

Учреждение Российской академии наук
Ордена Трудового Красного Знамени
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ
Уральское отделение (ИФМ УрО 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. № 2311/4

УТВЕРЖДАЮ:
Директор Института,
академик РАН



В.В.Устинов

26 » сентября 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 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ, ОБОБЩЕНИЕ И ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

(заключительный)

Этап четвертый

Шифр 2009-07-1.8-00-03-024

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

Научный руководитель,
чл.-корр. РАН

Б.Н.Гощицкий

подпись, дата 25.09.10

Екатеринбург 2010

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы
член-корр. РАН

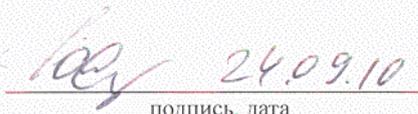


подпись, дата

29.09.10

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

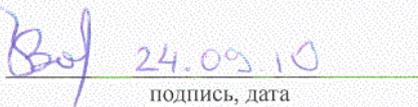
Основные
исполнители темы:
Зав. отделом работ на
атомном реакторе
ИФМ УрО РАН,
д.ф.-м.н., профессор



подпись, дата

Ю.Н. Скрябин
(1, 3, Приложение)

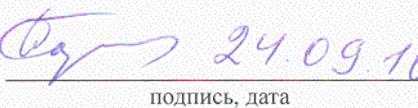
ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

В.И. Бобровский
(2)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

С.Г. Богданов
(1.1, 1.2, 1.15, 1.17)

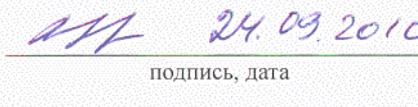
вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.



подпись, дата

Э.З. Валиев
(1.1, 1.8, 1.17)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

В.И. Воронин
(1.3, 1.5, 1.10, 1.11,
1.12, 1.15)

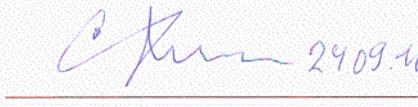
ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

А.П. Вохмянин
(1.1, 1.5, 1.7)

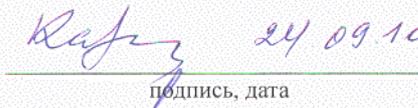
вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.



подпись, дата

С.Ф. Дубинин
(1.3, 1.4, 1.10, 1.12,
1.15)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

В.А. Казанцев
(1.2, 1.6, 1.9)

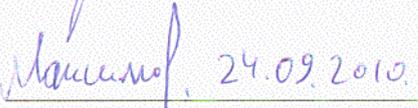
вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.



подпись, дата

А.Е. Карькин
(1.11, 1.12, 1.13)

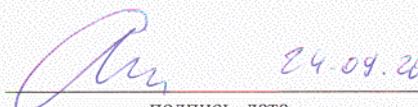
научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

В.И. Максимов
(1.2, 1.6, 1.7, 1.15)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



подпись, дата

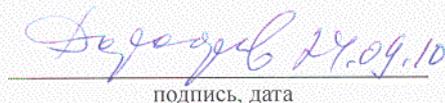
А.Е. Теплых
(1.1, 1.5, 1.6)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата

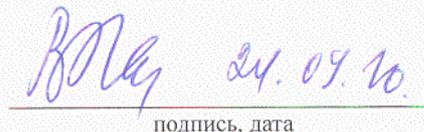
А.Н. Пировов
(1.1, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8,
1.9, 1.12)

ст. научн. сотр.
к.ф.-м.н.


подпись, дата

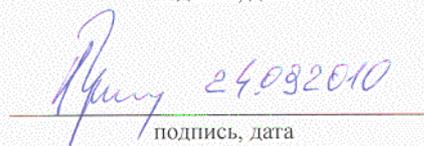
Ю.А.Дорофеев
(1.1, 1.2)

рук. группы,
к.ф.-м.н.


подпись, дата

В.Д. Пархоменко
(1.3, 1.4, 1.12, 1.14,
1.15, 1.16, 1.17)

вед. научн. сотр.,
д.ф.-м.н.


подпись, дата

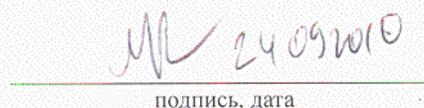
Ю.Г. Чукалкин
(1.2, 1.5, 1.17)

ст. научн. сотр.
к.ф.-м.н.


подпись, дата

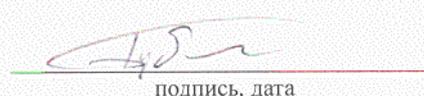
Ю.Н.Михайлов
(1.4, 1.6)

научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата

Е.А. Шерстобитова
(1.1, 1.6, 1.8, 1.9, 1.12)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.


подпись, дата

А.Ф.Губкин
(1.1, 1.6, 1.8, 1.9, 1.12)

ст. научн. сотр.
к.х.н.


