

Российская академия наук
УЧРЕЖДЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РАН

УДК 538.91.911; 538.91.913; 538.91.915
538.94.945; 538.955; 538.97; 539.125.5

Г.р. № 01200958348

Инв. № 2311/3

УТВЕРЖДАЮ:

Директор Института,
академик РАН



В.В.Устинов

« 26 » мая 2010 г.

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РАССЕЯНИЯ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ ФАЗОВОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНО- И КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ РАЗЛИЧНОГО НАЗНАЧЕНИЯ В ИСХОДНОМ И ОБЛУЧЕННОМ СОСТОЯНИЯХ, НА УСУ «ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ВОДОВОДЯНОЙ АТОМНЫЙ РЕАКТОР ИВВ-2М, РЕГ.№ 01-34 (НЕЙТРОННЫЙ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН) , ИВВ-2М (НМК ИФМ)

по теме:

ПРОВЕДЕНИЕ РАБОТ ПО МОДЕРНИЗАЦИИ УСУ. ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ, ОБЕСПЕЧЕНИЕ РЕАЛИЗАЦИИ МЕРОПРИЯТИЙ ФЦП И ДРУГИХ НАУЧНЫХ ПРОЕКТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСУ

(промежуточный)

Этап третий

Шифр 2009-07-1.8-00-03-024

Государственный контракт от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119

Научный руководитель,
чл.-корр. РАН

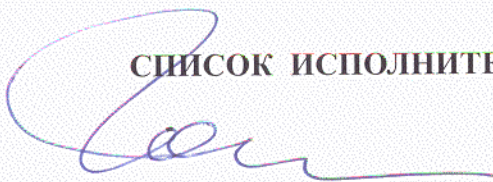
подпись, дата

Б.Н.Гощицкий

Екатеринбург 2010

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы
член-корр. РАН


подпись, дата
26.05.10

Б.Н. Гощицкий
(Введение, заключение,
1, 2)

Основные исполните-
ли темы:

Зав. отделом работ на
атомном реакторе
ИФМ УрО РАН,
д.ф.-м.н., профессор


подпись, дата
26.05.10

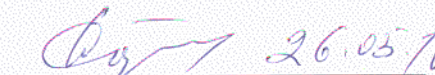
Ю.Н. Скрябин
(1, 3, Приложение)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

В.И. Бобровский
(2)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

С.Г. Богданов
(1.1, 1.6, 1.15)

вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

Э.З. Валиев
(1.1, 1.2, 1.11)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

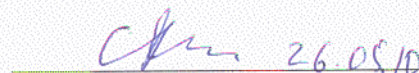
В.И. Воронин
(1.3, 1.7, 1.8, 1.9, 1.11,
1.13, 1.15)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

А.П. Вохмянин
(1.1, 1.7, 1.9)

вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

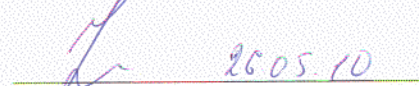
С.Ф. Дубинин
(1.3, 1.5, 1.10, 1.12,
1.15)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

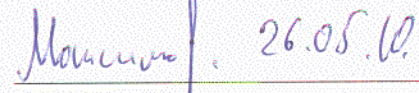
В.А. Казанцев
(1.2, 1.6, 1.10)

вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

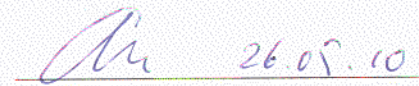
А.Е. Карькин
(1.4, 1.9, 1.14)

научн. сотр.,
к.ф.-м.н.

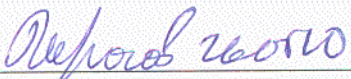
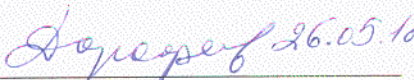
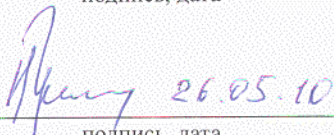
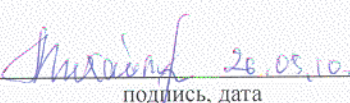
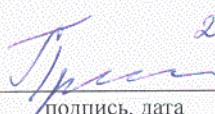
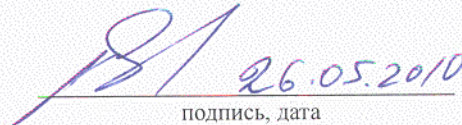
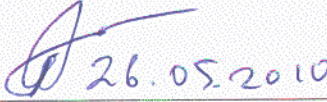
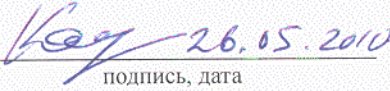
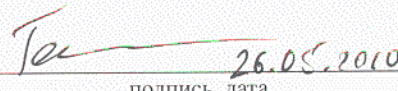

подпись, дата
26.05.10

В.И. Максимов
(1.3, 1.5, 1.9, 1.15)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата
26.05.10

А.Е. Теплых
(1.1, 1.2, 1.10)

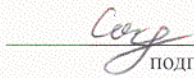
ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.	 подпись, дата	А.Н. Пирогов (1.1, 1.2, 1.3, 1.8, 1.10)
ст. научн. сотр. к.ф.-м.н.	 подпись, дата	Ю.А.Дорофеев (1.2, 1.3)
рук. группы, к.ф.-м.н.	 подпись, дата	В.Д. Пархоменко (1.5, 1.9, 1.15)
вед. научн. сотр., д.ф.-м.н.	 подпись, дата	Ю.Г. Чукалкин (1.4, 1.10)
ст. научн. сотр. к.ф.-м.н.	 подпись, дата	Ю.Н.Михайлов (1.8, 1.9)
научн. сотр., к.ф.-м.н.	 подпись, дата	Е.А. Шерстобитова (1.3, 1.11)
ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.	 подпись, дата	А.Ф.Губкин (1.3, 1.11)
ст. научн. сотр. к.х.н.	 подпись, дата	Н.В.Проскурнина (1.1, 1.13, 1.15)
ст. научн. сотр. к.ф.-м.н.	 подпись, дата	В.В.Щенников (1.7, 1.8)
м.н.с.	 подпись, дата	Г.В.Воронцов (1.7, 1.8)
м.н.с.	 подпись, дата	И.А.Комаровский (1.7, 1.8)
студ.	 подпись, дата	М.Г.Суркова (1.3, 1.7, 1.8, 1.9, 1.11)
м.н.с.	 подпись, дата	Л.А.Сташкова (1.3, 1.11)
м.н.с.	 подпись, дата	П.Б.Терентьев (1.3, 1.11)

инженер


26.05.10
подпись, дата

Тепикина Ю.В.
(1.7, 1.8)

аспирант


26.05.2010
подпись, дата

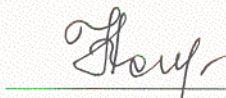
А.Ф.Садыков
(1.1, 1.13)

студент


26.05.2010
подпись, дата

М.Р.Янкиров
(1.4, 1.9, 1.14)

Нормоконтролер


26.05.2010
подпись, дата

Н.А. Гоглева

РЕФЕРАТ

Отчет 31с., 1 табл., 1 рис., 1 прил.

РАССЕЯНИЕ НЕЙТРОНОВ, РАДИАЦИОННАЯ ФИЗИКА, ДЕФЕКТЫ, МАГНИТНЫЕ СТРУКТУРЫ, НАНО-СТРУКТУРЫ, ТВЕРДЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ, СИСТЕМЫ С СИЛЬНЫМИ ЭЛЕКТРОННЫМИ КОРРЕЛЯЦИЯМИ, ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ, ЭЛЕКТРОННЫЕ И РЕШЕТОЧНЫЕ СВОЙСТВА.

