plasmas on Radioactivity of Uranium**” (ICCF9), 2002, China
11. Savvatimova I. B, Senchukov A. D., Chernov I. P. Transmutation Phenomena in the Palladium Cathode after Ions Irradiation at the Glow Discharge. ICCF6.Proc. Progress in new hydrogen energy. Japan, 1996, p. 575–579.
12. Савватимова И. Б., Карабут А. Б. Радиоактивность палладиевых катодов после облучения в тлеющем разряде. **Поверхность**. 1996, № 1, с. 76–81.

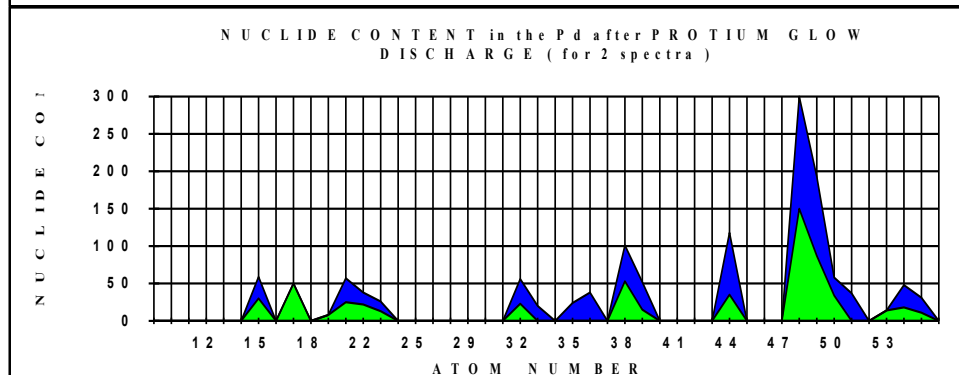
13. Савватимова И. Б., Карабут А. Б. Продукты ядерных реакций, регистрируемые на катоде после экспериментов в тлеющем разряде в дейтерии. **Поверхность. № 1, 1996**, с. 63–75.
14. Savvatimova I. B. Transmutation in cathode materials exposed at glow discharge by low energy ions. Nuclear phenomena or ion irradiation result? **Proceedings of ICCF7, Canada, 1998**, p. 342–350.
15. Savvatimova I. B. Transmutation of Elements in Low-energy Glow Discharge and the Associated Processes **J. Condensed Matter Nuclear Science. 8 (2011) 1–19**.
16. Dash J., Savvatimova I., Frantz S., Weis E. and Kozima H. Effects of Glow Discharge with Hydrogen Isotope Plasmas on Radioactivity // Proc. ICENES 2002, p. 122–127 (2002).
17. Dash J., Savvatimova I. Effects of Glow Discharge with Hydrogen Isotope Plasmas on Radioactivity of Uranium Proc.ICCF10, Beijing, China, 2002.
18. Dash J., Savvatimova I. Effects of Glow Discharge with Hydrogen Isotope Plasmas on Radioactivity of Uranium, Proc. of American Nuclear Society Conference, San Diego, June, 2003.
19. Савватимова И. Б., Дэш Джон, Франц Стефан. Изменение радиоактивности урана после облучения в водородной плазме тлеющего разряда. Материалы 10-ой Российской конференции по холодной трансмутации ядер химических элементов. Москва, 2004, с. 64–75.
20. Karabut A. B., Kuchеров Ya. R., Savvatimova I. B. Possible Nuclear Reactions Mechanisms at Glow Discharge in Deuterium. Proceeding of the ICCF3, Nagoya, Japan, 1992, Tokyo, Japan, p. 165–168.
21. Savvatimova I. B, Karabut A. B. Radioactivity of the cathode samples after Glow Discharge Cold Fusion. Proceedings of the 5th International Conference on Cold Fusion 9-13 April, 1995- Monte-Carlo, Monaco, ICCF5, 1995, p. 209–212.
22. Savvatimova I. and Gavritenkov D. Results of analysis of Ti foil after glow discharge, Proceedings of the ICCF11/ World Scientific Pub. France, (2004), p. 438–458.
23. Savvatimova I. and Gavritenkov D. Influence of the glow discharge parameters on the structure and isotope composition of cathode materials, Proceedings of the ICCF12 (2005), World Scientific Pub. Japan, p. 231–252.
24. Savvatimova I. Creation of more light elements in tungsten irradiated by low-energy deuterium ions. ICCF13, Russia, (2008), p. 505–517.
25. Savvatimova I., Savvatimov G., Kornilova A. Decay in tungsten irradiated by low energy deuterium ions. ICCF13, Russia, (2008), p. 295–308.