подпись, дата

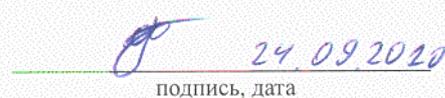
Н.В.Проскурнина
(1.10)

ст. научн. сотр.
к.ф.-м.н.


подпись, дата

В.В.Щенников
(1.5, 1.7, 1.11)

м.н.с.


подпись, дата

Г.В.Воронцов
(1.5, 1.7, 1.11)

м.н.с.


подпись, дата

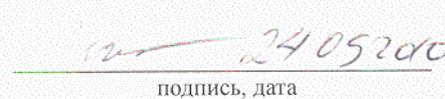
И.А.Комаровский
(1.5, 1.7, 1.11)

студент


подпись, дата

М.Г.Суркова
(1.10, 1.12)

м.н.с.


подпись, дата

Л.А.Сташкова
(1.1, 1.6, 1.8, 1.9, 1.12)

м.н.с.


подпись, дата

П.Б.Терентьев
(1.1, 1.6, 1.8, 1.9, 1.12)

инженер	 24.09.2010 подпись, дата	Тепикина Ю.В. (1.5, 1.7, 1.11)
аспирант	 подпись, дата	А.Ф.Садыков (1.5, 1.7, 1.11)
студент	 24.05.10 подпись, дата	М.Р.Янкиров (1.11, 1.12, 1.13)
Инженер	 24.09.2010 подпись, дата	Н.В. Морозова (1.5)
Нормоконтролер	 24.09.2010 подпись, дата	Н.А. Гоглева

РЕФЕРАТ

Отчет 98с., 10 табл., 43 рис., 2 прил.

РАССЕЯНИЕ НЕЙТРОНОВ, РАДИАЦИОННАЯ ФИЗИКА, ДЕФЕКТЫ, МАГНИТНЫЕ СТРУКТУРЫ, НАНОСТРУКТУРЫ, 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 четвертом этапе работ «Проведение дополнительных исследований, обобщение и оценка результатов исследований» в соответствии с Техническим заданием и Календарным планом проведены исследования, уточняющие, дополняющие и обобщающие полученные на предыдущих этапах результаты:

За счёт средств федерального бюджета

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава исследуемых

материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.

2. Анализ и обработка полученных результатов.
3. Подготовка публикаций результатов.

За счёт внебюджетных средств

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.
2. Анализ и обработка полученных результатов.
3. Подготовка публикаций результатов.

По результатам проведенных научных исследований в 2010 году опубликовано 20 статей, сделано 18 докладов на конференциях.

Всего за период действия Госконтракта опубликована 51 статья и сделано 49 докладов на российских и международных конференциях и семинарах.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	10
1. Научные исследования	13
1.1 Структура и магнетизм литиевого манганита LiMn_2O_4 в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях	13
1.2 Структура и магнетизм селективно разбавляемых диамагнитными ионами скандия феррогранатов $\text{Y}_3\text{Fe}_{5-x}\text{Sc}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0.45, 0.65, 0.85, 1.05$)	14
1.3 Аморфизованные интерметаллиды	15
1.4 Структурное состояния радиационно модифицированного монокристалла $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$ в области низких температур	22
1.5 Структурное состояние и магнитное упорядочение в бариевом феррите, синтезированном при высоком давлении	28
1.6 Магнитная структура $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$	29
1.7 Полуметаллические ферромагнитные CrO_2 нанотрубки	32
1.8 Магнитотепловые свойства редкоземельных интерметаллидов R_5Pd_2 (R-Tb, Ho, Er)	34
1.9 Нейтронографическое исследование влияния гидрирования (дейтерирования) на кристаллическую структуру и магнитные свойства интерметаллического соединения ErFe_2	36
1.10. Твердые электролиты	38
1.11 Сверхпроводящие пниктиды	41
1.12. Протонсодержащие оксиды церрата бария	44
1.13. Электронная структура CVD-алмаза, облученного быстрыми нейтронами	45
1.14. Углеродистые стали	46
1.15 Реакторные материалы	50
1.15.1 Исследование изменений структуры реакторных сталей при термическом старении	51
1.15.2 Исследование структуры и внутренних микронапряжений в исходной и предварительно состаренной стали 40Х4Г18Ф, облученной быстрыми нейтронами, с помощью нейтронографии высокого разрешения	52
1.15.3 Обсуждение результатов анализа нейтронограмм облученных образцов стали 40Х4Г18Ф	56
1.15.4 Исследование радиационно-индуцированных структурно-фазовых превращений, микронапряжений вблизи вакансионных кластеров, влияния выделений второй фазы на накопление радиационных дефектов, полученных при каскадном и бескасадном облучениях в реакторных материалах	57
1.16 Исследование магнитного состояния сплавов $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{1-x}\text{Mn}_x$	58
1.17 Исследование магнитной и кристаллической структур порошков NiO с различным размером частиц	61