В качестве объектов исследования выбраны многокомпонентные сплавы и соединения редкоземельных и переходных металлов; наноструктуры и твердые электролиты; конструкционные материалы и системы с сильными электронными корреляциями после радиационного, термического и барического воздействий. Исследования в широком интервале температур (4.2 – 1000)К, в магнитных полях до 15 Тл и при давлениях до 20 Кбар проводятся на уникальных образцах, приготовленных с использованием оригинальных технологий как в виде однофазных порошков, так и совершенных монокристаллов.

Цель работы:

1. Проведение исследований в области фазового состава и структуры нано- и кристаллических (в том числе, конструкционных различного назначения) материалов.
2. Проведение исследований и обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением им возможности использования специализированных нейтронных методов, разработанных для УСУ ИВВ-2М для получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения (магнетиков, иоников, сверхпроводников, полупроводников, диэлектриков, конструкционных сталей).
3. Развитие материально-технической базы УСУ путем дооснащения имеющихся специализированных нейтронографических дифрактометров и спектрометров приобретаемым научным оборудованием для расширения экспериментальных возможностей и обеспечения и развития исследований в форме коллективного пользования.

На третьем этапе работ «Проведение исследований, обеспечение реализации мероприятий ФЦП и др. научных проектов с использованием УСУ » в соответствии с Техническим заданием и Календарным планом проведены:

За счёт средств федерального бюджета

1. Комплексное изучение реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.
3. Выполнение мероприятий по модернизации УСУ (закупка и монтаж оборудования).

По результатам проведенных научных исследований в 2010 году опубликовано 16 статей и подготовлено 11 докладов на конференции.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	9
1. Научные исследования	12
1.1 Синтез и аттестация образцов	12
1.2 Атомная и субатомная структура твердых растворов оксида циркония и кальция	13
1.3 Изменение энтропии решетки при магнитном фазовом переходе в ферромагнетиках $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$	13
1.4 Кристаллическая и магнитная структуры соединения $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.18}$	14
1.5 Неоднородное парамагнитное состояние нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения	14
1.6 Нейтронографическое in-situ исследование структуры цементита в стали в широком температурном интервале	14
1.7 Исследование фазовых превращений в дисперсионно – упрочненных оксидами сталях и сплавах при интенсивной холодной пластической деформации	15
1.8 Структура и магнетизм кристаллов полупроводниковых соединений $(\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Se}_3$ ($x = 0-0.04$)	15
1.9 Структурное и магнитное состояние низколегированного кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{V}_{2+x}\text{Te}$	16
1.10 Исследование структуры и магнетизма литиевого манганита LiMn_2O_4 в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях	16
1.11 Исследование структуры и магнетизма селективно разбавляемых диамагнитными ионами скандия феррогранатов $\text{Y}_3\text{Fe}_{5-x}\text{Sc}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0.45, 0.65, 0.85, 1.05$)	17
1.12 Быстрозакаленные сплавы $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	17
1.13 Влияние допирования ионами гадолиния и гольмия на магнитное состояние радиационно-аморфизованных оксидов	17
1.14 Нейтронографическое изучение реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария	18
1.15 Комплексное изучение реальной кристаллической структуры алмаза, легированного бором	18
1.16 Комплексное изучение микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.	18
2. Модернизация нейтронных дифрактометров	20
2.1 Модернизация дифрактометра D2	20
2.2 Модернизация дифрактометра Д-3	23
2.3 Модернизация общефизического оборудования на УСУ	23
3 Сведения об услугах коллективного пользования	24
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	25
Приложение А. Список публикаций	29

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ФМ	- ферромагнетик
АФМ	- антиферромагнетик
БЗС	- быстрозакаленный сплав
B_r	- остаточная магнитная индукция
ИБВ-2М	- Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИБВ-2М
ИХПД	- интенсивная холодная пластическая деформация
ИФМ УрО РАН	- Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук
МУВ	- магнитоупругое взаимодействие
МУРН	- малоугловое рассеяние нейтронов
МНТЦ	- Международный Научно-Технический Центр
ПЧД	- позиционно-чувствительный детектор
λ	- длина волны нейтронов

ВВЕДЕНИЕ

Исследовательский атомный реактор ИВВ-2М (г. Заречный Свердловской обл.) является единственным в Урало-Сибирском регионе, где проводятся прикладные и фундаментальные исследования с использованием потоков быстрых и тепловых нейтронов. В настоящий момент главными направлениями исследований на реакторе ИВВ-2М являются: радиационная физика и радиационное материаловедение, нейтронные исследования конденсированного состояния. В рамках радиационного направления проводятся исследования дефектов, структурных и фазовых превращений, диффузионных процессов и физических свойств твердых тел при высокоэнергетичных излучениях и термических воздействиях. Объектами нейтронографического направления исследований являются сплавы и соединения с сильными электронными корреляциями (в частности, магнетики, сверхпроводники, Кондо-системы и др.). Кроме радиационного и нейтронографического направлений исследований на реакторе ИВВ-2М проводится комплекс мероприятий по модернизации материально-технической базы.

Основанием для проведения НИР по теме: «Исследование методами рассеяния тепловых нейтронов фазового состава и структуры, определяющих фундаментальные физические и функциональные свойства нано- и кристаллических материалов различного назначения в исходном и облученном состояниях, на УСУ «Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01- 34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)» (шифр «2009-07-1.8-00-03-024»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», является Решение Конкурсной комиссии Роснауки № 3 (протокол от «27» мая 2009 г. № 5), в соответствии с которым заключен государственный контракт от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119.

Работы в рамках государственного контракта направлены на решение таких актуальных проблем физики твердого тела, как механизмы радиационной повреждаемости материалов, особенности формирования магнитных структур в соединениях переходных металлов, природа суперионного состояния твердых электролитов, структура наноматериалов.

В ходе выполнения проекта методами дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов, радиационного разупорядочения и общезфизическими методами будет получена следующая научно-техническая продукция:

- Данные о кристаллической, нанокристаллической и магнитной структурах и особенностях фазовых переходов в сплавах и соединениях;
- Данные об особенностях фазового и структурного состояния веществ, облученных бы-

стрыми нейтронами и гамма-квантами;

- Данные об особенностях решеточных и электронных свойств исследуемых веществ (в том числе, с наведенной радиоактивностью), определяющих их экстремальные свойства;
- Публикации полученных новых фундаментальных данных о структуре и свойствах исследуемых веществ в реферируемых научных журналах.

Содержание основных работ в целом по Проекту:

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Нейтронографическое изучение особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$, модельных реакторных сплавов; фазового состава, решёточных и гальваномагнитных свойств исследуемых материалов; реальной кристаллической структуры протон-содержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах, микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.
3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
4. Выполнение мероприятий по развитию УСУ.
5. Разработка Программы развития УСУ на 2009-2010 годы.
6. Выполнение работ по обеспечению исследований и оказанию услуг сторонним организациям на УСУ.
7. Обработка полученных результатов.
8. Подготовка публикации результатов.

Такие исследования необходимы для разработки новых радиационно-стойких конструкционных материалов для ядерной и термоядерной энергетики, синтеза новых сорбентов и катализаторов.

Работа проводится коллективом высококлассных специалистов на высоком научно-техническом уровне на экспериментальных установках, своевременно прошедших метрологическую аттестацию.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на третий этап было запланировано провести:

За счёт средств федерального бюджета

1. Комплексное изучение реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей

структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.
3. Выполнение мероприятий по модернизации УСУ (закупка и монтаж оборудования).

По результатам проведенных научных исследований в 2010 году опубликовано 16 статей и подготовлено 11 докладов на конференциях.