26. Savvatimova I., Senchukov A., Chernov I. Transmutation Phenomena in the Palladium Cathode after Ions Irradiation at Glow Discharge. Proc., ICCF6, Japan, 1996, 575–579.
27. Savvatimova I. B., Karabut A. B. Nuclear Reaction Products Registration on the Cathode after Deuterium Glow Discharge. Surface, V. 1, Moscow: RAN, 1996, p. 63–75.
28. Savvatimova I. Transmutation in cathode materials exposed at glow discharge by low energy ions. Nuclear phenomena or ion irradiation result? Proc. ICCF-7, Canada, Vancouver, 1998, 342–350.
29. Karabut A. B., Kucherov Ya. R., Savvatimova I. B. Nuclear product ratio for glow discharge in deuterium // Physics Letters A, 170, 265–272 (1992).
30. Karabut A. B., Kucherov Ya. R., Savvatimova I. B. The Investigation Of Deuterium Nuclei Fusion At Glow Discharge Cathode «Fusion Technology» Vol. 20. 1991, p. 924–928.
31. Savvatimova I. B. Reproducibility of experimental in glow discharge and process accompanying deuterium ions bombardment. ICCF8, Italian Phys. Soc, Italy, 2000, p. 277.
35. Barmina E. V., Simakin A. V., Shafeev G. A. // Quantum Electronics, 2014. V. 44. P. 791
36. Тимашев С. Ф., Симакин А. В., Шафеев Г. А. Ядерно-химические процессы в условиях лазерной абляции металлов в водных средах (проблемы «холодного синтеза») // Журнал физ. химии. 2014. Т. 88. № 11. С. 1805–1815.
37. Barmina E. V., Kuzmin P. G., Timashev S. F., Shafeev G. A. Laserinduced synthesis and decay of Tritium under exposure of solid targets in heavy water /<http://arxiv.org/abs/1306.0830> [physics.gen-ph].
38. Савватимова И. Б., Тимашев С. Ф. Ядерно-химические процессы инициируемого распада ядер вольфрама и тантала при воздействии дейтеросодержащей низкотемпературной плазмы на катоды из этих материалов // J.Condensed Matter Nuclear Science, in press.

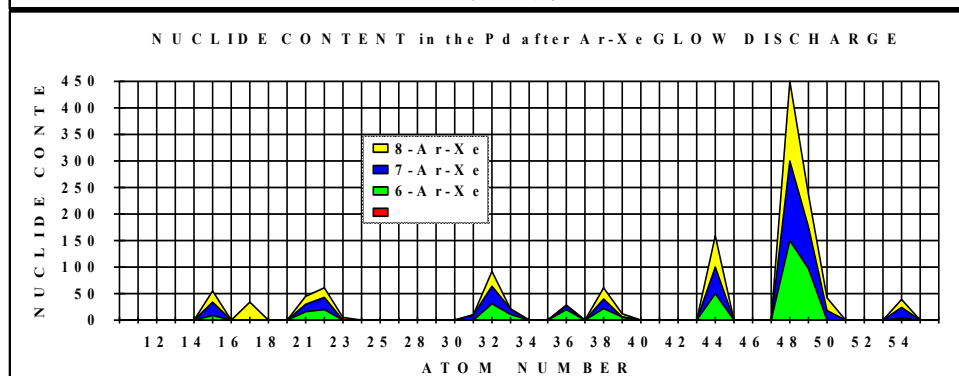
THE ADDITIONAL ELEMENTS CONTENT IN DEPENDING ON ION TYPE (EDS)



• a – deuterium D



• b – hydrogen H



• c – Ar + Xe