2 Результаты, полученные на предыдущих этапах выполнения Государственного контракта	66
3 Обобщение и оценка результатов исследований	71
3.1 Постоянные магниты	72
3.2 Сильные электронные корреляции	73
3.3 Протонные проводники	74
3.4 Ферриты AB_2O_4	74
3.5 Интерметаллиды $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$	75
3.6 $Tb_{0.9}Er_{0.1}Ni_5$	76
3.7 Стали	77
4 Сведения об услугах коллективного пользования	79
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	81
Приложение А. Список публикаций	87
Приложение Б. Организации-пользователи УСУ ИВВ-2М на этапах выполнения Государственного контракта от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119	98

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ФМ	- ферромагнетик
АФМ	- антиферромагнетик
БЗС	- быстрозакаленный сплав
B_r	- остаточная магнитная индукция
ИВВ-2М	- Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-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 водородный 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 получена следующая научно-техническая продукция:

1. Данные о кристаллической, нанокристаллической и магнитной структурах и

- особенностях фазовых переходов в сплавах и соединениях;
2. Данные об особенностях фазового и структурного состояния веществ, облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами;
 3. Данные об особенностях решеточных и электронных свойств исследуемых веществ (в том числе, с наведенной радиоактивностью), определяющих их экстремальные свойства;
 4. Публикации полученных новых фундаментальных данных о структуре и свойствах исследуемых веществ в реферируемых научных журналах.

Содержание основных работ:

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.

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

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

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на четвертом этапе было запланировано провести:

За счёт средств федерального бюджета

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава исследуемых материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.
2. Анализ и обработку полученных результатов.
3. Подготовку публикаций результатов.

За счёт внебюджетных средств

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.
2. Анализ и обработку полученных результатов.
3. Подготовку публикаций результатов.

По результатам проведенных научных исследований в 2010 году опубликовано 20 статей и подготовлено и сделано 18 докладов на конференции. Всего за период действия Госконтракта опубликована 51 статья и сделано 49 докладов на российских и международных конференциях и семинарах.

1 Научные исследования

1.1 Структура и магнетизм литиевого манганита LiMn_2O_4 в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях

В процессе исследований установлено, 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 ($\mathbf{k} = 2\pi/c(0, 0, 0.44)$, $T_N = 65$ К) трансформируется в ферромагнитное ($\mathbf{k} = 0$, $T_C = 80$ К) с локальными спиновыми отклонениями в октаэдрической подрешетке.

Рисунки демонстрируют температурную эволюцию кристаллической и магнитной структур в LiMn_2O_4 в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях.

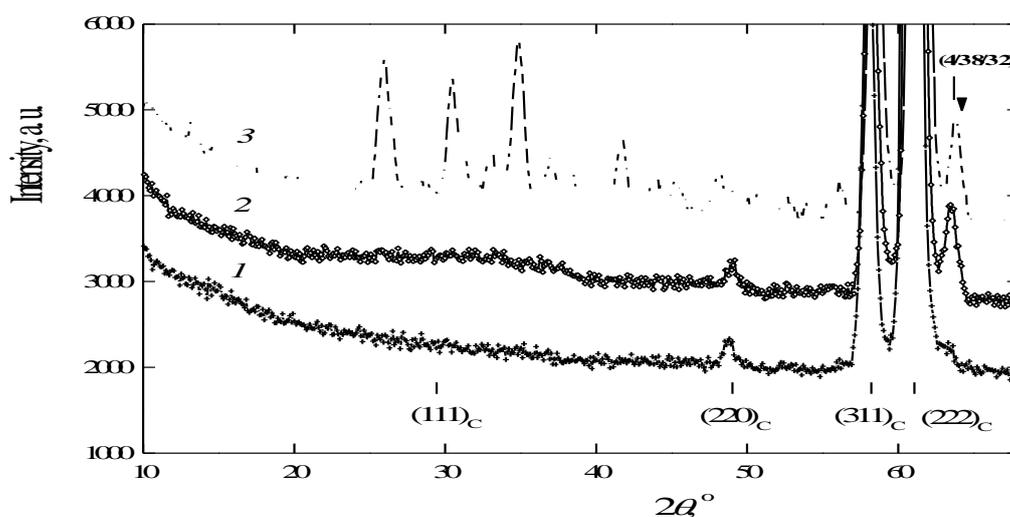


Рис. 1. Картины нейтронной дифракции ($\lambda = 0.2432$ нм) на исходном образце LiMn_2O_4 , измеренные при 300 (1), 78 (2) и 4.2 К (3). Кривые сдвинуты по вертикали относительно друг друга для наглядности. Вертикальные штрихи — положения рефлексов кубической (C) шпинели.