1 Научные исследования

1.1 Синтез и аттестация образцов

Выполнены все запланированные на этап работы по синтезу и аттестации образцов. В дополнение к набору образцов, приготовленных на предыдущих этапах проекта, подготовлены:

Образцы твердых растворов системы $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$ синтезировались золь-гель методом с последующим отжигом при температуре $T = 600^\circ\text{C}$ в течение 4 часов. Аттестация проведена методами рентгеновской и нейтронной дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов. Все образцы имеют тетрагональную структуру (пр. гр. $P4_2/nmc$). Размер частиц твердой фазы составляет 10-20 нм.

Методом ударно-волнового нагружения приготовлены образцы нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, содержащие, как показала аттестация дифракционными методами, смесь орторомбической и ромбоэдрической фаз в разных соотношениях.

Методом механоактивации с использованием порошков сплавов Fe-Y-Ti и Fe-Cr-W-Y-Ti получены новые механо-легированные дисперсионно – упрочненные оксидами стали. Проведена аттестация полученных образцов методами химического анализа, ПЭМ, металлографии, рентгенографии.

Из расплава под давлением инертного газа выращены три кристалла $(\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Se}_3$ с $x = 0, 0.001, 0.04$. Высокое качество кристаллов подтверждено методами рентгеновской и нейтронной дифракции.

Для проведения сравнительных исследований стехиометрического литиевого манганита в структурно упорядоченном $\text{Li}[\text{Mn}_2]\text{O}_4$ и разупорядоченном $\text{Li}_{1-\delta}\text{Mn}_\delta[\text{Mn}_{2-\delta}\text{Li}_\delta]\text{O}_4$ ($\delta = 1/6$) состояниях методом твердофазного синтеза получены высокоупорядоченные образцы. Структурно разупорядоченное состояние манганита получено облучением флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов $2 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Состояние образцов аттестовано дифракционными методами.

Необходимые для запланированных исследований образцы оксидов, допированных ионами гадолиния и гольмия, синтезированы и облучены различными флюенсами быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов вплоть до $3 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. В настоящий момент образцы находятся в стадии «высвечивания».

Образцы композитов $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, включающих кристаллическую фазу как магнитотвердый компонент, и аморфную фазу как магнитомягкий компонент изготавливались по методике спиннингования – с применением инжектирования струи расплава этих элементов на поверхность быстровращающегося массивного металлического барабана. Образцы $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ подвергнуты облучению флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Как показала аттестация дифракционными методами, такое облучение приводит к их полной аморфизации.

Методами твердофазного синтеза получены образцы оксида церрата бария - $\text{BaZr}_{0.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_x$. Аттестация методом дифракции нейтронов показала наличие в них микровключений изоструктурной фазы, имеющих размер порядка 1000-1500 ангстрем и характеризующихся более высоким содержанием иттрия и кислородных вакансий.

1.2 Атомная и субатомная структура твердых растворов оксида циркония и кальция

Диоксид циркония широко используется в практике в качестве компонента керамики, эмалей, стекол, защитных покрытий и пр. Многие соединения этого типа обладают полиморфизмом. При комнатной температуре структура ZrO_2 является моноклинной, а при высоких наблюдается обратимый переход сначала в тетрагональную, а затем (при 2347°C) в кубическую сингонию. Кубическая фаза может быть стабилизирована при низких температурах путем создания вакансий в анионной подрешетке растворением в нем оксидов иттрия, алюминия, кальция, магния и др. Методами рентгеновской и нейтронной дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов исследованы твердые растворы системы $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$ с содержанием 7, 9,6 и 20 мольных процентов оксида кальция. Образцы были синтезированы золь-гель методом и отожжены при температуре $T = 600^\circ\text{C}$ в течение 4 часов. Все об-

разцы имеют тетрагональную структуру (пр. гр. $P4_2/nmc$). Размер частиц твердой фазы составляет 10-20 нм. Кривые малоуглового рассеяния нейтронов характеризуются существованием пика вблизи вектора рассеяния $q = 0,5 \text{ нм}^{-1}$. Наличие пика объясняется корреляцией в расположении наночастиц твердой фазы в образце. Из экспериментальных сечений малоуглового рассеяния численным методом обратного преобразования Фурье вычислены корреляционные функции плотность-плотность. Определены корреляционные длины, концентрации рассеивающих наночастиц и удельные поверхности образцов. Исследованные материалы предполагается использовать в качестве сорбентов в атомной энергетике. Полученные в работе параметры субатомной структуры образцов позволяют надеяться, что это может быть осуществимо.

1.3 Изменение энтропии решетки при магнитном фазовом переходе в ферромагнетиках $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$

Проведены измерения магнитных свойств и расчеты изменения магнитной энтропии ($\Delta S_m = S_m(H) - S_m(0)$, H - магнитное поле) и энтропии решётки ($\Delta S_L = S_L(H) - S_L(0)$) при магнитном фазовом переходе в ферромагнетиках $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ с гигантским магнитокалорическим эффектом. Показано, что изменение энтропии решетки в этих соединениях имеет противоположный знак по сравнению с ΔS_m . Этот факт позволяет объяснить расхождение прежних результатов расчета с экспериментом. Изменение энтропии решетки связано со смягчением решетки при магнитном фазовом переходе (МФП), которое вызвано, сопровождающей МФП значительной объёмной деформацией.

1.4 Кристаллическая и магнитная структуры соединения $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.18}$

Методом нейтронной дифракции на поликристаллических образцах проведено исследование кристаллической и магнитной структуры соединения $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.18}$ в интервале температур (4 – 700) К. Экспериментально измерены температурные зависимости намагниченности подрешёток железа и эрбия и исследован переход спиновой переориентации в этом соединении. Методом теории молекулярного поля выполнен теоретический расчет температурных зависимостей намагниченностей подрешеток и дана интерпретация фазового перехода спиновой переориентации. Установлено, что внедрение атомов азота в $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ приводит к увеличению температуры Кюри в два раза и увеличению константы анизотропии редкоземельной подрешетки в 3,5 раза.

1.5 Неоднородное парамагнитное состояние нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной

методом ударно-волнового нагружения

Изучены структурные и магнитные свойства в парамагнитной области нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения. Образцы содержали смесь орторомбической и ромбоэдрической фаз в разных соотношениях. Закон Кюри-Вейсса выполняется в области $T > 440 \text{ K}$ T_c , а в интервале $300 < T < 440 \text{ K}$ вблизи дефектов образуются магнитные поляроны. При увеличении концентрации ионов Mn^{4+} T_c уменьшается, что обусловлено уменьшением общего числа Mn ионов, размерными эффектами малых частиц и дальнодействующими упругими напряжениями.

1.6 Нейтронографическое in-situ исследование структуры цементита в стали в широком температурном интервале

Структурное состояние углеродистой эвтектоидной стали исследовано методом нейтронной дифракции *in-situ* в интервале температур от комнатной до 800°C . Впервые показано, что с ростом температуры происходит снижение содержания углерода в цементите при малом изменении его весовой доли и параметров орторомбической решетки. Результаты первопринципных (*ab-initio*) расчетов нестехиометрических карбидов Fe_3C_x ($0 < x < 1$) показывают, что решетка цементита сохраняет устойчивость при образовании вакансий в углеродной подрешетке, энергия которых относительно мала. Таким образом, цементит следует рассматривать как фазу внедрения Fe_3C_x с широкой областью гомогенности.

1.7 Исследование фазовых превращений в дисперсионно – упрочненных оксидами сталях и сплавах при интенсивной холодной пластической деформации

Изучены процессы растворения оксидов железа при механоактивации. Показано, что деформационное воздействие и последующий отжиг приводят к растворению оксидов железа в матрице с образованием твердых растворов. Этим методом получены новые механолегированные дисперсионно – упрочненные оксидами стали. На примере сплавов Fe-Y-Ti и Fe-Cr-W-Y-Ti показана возможность получения дисперсионно – упрочненных оксидами сталей при поверхностном окислении стального порошка с последующим механосинтезом.