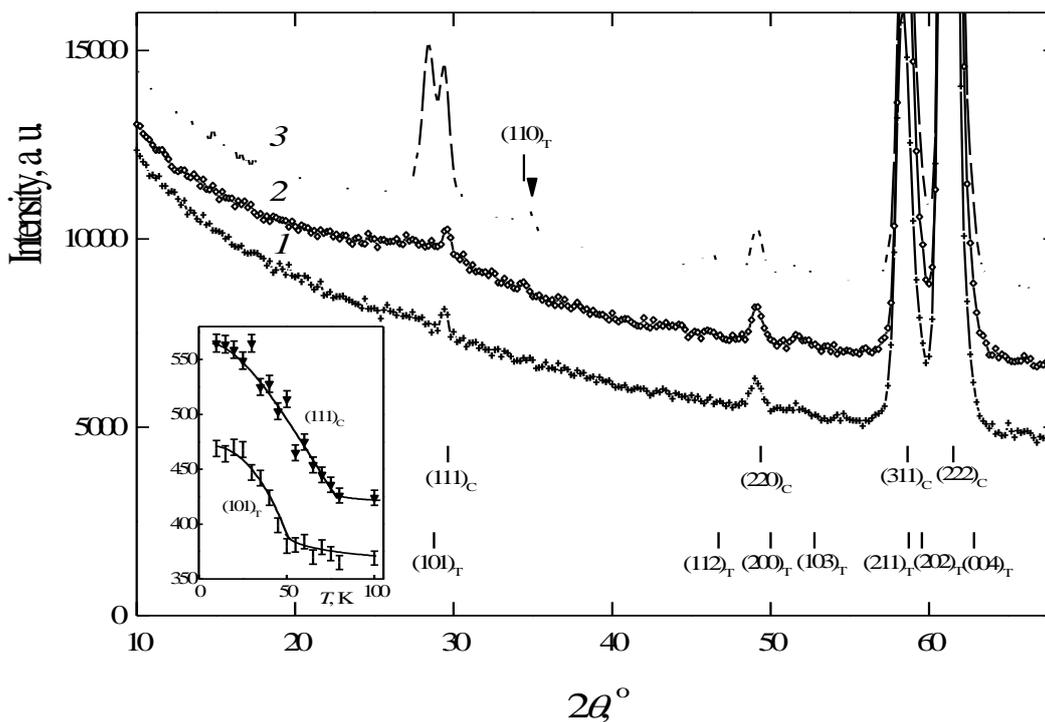


Рис. 2. Картины нейтронной дифракции ($\lambda = 0.2432$ нм) на облученном образце при 300 (1), 90 (2) и 5 К (3). Кривые сдвинуты по вертикали относительно друг друга для наглядности. Вертикальные штрихи – положения рефлексов кубической (С) и тетрагональной (Т) фаз. На вставке приведены температурные зависимости пиковой интенсивности рефлексов $(111)_C$ кубической и $(101)_T$ тетрагональной фаз.

Публикации: 1. Ю.Г.Чукалкин, А.Е.Теплых, Д.Г.Келлерман, В.С.Горишков. Эффекты структурного разупорядочения в окисных манганитах и титанатах лития// *Физика твёрдого тела*, 2010, том 52, No.5, с. 942-945. 2. Ю.Г.Чукалкин, А.Е.Теплых, А.Н.Пирогов, Д.Г.Келлерман. Магнетизм манганита $LiMn_2O_4$ в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях// *Физика твёрдого тела*, 2010 (принято в печать).

1.2 Структура и магнетизм селективно разбавляемых диамагнитными ионами скандия феррогранатов $Y_3Fe_{5-x}Sc_xO_{12}$ ($x = 0, 0.45, 0.65, 0.85, 1.05$).

Нейтронографическими и магнитными методами исследованы феррогранаты системы $\{Y_3\}[Fe_{2-x}Sc_x](Fe_3)O_{12}$. Уточнены параметры кристаллической структуры. Установлено, что отклонения от коллинеарной ферромагнитной структуры возникают при $x \sim 0.7$. 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.

Публикации: 1. Yu.G. Chukalkin and A.E. Teplykh. *Magnetic state of $Y_3Fe_{5-x}Sc_xO_{12}$ garnets*// In: *IV Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanospintronics (EASTMAG – 2010)*. Ekaterinburg, 28 June -2 July, 2010. Abstract book, p. 368. 2. Yu.G. Chukalkin and A.E. Teplykh. *Magnetic state of $Y_3Fe_{5-x}Sc_xO_{12}$ garnets*// - направлена статья в журнал "Solid State Phenomena".

1.3 Аморфизованные интерметаллиды

Проведены нейтронографические исследования образцов $Er_2Fe_{14}B$ и $Nd_2Fe_{14}B$ до и после облучения флюенсом быстрых ($E_{eff} > 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Установлено, что такое облучение приводит к полной аморфизации (см. рис. 3 и 4). Наблюдаемые острые брэгговские рефлексы на дифракционных картинах облученных образцов обусловлены примесным α -железом, которое содержится в исходном образце и не аморфизуется при облучении.

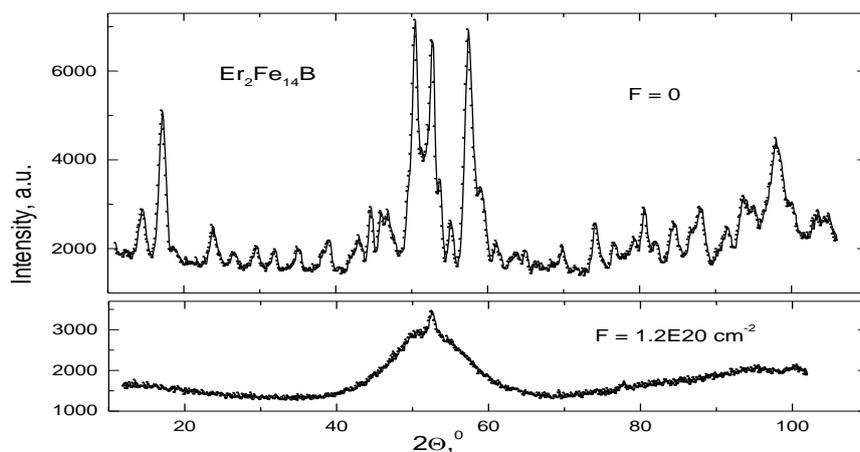


Рис. 3. Картины нейтронной дифракции при 300 К ($\lambda = 0.1805$ нм) на образце $Er_2Fe_{14}B$ до и после облучения.

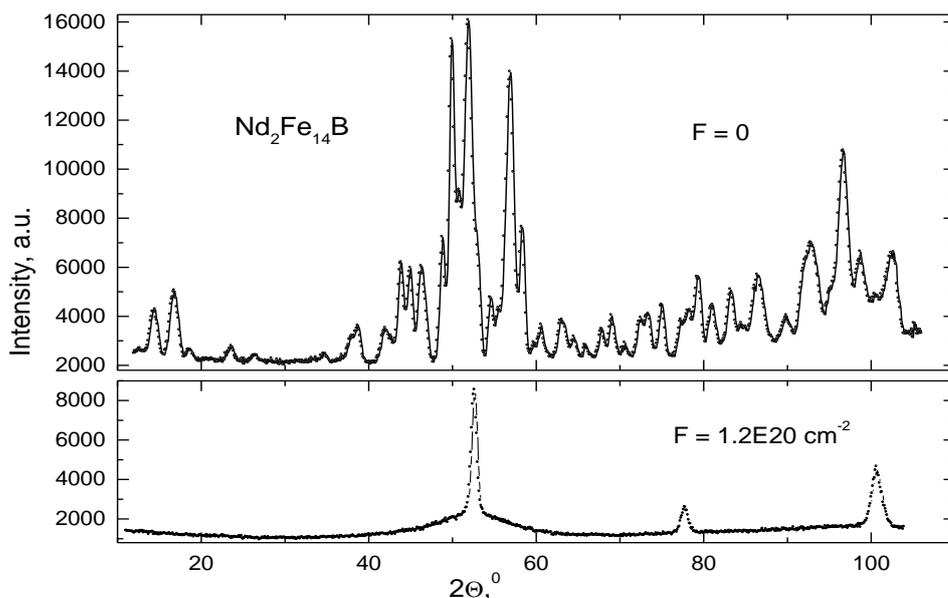


Рис. 4. Картины нейтронной дифракции при 300 К ($\lambda = 0.1805$ нм) на образце $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ до и после облучения.

Изучение магнитного состояния аморфизованных интерметаллидов представляет не только академический интерес, но может быть полезно и для практики. Известно, что интерметаллические соединения $R_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (R – редкоземельный металл) являются основными материалами для изготовления высокоэнергоемких постоянных магнитов. В частности, были получены постоянные магниты $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ с рекордными значениями энергетического произведения $(BH)_{\text{max}} > 50$ МГсЭ. Тем не менее, намагниченность таких магнитов не высока, но она может быть значительно увеличена, если реализовать в них две фазы: магнитомягкую (аморфную) и магнито жесткую (кристаллическую) фазы. Аморфная фаза $R_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, в отличие от кристаллической, в “чистом” виде практически не изучена, т.к. ее доля в реальных образцах магнитов, полученных, например, спиннингованием, мала.

На рисунке 5 приведены кривые намагничивания образцов $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в кристаллическом и аморфном состояниях, измеренные при комнатной температуре. Как следует из рисунка, аморфизация приводит к уменьшению более чем в 2 раза намагниченности при комнатной температуре. Значительно (более чем на порядок) уменьшается и коэрцитивная сила.