1.8 Структура и магнетизм кристаллов полупроводниковых соединений $(\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Se}_3$ ($x = 0-0.04$)

В последнее время существенно возрос интерес к исследованиям полупроводнико-

вых соединений, легированных магнитоактивными ионами 3d-элементов, которые относятся к широкому классу веществ A^2B^6 и A^3B^6 . Главным образом он связан с идеей создания электронных приборов со спиновой поляризацией тока (спинтроникой) на базе указанных и родственных им соединений. Эти вещества принято относить к классу разбавленных легированных полупроводниковых соединений магнитных полупроводников. Отметим, что разбавленные легированные полупроводниковые соединения магнитных полупроводников на базе соединений A^2B^6 имеют простую кристаллическую структуру. Например, соединения $Zn_{1-x}Me_x \text{ Se(Te)}$, ($Me = V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni$) имеют гранецентрированную кубическую структуру с параметром решетки $a = 0.57 \text{ nm}$. Ранее в наших работах было подробно исследовано структурное состояние указанных выше массивных кристаллов. Методом дифракции тепловых нейтронов было установлено, что в широкой температурной области в этом классе полупроводников существует два типа локальных ян-теллеровских искажений кристаллической решетки: 1) нанодетформации тригонального типа, обусловленные ионами Ni, V ; 2) искажения тетрагонального типа, индуцированные ионами Cr, Fe . При этом отметим, что указанные выше двухвалентные ионы замещают в решетке ионы Zn^{2+} , а, следовательно, располагаются в центре тетраэдров, образованных в этом классе соединений ионами селена.

Одним из представителей группы A^3B^6 является соединение Ga_2Se_3 со сложной кристаллической структурой. Это вещество имеет моноклинную кристаллическую структуру. Представляется интересным проверить на примере легированных полупроводниковых соединений $(Ga_{1-x}Mn_x)_2 Se_3$ ($x = 0-0.04$) степень универсальности физических представлений, развитых нами ранее в кристаллах. Помимо фундаментальных научных исследований полупроводниковые детекторы ионизирующих частиц, созданных на базе Ga_2Se_3 , могут найти широкое применение в прикладных областях жизнедеятельности человека при получении медицинских и биологических рентгеновских изображений.

1.9 Структурное и магнитное состояние низколегированного кристалла $Zn_{1-x}V_{2+x}Te$

Впервые методом дифракции тепловых нейтронов и магнитных измерений получены сведения о структурном и магнитном состоянии полупроводникового кристалла $Zn_{1-x}V_{2+x}Te$ ($x = 0.0002$). Результаты этого эксперимента обсуждаются совместно с ранее полученной информацией на соединениях $Zn_{1-x}Ni_{2+x}TSe$ ($x = 0.0025$), $Zn_{1-x}Cr_{2+x}Se$ ($x = 0.0029, 0.045$). Обнаружено, что структурное состояние низколегированного кристалла является пространственно неоднородным. При этом средний размер структурной неоднородности (L) существенно превышает величины L в ранее исследованных соединениях на базе селенида цинка.

Системный анализ сдвиговых деформаций в $Zn_{1-x}V_{2+x}Te$ ($x = 0.0002$) позволяет качест-

венно понять происхождение в области низких температур антиферромагнитных корреляций.

1.10 Исследование структуры и магнетизма литиевого манганита LiMn_2O_4 в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях

Методами нейтронной и рентгеновской дифракции, а также магнитными методами изучены особенности кристаллической структуры и магнитное состояние стехиометрического литиевого манганита в структурно упорядоченном $\text{Li}[\text{Mn}_2]\text{O}_4$ и разупорядоченном $\text{Li}_{1-\delta}\text{Mn}_\delta[\text{Mn}_{2-\delta}\text{Li}_\delta]\text{O}_4$ ($\delta = 1/6$) состояниях. Структурно разупорядоченное состояние манганита получено облучением флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов $2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Показано, что в исходном образце вблизи комнатной температуры возникает зарядовое упорядочение разновалентных ионов марганца, сопровождающееся орторомбическими искажениями кубической структуры шпинели, а при низких температурах реализуется дальний антиферромагнитный порядок. Установлено, что структурное разупорядочение приводит к радикальным изменениям структурного и магнитного состояний LiMn_2O_4 . Разрушается зарядовое упорядочение и структура остается кубической даже при 5 К. Антиферромагнитный тип порядка трансформируется в ферримагнитный с локальными спиновыми отклонениями в октаэдрической подрешетке из-за возникновения межподрешеточных обменных связей. Показано, что структурные особенности LiMn_2O_4 определяют его магнитное состояние. Зарядовое упорядочение, сопровождающееся орторомбическими искажениями кристаллической структуры, фактически является ответственным за возникновение дальнего антиферромагнитного порядка в исходном манганите. Появление ионов марганца в тетраэдрической подрешетке LiMn_2O_4 в результате структурного разупорядочения приводит к возникновению сильных межподрешеточных обменных взаимодействий. Как следствие, антиферромагнитное упорядочение ($k = 2\pi/c(0, 0, 0.44)$, $T_N = 65$ К) трансформируется в ферримагнитное ($k = 0$, $T_C = 80$ К) с локальными спиновыми отклонениями в октаэдрической подрешетке.

1.11 Исследование структуры и магнетизма селективно разбавляемых диамагнитными ионами скандия феррогранатов $\text{Y}_3\text{Fe}_{5-x}\text{Sc}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0.45, 0.65, 0.85, 1.05$)

Нейтронографическими и магнитными методами исследованы феррогранаты системы $\{\text{Y}_3\}[\text{Fe}_{2-x}\text{Sc}_x](\text{Fe}_3)\text{O}_{12}$. Уточнены параметры кристаллической структуры. Установлено, что отклонения от коллинеарной ферримагнитной структуры возникают при $x \geq 0.7$. При больших концентрациях скандия обнаружены высокополевая магнитная восприимчивость и аномальные температурные зависимости динамической восприимчивости, характерные

для локальных угловых спиновых структур. Определены температуры разрушения локальных угловых структур.

1.12 Быстрозакаленные сплавы $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

Проведены нейтронографические исследования образцов $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ до и после облучения флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Установлено, что такое облучение приводит к полной аморфизации. Наблюдаемые острые брэгговские рефлексы на дифракционных картинах облученных образцов обусловлены примесным α -железом, которое содержится в исходном образце и не аморфизуется при облучении.

1.13 Влияние допирования ионами гадолиния и гольмия на магнитное состояние радиационно-аморфизованных оксидов

Необходимые образцы оксидов, допированных ионами гадолиния и гольмия, синтезированы и облучены различными флюенсами быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов вплоть до $3 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. В настоящий момент образцы находятся в стадии «высвечивания».

1.14 Нейтронографическое изучение реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария

В последнее время возник большой интерес к изучению дефектной структуры и транспортных свойств протонсодержащих оксидов церрата бария в связи с возможностями использования этих материалов в качестве высокотемпературных протонных проводников в датчиках водорода, электролизерах, топливных элементах и других высокотемпературных электрохимических устройствах. Важное значение для понимания природы уникальных свойств этого класса соединений имеет исследование их реальной (дефектной) структуры, в том числе установление мест локализации протонов и кислородной нестехиометрии. Известно, что замещение водорода дейтерием или тритием может приводить к необычным и аномально большим изотопным эффектам в термодинамические свойства и поглощение упругих и электромагнитных волн.

Проведены исследования структурных параметров оксида церрата бария - $\text{BaZr}_{0.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_3$ методом дифракции нейтронов. Обнаружены микровключения изоструктурной фазы, имеющей несколько больший, чем основная фаза, параметр решетки (4.2390 и 4.2049 ангстрем, соответственно). Эти микровключения имеют размер порядка 1000-1500

ангстрем и характеризуются более высоким содержанием иттрия и кислородных вакансий (и, соответственно, повышенным содержанием растворенного водорода).