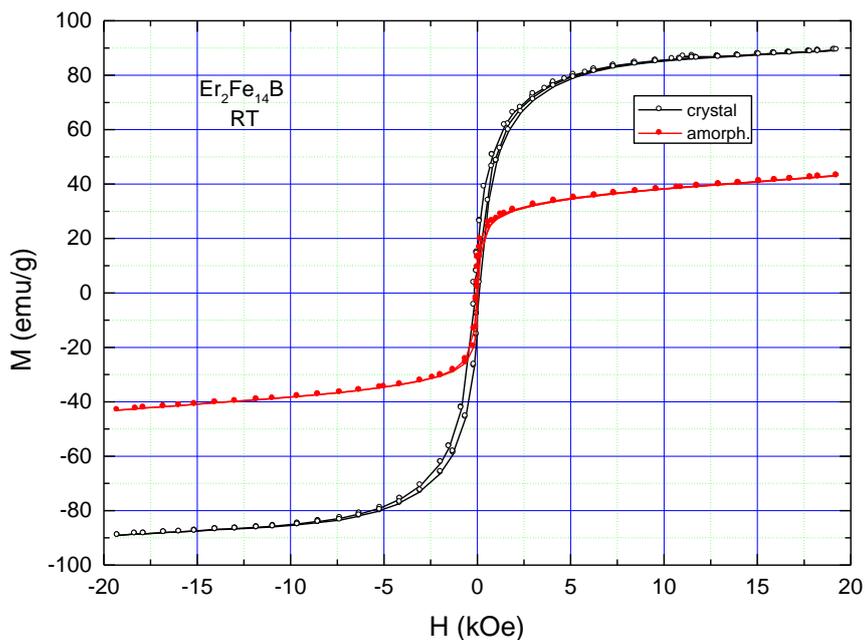


Рис. 5. Кривые намагничивания образцов $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в кристаллическом и аморфном состояниях, измеренные при комнатной температуре.

На рис. 6 приведены кривые намагничивания при 5 К. Видно, что уменьшение намагниченности при аморфизации составляет 3-5% (в магнитных полях больше 5 kOe). Существенно изменяется вид кривой намагничивания в области небольших полей, уменьшается магнитная ненасыщаемость в области высоких полей (следствие уменьшения поля анизотропии). Детальные исследования показали, что намагниченность в слабых полях сильно зависит от предыстории образца.

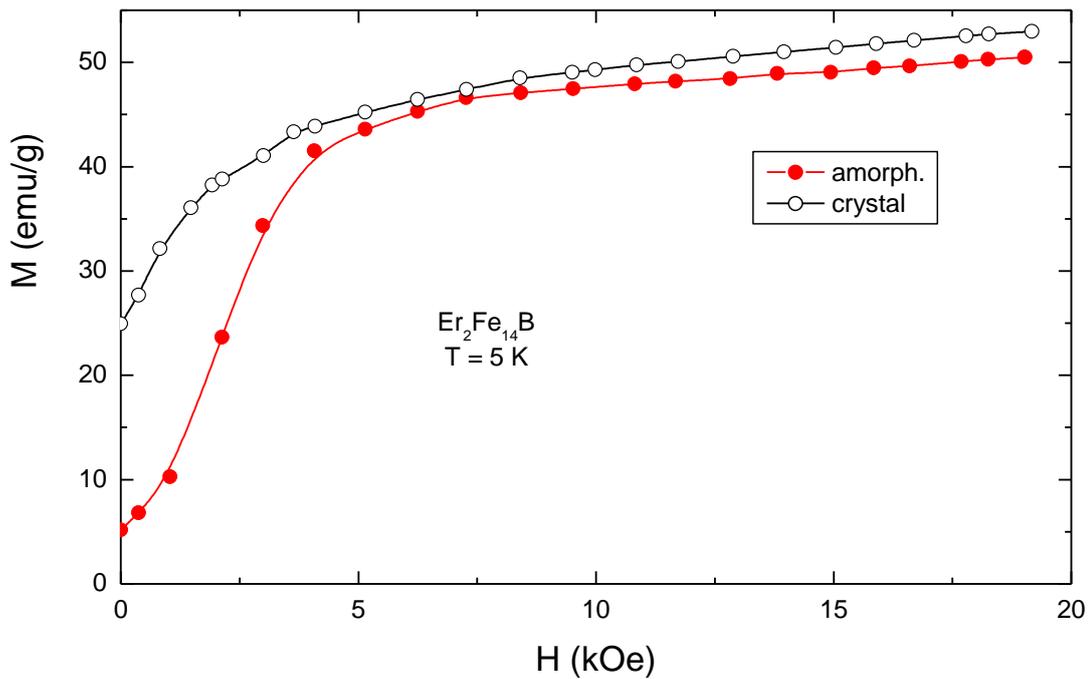


Рис. 6. Кривые намагничивания образцов $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в кристаллическом и аморфном состояниях, измеренные при 5 К.

На рис. 7 показаны температурные зависимости намагниченности аморфного образца $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, измеренные в различных магнитных полях. Светлые точки – охлаждение образца без магнитного поля, темные – охлаждение образца в магнитном поле, равном полю измерения. Как видно, на температурной зависимости намагниченности, измеренной в слабых магнитных полях, в районе $T_f \sim 70$ К наблюдается резкое уменьшение намагниченности. Ниже этой температуры наблюдаются необратимости намагниченности – существенно различаются намагниченности, полученные при охлаждении образца в магнитном поле и без поля. Возрастание магнитного поля приводит к уменьшению T_f . В магнитном поле 7 кОе аномалия отсутствует. Такое поведение намагниченности характерно для перехода систем с конкурирующими обменными взаимодействиями в так называемое “возвратное” состояние спинового стекла. Назовем температуру перехода в это состояние температурой замерзания (T_f). При охлаждении образца ниже T_f отчетливо проявляется необратимость намагниченности типичная для неэргодичных систем – намагниченность зависит от предыстории образца. Вместе с тем, образец обладает спонтанной намагниченностью. Изложенные факты дают основание формально классифицировать такое состояние, сочетающее при низких температурах типичные для ферромагнетиков и спиновых стекол свойства, как смешанное. Отвлекаясь от формального рассмотрения низкотемпературного магнитного состояния в аморфном образце, можно

утверждать, что фактически наблюдаемые эффекты свидетельствуют о возникновении при низких температурах антиферромагнитных кластеров, обменно взаимодействующих с ферромагнитной матрицей, либо отдельных антиферромагнитных связей, влияющих на ориентацию намагниченности в доменах при охлаждении образца в размагниченном состоянии.

На рис. 8 приведена температурная зависимость намагниченности аморфного образца. Температура Кюри (T_c), определенная из измерений в слабом магнитном поле (0.05 кОе), составляет 314(1) К. Из литературы известно, что T_c кристаллического $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ составляет около 550 К. Таким образом, аморфизация приводит к уменьшению температуры Кюри более чем на 200 градусов.

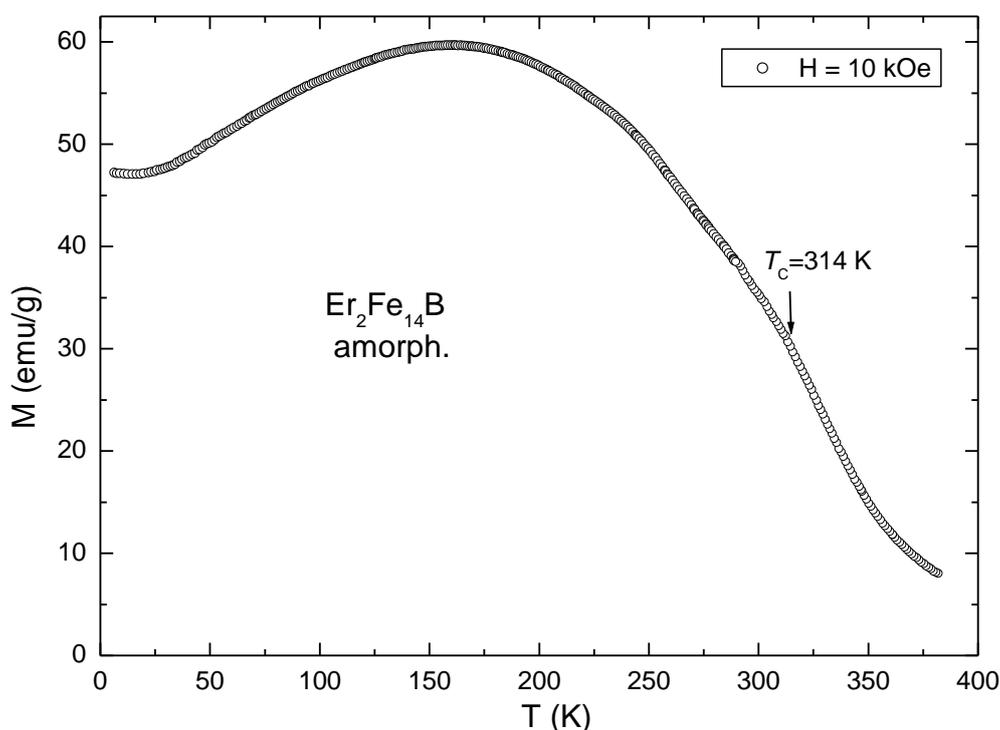


Рис. 8. Температурная зависимость намагниченности аморфного образца $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, измеренная в магнитном поле 10 кОе.

Известно, что магнитное состояние кристаллического $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в основном формируют сильное положительное обменное взаимодействие Fe-Fe и более слабое отрицательное обменное взаимодействие Er-Fe. В результате реализуется ферромагнитное упорядочение, где магнитные моменты атомов эрбиевой подрешетки антипараллельны магнитным моментам атомам железной подрешетки. Результирующий магнитный момент равен разности намагниченностей подрешеток. Характерной особенностью интерметаллидов R-Fe является сильная температурная зависимость намагниченности R-подрешетки, так как обмен R-Fe относительно слаб. В случае $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ такое поведение

Er-подрешетки приводит к появлению максимума на температурной зависимости результирующей намагниченности, который для кристаллического образца расположен несколько выше комнатной температуры.