1.15 Комплексное изучение реальной кристаллической структуры алмаза, легированного бором

Синтезированы пленки толщиной 5-10 мкм CVD-алмаза, легированного бором, с номинальным составом 1-2 %. Проведено облучение пленок с металлическим типом проводимости и началом сверхпроводящего перехода $T_c^n = 2.4$ К флюенсом быстрых нейтронов $\Phi_{\text{бн}} = 2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ (при этом флюенс тепловых нейтронов $\Phi_{\text{тн}} = 2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$). Облучение приводит к полному подавлению сверхпроводимости и переходу металл-диэлектрик.

1.16 Комплексное изучение микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах

Проведено электронно-микроскопическое и нейтронографическое исследование состаренной стали H26X5T3. Определена зависимость микроискажений в стали H26X5T3 от температуры и времени старения. Обнаружено выпадение частиц Ni_3Ti . Готовится к публикации статья. Выполнены нейтронографические высокотемпературные исследования в предварительно состаренном образце H26X5T3. Найдено незначительное уменьшение величины микроискажений в объеме образца при повышении температуры и восстановление их значений при охлаждении до комнатной температуры. Выявлена корреляция между изменением параметра решетки и тепловых среднеквадратичных смещений атомов.

Выполнено нейтронографическое исследование микронапряжений нагруженных до различных напряжений образцов стали X16H15M3T1 при температурах 600-700С. Выявлено различное изменение параметров решетки и остаточных напряжений, как по длине образца, так и в поперечном направлении. Исследована дозовая зависимость размеров выделений второй фазы в сплаве Fe+36%Ni+3%Ti и их плотности методом малоуглового рассеяния. Кривые малоуглового рассеяния нейтронов можно описать в предположении, что в образцах существуют неоднородности трех характерных размеров. Их величина составляет порядка 2-5 нм (мода 1), 7-10 нм (мода 2) и 50-80 нм (мода 3). Объемная доля мелких и средних частиц (моды 1 и 2) равны порядка нескольких процентов, а крупных – до одного процента. Плотность рассеивающих объектов с ростом их размеров падает, порядок величины составляет 10^{19} , 10^{16} , 10^{13} см^{-3} для мод 1, 2, и 3 соответственно. Синтезирована дополнительная партия образцов стали X16H15M3T1 для повторного облучения флюенсами быстрых нейтронов $(1-10) \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$.

2. Модернизация нейтронных дифрактометров

2.1 Модернизация дифрактометра D2

Для оценки возможных путей улучшения разрешения и светосилы порошковых нейтронных дифрактометров была разработана математически корректная теория и получены аналитические формулы, описывающие форму линии и интегральные интенсивности брэгговских пиков с учетом пространственных эффектов. Используемые до этого выражения, восходящие еще к работам Каглиоти, пренебрегали неоднородностью и изменением характеристик нейтронного потока по его поперечному сечению в процессе распространения потока по тракту дифрактометра, т.е. сводили прибор к устройству, оперирующему только в пространстве угловых переменных. В то же время хорошо известно, что в силу значительных величин пролетной базы нейтронных дифрактометров наблюдаемые зависимости ширин пиков от угла рассеяния могут значительно отклоняться от предсказывавшихся ранее, что создавало затруднения в самом введении эффективных параметров прибора в широком диапазоне углов рассеяния. Использование наших формул позволяет преодолеть этот недостаток.

Сравнивая наш подход с компьютерным моделированием приборов, основанным на методе Монте Карло, следует отметить, что аналитический подход дает возможность дать ясную интерпретацию наблюдаемым эффектам и тем самым указать направления осознанного поиска улучшения характеристик прибора. Кроме того, при модельных вычислениях для упрощения расчетов зачастую принимаются предположения, степень обоснованности которых недостаточна. Например, в популярном пакете McStas кристаллы-монокроматоры считаются бесконечно тонкими. В то же время, расчеты с использованием аналитических методов показывают, что конечные толщины этих кристаллов могут играть заметную роль в формировании характеристик разрешения нейтронного прибора. Следует также отметить, что выражения, полученные в рамках нашего подхода на основе кинематической теории рассеяния, позволяют рассчитать абсолютные численные величины эффектов, давая тем самым возможность сравнивать эффективность прибора при различных его конфигурациях и заменах узлов.

Описание прибора по нашей методике складывается из двух этапов. На первом, исходя из геометрических размеров узлов прибора и ширин кривых качания, полученных для кристаллов-монокроматоров, определяются его стартовые, геометрические параметры. На втором – путем сравнения с экспериментальной зависимостью ширин брэгговских пиков от угла рассеяния, полученной для эталонного образца, производится уточнение эффективных параметров прибора. Появление таких эффективных параметров обусловлено взаимным влиянием его узлов, а также гауссовым характером используемой для описания

модели. Как показывает опыт, такая корректировка обычно составляет $\sim 10\%$, обеспечивая достаточно высокое совпадение экспериментальной и теоретической кривых. Далее, рассматривая вариации эффективных параметров, можно оценить перспективные направления модернизации прибора.

Дифрактометр D2 используется, главным образом для изучения магнитных структур. Вследствие этого актуальной задачей является повышение его разрешения при небольших углах рассеяния. После определения его эффективных параметров среднеквадратичное отклонение расчетной кривой зависимости ширины брэгговских пиков от угла рассеяния от эталонной в интервале углов 20^0 - 120^0 составило около $20''$, что доказывает весьма высокую точность теоретического описания прибора. В качестве возможных направлений модернизации рассматривались два варианта. В первом предусматривается установка перед образцом дополнительного соллеровского коллиматора. Во втором – в замене системы отражающих плоскостей второго коллиматора PG004 на PG002. Результаты этих расчетов показаны на рисунке.

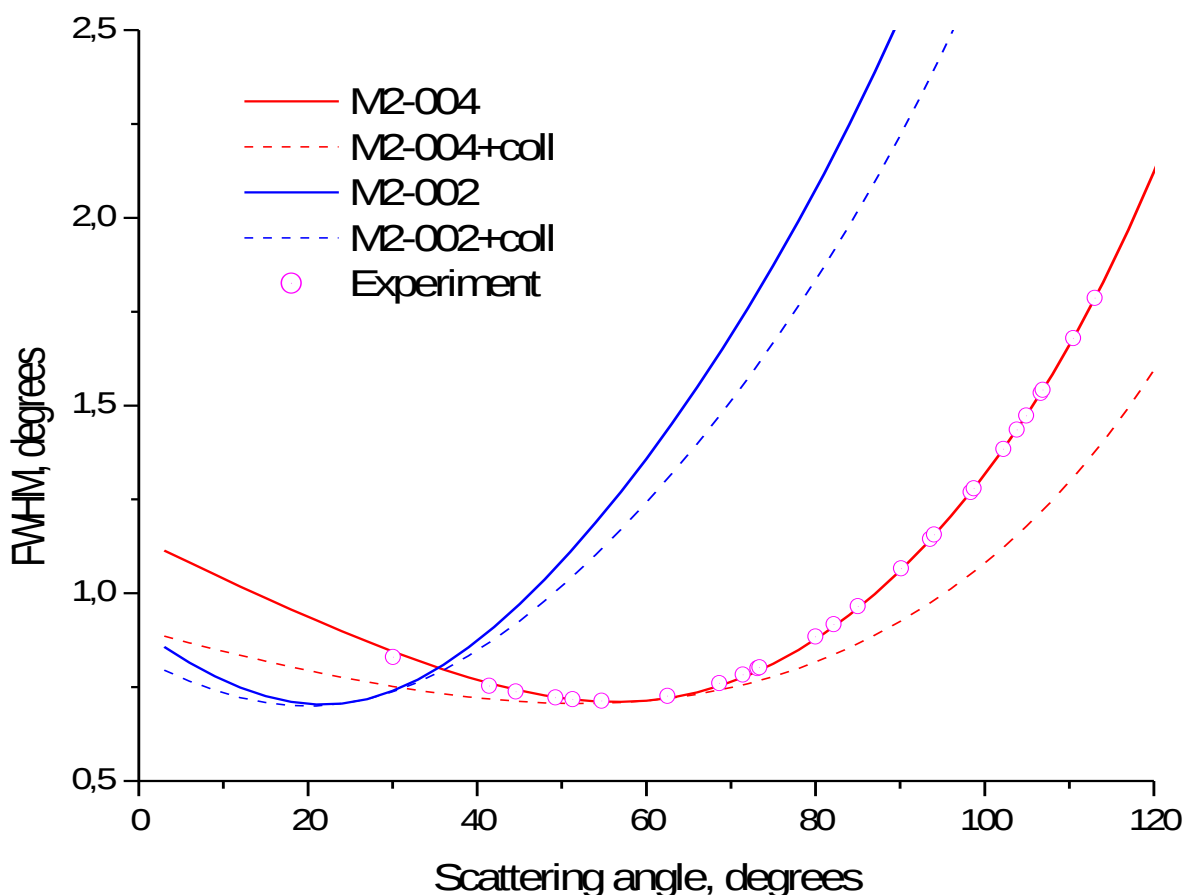


Рис. 1. Зависимость ширины брэгговских пиков на половине высоты от угла рассеяния при различных параметрах прибора.

M2-004 – действующий набор параметров;

M2-004+coll – с установкой соллера перед образцом;

M2-002 – при переходе на втором монохроматоре к системе отражений [002];
M2-002+coll – при установке в дополнение к переходу на [002] соллера перед образцом.

С набором подогнанных эффективных параметров были выполнены оценки возможных направлений модернизации прибора.

Вариант 1

Перед образцом предлагается установить соллеровский коллиматор длиной 150 мм и расстоянием между пластинами 1 мм.

Это соответствует геометрической коллимации: ~~$\alpha_s = 0006$~~ или гауссовой $\alpha_s = 0005$

Вариант 2

Предлагается перейти на монохроматоре 2 к семейству отражающих плоскостей (002) вместо (004). При этом за счет другого брэгговского угла немного изменится эффективный размер второго кристалла. В результате оказывается:

$\lambda_{M2} = 1.1 \text{ нм}$. В дополнение к такому выбору просчитан и вариант установки такого же соллера перед образцом, как в Варианте 1.

Оценки интегральной интенсивности для этих вариантов

Сравнение интегральных интенсивностей этих вариантов может быть выполнено по простой формуле:

$$I = G |F_M|^2 |F_N|^2,$$

где G-геометрический фактор, зависящий от параметров разрешения прибора, умноженный на квадраты структурных факторов монохроматоров.

Таблица 1. Геометрический фактор интегральной интенсивности.

	004		002	
	без колл.	с колл.	без колл.	с колл.
G	2,72	1,78	15,20	12,30
G _{норм}	1	0.65	5.59	4.52

Для большей наглядности значения геометрического коэффициента отнормированы относительно его величины при M2-(004) без соллера. При этом следует иметь в виду, что при расчете соллера толщина пластин считалась бесконечно малой. Учет их толщины приведет к сокращению геометрического коэффициента пропорционально входной площади коллиматора.

2.2 Модернизация дифрактометра Д-3

В испытательном режиме установлен второй монокристалл на нейтронный пучок с длиной волны 1.7 ангстрем. Проведены пробные измерения и получена пробная нейтронограмма медного порошка для оценки разрешения дифрактометра. Показано, что разрешение дифрактометра на угле рассеяния, примерно, 80 градусов составляет 0.5%.

2.3 Модернизация общезфизического оборудования на УСУ

За счёт внебюджетного финансирования закуплен комплект пропорциональных счётчиков СИ 13Р, предназначенных для модернизации мессбауэровской установки для исследования «горячих» образцов. Оборудование необходимо для повышения разрешения (по сравнению со сцинтилляционными счетчиками) в области мессбауэровского излучения. Кроме того, пропорциональные счетчики нечувствительны к высоким энергиям паразитного тормозного излучения, которые присутствуют в спектре горячих образцов. Счётчики смонтированы на мессбауэровском спектрометре в помещении 314 «горячего» корпуса.

3 Сведения об услугах коллективного пользования

В 2010 году на пяти экспериментальных установках атомного реактора ИВВ-2М, доступных для внешних пользователей, оказывались услуги в проведении нейтронных исследований кристаллических и магнитных структур, фазовых переходов и возбуждений в металлах, сплавах и соединениях, в том числе, облученных быстрыми нейтронами, а также в проведении облучений функциональных материалов разного назначения и исследовании их гальвано-магнитных и физико-механических свойств до и после облучений. При этом НМК ИФМ УрО РАН осуществляет инженерно-техническое обеспечение работ.

Услуги коллективного пользования регулярно предоставляются следующим организациям УрО РАН в рамках Соглашений, заключенных с ними:

1. Институту химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,
2. Институту высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,
3. Институту электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,
4. Институту металлургии УрО РАН, Екатеринбург,
5. Уральскому Государственному университету им. А.М.Горького,
6. Институту реакторных материалов,
7. Институту неорганической химии СО РАН.

Внешние пользователи использовали данные, полученные на нейтронных пучках УСУ для выработки рекомендаций: по улучшению функциональных свойств протонных проводников; улучшению эксплуатационных свойств существующих жёстких магнитных материалов; созданию новых и улучшению эксплуатационных свойств существующих конструкционных реакторных сталей, в том числе, дисперсно упрочнённых оксидами; созданию нового поколения оптических материалов для конвертации (апконверсии) лазерного излучения ИК диапазона в видимый свет; по оптимизации режимов ионно-лучевой обработки полос промышленных сплавов на основе алюминия; по нейтронографическому определению структуры и фазового состава двенадцатиядерных биоктаэдрических халькогенидных комплексов рения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Краткие выводы

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы третьего этапа в рамках НИР по теме: «Исследование методами рассеяния тепловых нейтронов фазового состава и структуры, определяющих фундаментальные физические и функциональные свойства нано- и кристаллических материалов различного назначения в исходном и облученном состояниях, на УСУ «Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01- 34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН»), ИВВ-2М (НМК ИФМ)» (шифр «2009-07-1.8-00-03-024»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», на основании Решения Конкурсной комиссии Роснауки № 3 (протокол от «27» мая 2009 г. № 5), на основании которого заключен государственный контракт от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на третий этап было запланировано провести:

За счёт средств федерального бюджета

2. Комплексное изучение реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.
3. Выполнение мероприятий по модернизации УСУ (закупка и монтаж оборудования).

Краткие результаты комплексного изучения реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах:

1. Из экспериментальных сечений малоуглового рассеяния численным методом обратного преобразования Фурье вычислены корреляционные функции плотность-плотность для твердых растворов системы ZrO_2 -CaO с содержанием 7, 9,6 и 20 мольных процентов оксида кальция, определены корреляционные длины, концентрации рассеивающих

наночастиц и удельные поверхности образцов.

2. Показано, что изменение энтропии решетки ($\Delta S_L = S_L(H) - S_L(0)$, H- магнитное поле) в ферромагнетиках $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ с гигантским магнитокалорическим эффектом, связанное со смягчением решетки при магнитном фазовом переходе, имеет противоположный знак по сравнению с изменением магнитной энтропии ($\Delta S_m = S_m(H) - S_m(0)$), что позволяет объяснить расхождение прежних результатов расчета с экспериментом.
3. Определена кристаллическая и магнитная структуры соединения $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.18}$ в интервале температур (4 – 700) К и установлено, что внедрение атомов азота в $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ приводит к увеличению температуры Кюри в два раза и увеличению константы анизотропии редкоземельной подрешетки в 3,5 раза.
4. Показано, что структура парамагнитной нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения, представляет собой смесь орторомбической и ромбоэдрической фаз в разных соотношениях.
5. Установлено, что с ростом температуры происходит снижение содержания углерода в цементите при малом изменении его весовой доли и параметров орторомбической решетки; показано, что цементит следует рассматривать как фазу внедрения Fe_3C_x с широкой областью гомогенности.
6. На примере сплавов Fe-Y-Ti и Fe-Cr-W-Y-Ti показана возможность получения дисперсионно – упрочненных оксидами сталей при поверхностном окислении стального порошка с последующим механосинтезом.
7. Методом нейтронной дифракции и магнитных измерений исследовалось влияние легирования ионами Mn^{3+} на тонкую структуру кристалла моноклинного соединения Ga_2Se_3 . Установлено, что даже при относительно низких уровнях легирования ($x = 0.04$) структурное состояние кристаллов изменяется. Приведены аргументы, что локальные ян-теллеровские искажения являются источниками формирования тонкой структуры и магнетизма в соединениях данного класса.
8. Определены структурное и магнитное состояния полупроводникового кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{V}_{2+x}\text{Te}$ ($x = 0.0002$) и обнаружено, что структурное состояние низколегированного кристалла является пространственно неоднородным.
9. Методами нейтронной и рентгеновской дифракции, а также магнитными методами изучены особенности кристаллической структуры и магнитное состояние стехиометрического литиевого манганита в структурно упорядоченном $\text{Li}[\text{Mn}_2]\text{O}_4$ и разупорядоченном $\text{Li}_{1-\delta}\text{Mn}_\delta[\text{Mn}_{2-\delta}\text{Li}_\delta]\text{O}_4$ ($\delta = 1/6$) состояниях. Структурно разупорядоченное состояние манганита получено облучением флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} \geq 1$ Мэв) нейтронов $2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Показано, что в исходном образце вблизи комнатной температуры возникает зарядовое упорядочение разновалентных ионов марганца,

сопровожающееся орторомбическими искажениями кубической структуры шпинели, а при низких температурах реализуется дальний антиферромагнитный порядок.

10. Нейтронографическими методами уточнены параметры кристаллической структуры феррогранатов $\{Y_3\}[Fe_{2-x}Sc_x](Fe_3)O_{12}$ и установлено, что отклонения от коллинеарной ферромагнитной структуры возникают при $x \geq 0.7$. При больших концентрациях скандия обнаружены высокополевая магнитная восприимчивость и аномальные температурные зависимости динамической восприимчивости, характерные для локальных угловых спиновых структур. Определены температуры разрушения локальных угловых структур.
11. Установлено, что облучение флюенсом быстрых ($E_{eff} \geq 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К образцов $Er_2Fe_{14}B$ и $Nd_2Fe_{14}B$ приводит к их полной аморфизации. Наблюдаемые острые брэгговские рефлексы на дифракционных картинах облученных образцов обусловлены примесным α -железом, которое содержится в исходном образце и не аморфизуется при облучении.
12. Синтезированы и облучены различными флюенсами быстрых ($E_{eff} \geq 1$ Мэв) нейтронов вплоть до $3 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К необходимые образцы оксидов, допированных ионами гадолиния и гольмия. Образцы находятся в стадии «высвечивания».
13. Проведены исследования структурных параметров оксида церрата бария - $BaZr_{0.9}Y_{0.1}O_3$ методом дифракции нейтронов. Обнаружены микровключения изоструктурной фазы, имеющей несколько больший, чем основная, параметр решетки (4.2390 и 4.2049 ангстрем, соответственно). Эти микровключения имеют размер порядка 1000-1500 ангстрем и характеризуются более высоким содержанием иттрия и кислородных вакансий (и, соответственно, повышенным содержанием растворенного водорода).

Краткие результаты комплексного изучения микронапряжений в реакторных материалах:

1. Определена зависимость микроискажений в стали Н26Х5Т3 от температуры и времени старения. Обнаружено выпадение частиц Ni_3Ti . Готовится к публикации статья.
2. Найдено незначительное уменьшение величины микроискажений в объеме образца при повышении температуры и восстановление их значений при охлаждении до комнатной температуры. Выявлена корреляция между изменением параметра решетки и тепловых среднеквадратичных смещений атомов.
3. Выявлено различное изменение параметров решетки и остаточных напряжений, как по длине образца, так и в поперечном направлении.
4. Определены дозовые зависимости размеров выделений второй фазы в модельном сплаве $Fe+36\%Ni+3\%Ti$ и их плотности методом малоуглового рассеяния. Установлено, что

кривые малоуглового рассеяния нейтронов можно описать в предположении, что в образцах существуют неоднородности трех характерных размеров. Их величина составляет порядка 2-5 нм (мода 1), 7-10 нм (мода 2) и 50-80 нм (мода 3). Объемная доля мелких и средних частиц (моды 1 и 2) равны порядка нескольких процентов, а крупных – до одного процента. Плотность рассеивающих объектов с ростом их размеров падает, порядок величины составляет 10^{19} , 10^{16} , 10^{13} см⁻³ для мод 1, 2, и 3 соответственно.

5. Синтезирована дополнительная партия образцов стали X16H15M3T1 для повторного облучения флюенсами быстрых нейтронов $(1-10) \cdot 10^{19}$ см⁻².
6. Приобретен комплект пропорциональных счётчиков СИ 13Р, предназначенных для модернизации мессбауэровской установки для исследования «горячих» образцов.

По результатам проведенных научных исследований на первом этапе в 2010 году опубликовано 16 статей и подготовлено 11 докладов на конференции.

Список публикаций

Статьи в реферируемых журналах:

1. J.Dho, S.Ki, A.F.Gubkin, J.M.S.Pack, E.A.Sherstobitova. A neutron diffraction study of half-metallic ferromagnet CrO_2 nanorods// Sol. St. Commun., 2010, 150, p. 86-90.
2. E.G.Gerasimov, Yu.A.Dorofeev, A.N.Pirogov, V.S.Gaviko, N.V.Mushnikov. Magnetic phase transitions in $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ($0 < x < 1$) compounds// Journal of Physics: Conference Series (Принята в журнал).
3. N.V.Mushnikov, V.S.Gaviko, E.G.Gerasimov, P.B.Terent'ev, J.-G.Park, A.N.Pirogov. Magnetic properties of the TbNi_2Mn_x ($0 < x < 1$) cubic structure compounds// J. Phys.: Conference Series. (Принята в журнал).
4. Т.И.Арбузова, В.И.Воронин, Б.А.Гижевский, С.В.Наумов, В.Л.Арбузов, Неоднородное парамагнитное состояние нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения// ФТТ, 52 вып. 6 (2010) стр. 1143-1151.
5. В.И.Бобровский. Описание формы линии брэгговских пиков в порошковых нейтронных дифрактометрах с учетом пространственных эффектов// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2010, в. 2. с. 01-09.
6. В.И.Бобровский, В.И.Воронин, И.Ф.Бергер. Об учете пространственных эффектов при описании разрешения порошковых нейтронных дифрактометров// ФТТ, 2010, т. 52, в. 5, с. 946-949.
7. Э.З.Валиев, В.И.Воронин. Кристаллическая структура, намагниченности подрешеток и спин-переориентационный переход в соединении $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.18}$ // ФТТ, 2010, т. 52 в. 5 с. 870-873.
8. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, Ю.Н.Горностырёв, В.Н.Урцев, Р.Кузнецов, А.В.Шмаков. Состав цементита в зависимости от температуры: нейтронография *in-situ* и результаты *ab-initio* расчетов// Письма в ЖЭТФ, 91 вып. 3 (2010) стр. 154-157.
9. С.В.Дубинин, В.И.Максимов, В.Д.Пархоменко. Особенности электронного и магнитного состояний бинарного соединения Y_3Co в системе твердых растворов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$ //ФТТ, 2010, т. 52, в. 4, с. 700-703.
10. С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, В.И.Максимов, В.Д.Пархоменко, Н.Н.Колесников, А.В.Королев. Структура и магнетизм кристаллов полупроводниковых соединений $(\text{Gd}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Se}_3$ ($x=0-0.04$) // ФТТ, 2010, т. 52, в. 5, с.1034-1037.
11. Н.И.Коуров, Ю.В.Князев, А.В.Королев, В.Г.Пушин, Ю.А.Дорофеев. Влияние интенсивной пластической деформации на свойства антиферромагнетика Pt_3Fe //ФТТ, 2010, т. 52, в. 2, с. 296-301.

12. Ю.Н.Михайлов, В.А.Казанцев. Влияние нейтронного облучения на длинноволновые магнитные возбуждения в $Zn_{0.60}Ni_{0.40}Fe_2O_4$ -феррите// ФТТ, 2010, т. 52, в. 5, с. 894-893.
13. А.Е.Теплых, А.Н.Пирогов, А.Г.Кучин. Магнитная структура интерметаллических соединений $Ce_2Fe_{17-x}Mn_x$ //ФТТ, 2010, т. 52, в. 5, с. 866-869.
14. Ю.Г.Чукалкин, А.Е.Теплых, Д.Г.Келлерман, В.С.Горшков, Эффекты структурного разупорядочения в окисных манганитах и титанатах лития // ФТТ, 2010, т.52 в. 5 , с. 942-945.
15. A.F. Sadykov, Yu.V. Piskunov, V.V. Ogloblichev, I.Yu. Arapova, A.P. Gerashchenko, A.L. Buzlukov, S.V. Verkhovskii, I.A. Leonidov. Inhomogeneous State of the Electron System in $BaPb_{1-x}Sb_xO_3$ Superconducting Perovskites: The ^{207}Pb NMR Study// JETP Letters, 2010, Vol. 91, No. 5, pp. 245–250.
16. V.V. Shchennikov, S.V. Ovsyannikov, G.V. Vorontsov, V.V. Kulbachinskii. High-pressure thermopower technique and its application// Journal of Physics: Conference Series, 2010, V. 215, 012185.

Направлены в печать

1. В.Л.Арбузов, Б.Н.Гощицкий, С.Е.Данилов, Ю.Н.Зуев, А.Е.Карькин, В.В.Сагарадзе. Радиационные дефекты и водород в аустенитной и аустенитно-мартенситной сталях при низкотемпературном нейтронном облучении // ФММ.
2. В.Л.Арбузов, Б.Н.Гощицкий, В.В.Сагарадзе, С.Е.Данилов. Накопление и отжиг радиационных дефектов при электронном и нейтронном низкотемпературных облучениях в ODS-сплавах и сплавах Fe-Cr // ФММ.
3. В.В.Сагарадзе, В.А.Шабашов, А.В.Литвинов, В.М.Колосков, В.Д.Пархоменко. Радиационно-индуцированное растворение частиц интерметаллидов Ni_3Me (Ti, Al, Zr) в каскадах смещения в процессе облучения Fe-Ni-Me сплавов нейтронами при 340K // ФММ.
4. Ю.Г.Чукалкин, А.Е.Теплых, А.Н.Пирогов, Д.Г.Келлерман. Магнетизм манганита $LiMn_2O_4$ в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях // ФТТ.
5. С.Г.Богданов, Ю.А.Дорофеев, А.Н.Пирогов, Ю.Н.Скрябин, А.Е.Теплых, Л.М.Шарыгин. Атомная и субатомная структура твердых растворов оксидов циркония и кальция // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.
6. E.A. Sherstobitova, A. Gubkin, L.A. Stashkova, N.V. Mushnikov, P.B. Terent'ev, D.Cheptiakov, A.E. Teplykh, Junghwan Park and A.N. Pirogov. Crystal Structure of $ErFe_2D_{3.1}$ AND $ErFe_2H_{3.1}$ at 450 K// Journal of Alloys and Compounds, 2010, V. 500, Issue 1, P. L1-L16.

Доклады на международных и российских конференциях:

IV Euro-Asian Symposium on Magnetism: Nanospintronics. EASTMAG – 2010, June 28 – July 2 2010, Ekaterinburg, Russia

1. Yu.G.Chukalkin and A.E.Teplykh. Magnetic state of $Y_3Fe_{5-x}Sc_xO_{12}$ garnets.
2. A.N.Pirogov, S.G.Bogdanov, Y.N.Choi, E.V.Rozenfeld, Y.Choi, Yu.N.Skryabin. Spin-reorientation transition in rare-earth intermetallics.
3. A.E.Teplykh, S.G.Bogdanov, Y.Choi, N.V.Kudrevatykh, A.Pirogov, A.G.Popov, Yu.N.Skryabin, V.P.Vyatkina. Determination of texture degree of NdFeB-magnets by means of neutron diffraction.
4. E.A.Sherstobitova, A.F.Gubkin, A.V.Korolev, N.V.Baranov. Frustrated magnetic state in the Tb_5Pd_2 .
5. E.Z.Valiev, V.A.Kazantsev, N.V.Mushnikov. The influence of the magnetoelastic interaction on a lattice contribution to entropy in ferromagnets with the giant magnetocaloric effect.

Другие конференции:

6. V.V. Shchennikov, S. V. Ovsyannikov, J.V. Tepikina, A.Yu. Derevskov. Pressure-tuned thermoelectric (TE) and thermo-magnetic (TM) sintered diamonds devices// 21st European Conference on Diamond, Diamond- Like Materials, Carbon Nanotubes, and Nitrides, 5-9 September 2010, Budapest, Hungary
7. V.V. Shchennikov, S. V. Ovsyannikov, G.V. Vorontsov, Vs.V. Shchennikov. Thermoelectric parameters of multi-phase systems depending on configuration and concentration of phase inclusions// 2nd International conference on Engineering Optimization, Lisbon, Portugal, September 2010.
8. V.V. Shchennikov, S. V. Ovsyannikov, G.V. Vorontsov, Vs.V. Shchennikov. The model of multi-phase systems with variable configuration of inclusions and its applications// 2nd International conference on Engineering Optimization, Lisbon, Portugal, September 2010.
9. V.V.Shchennikov, V. I. Voronin, I. F. Berger, Yu. N. Lopatin, M. A. Shvecova, Yu. V. Tepikina. High-pressure testing of iron ore// 48th European High Pressure Research Group Conference, Uppsala (Sweden), 25-29 July 2010.
10. V.V.Shchennikov, S.V.Ovsyannikov, G.V.Vorontsov, J.V.Tepikina, Vs.V.Shchennikov, M.A.Shvetsova. Properties of multi-phase materials at extreme conditions// 14th International Conference on Liquid and Amorphous Metals, University of Roma "La Sapienza", Italy, July 11-16, 2010.
11. S. V. Ovsyannikov, X. Wu, V. V. Shchennikov, A. E. Karkin, Y. V. Tepikina, G. M. Manthilake, N. Dubrovinskaya, L. Dubrovinsky. High-pressure high-temperature synthesis and characterization of Ti_2O_3 and some other sesquioxides// 48th European High Pressure Research Group Conference, Uppsala (Sweden), 25-29 July 2010.