В аморфном состоянии ферромагнитный тип упорядочения в основном, по-видимому, сохраняется, несмотря на отсутствие подрешеток в кристаллографическом смысле. В пользу этого предположения свидетельствуют следующие факты: (а) результирующая намагниченность при низкой температуре почти не изменяется при аморфизации (см. рис. 6); (б) при температуре ~ 150 К наблюдается отчетливо выраженный максимум результирующей намагниченности (см. рис. 8). Уменьшение температуры Кюри на ~ 200 К при аморфизации указывает на сильное ослабление эффективного обмена $J_{\text{эфф}}$, наибольший вклад в который вносит обмен Fe-Fe. Известно, что обмен Fe-Fe в зависимости от межатомного расстояния носит критический характер: он является ферромагнитным при $R > R_{\text{CR}} \approx (0.24-0.25)$ нм и антиферромагнитным при $R < R_{\text{CR}}$. В аморфном состоянии неизбежно должна существовать дисперсия межатомных расстояний и, следовательно, конкурирующие ферро- и антиферромагнитные взаимодействия Fe-Fe. Этот эффект и приводит, по-видимому, к уменьшению температуры Кюри, локальным спиновым отклонениям (обуславливая тем самым появление низкотемпературных особенностей магнитных свойств), небольшому уменьшению низкотемпературной результирующей намагниченности.

В кристаллическом состоянии оценить вклады подрешеток в результирующую намагниченность возможно путем измерения интенсивности соответствующих рефлексов. В аморфном состоянии это гораздо сложнее, т.к. информация скрыта в интегральной картине. С целью преодоления этой сложности нами были измерены нейтронограммы аморфного $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ при следующих температурах: 6 К, 150 К (при этой температуре, в основном, "выключается" эрбиевая подрешетка, см. рис. 8) и 360 К (т.е. выше температуры Кюри, где присутствует только парамагнитное рассеяние). Как видно на рис. 9, наблюдается четко выявляемое различие. На рис. 10 приведена разностная (6 К минус 150 К) картинка, несущая информацию преимущественно об эрбиевой "подрешетке". После внесения соответствующих поправок и статистической обработки с ней можно работать и путем Фурье преобразований восстановить магнитную корреляционную функцию в реальном пространстве.

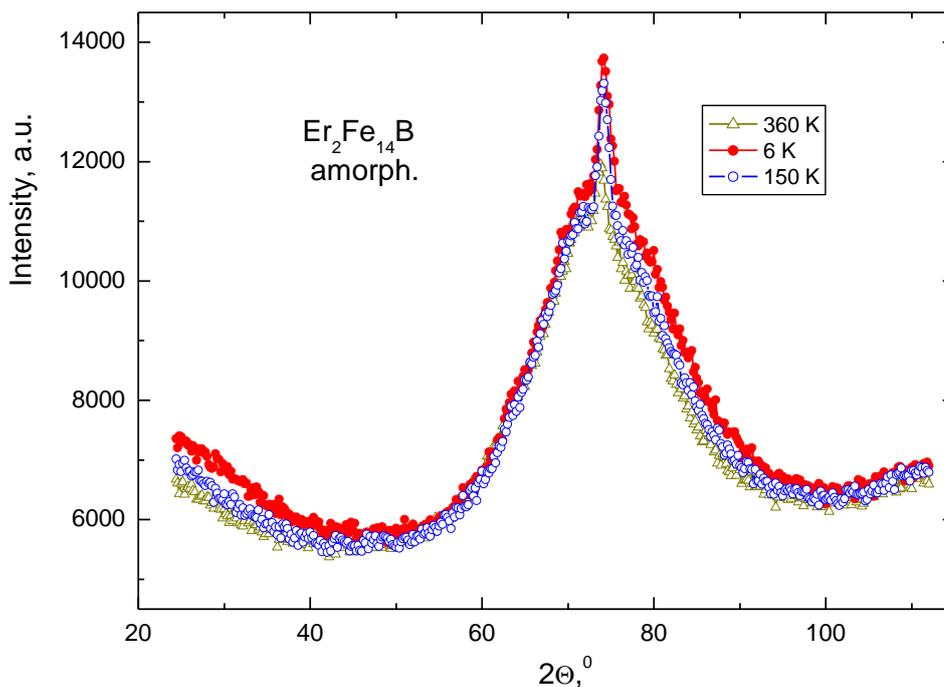


Рис. 9. Фрагмент картин нейтронной дифракции ($\lambda = 0.2432$ нм) на аморфном образце $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ при 360, 6 и 150 К.

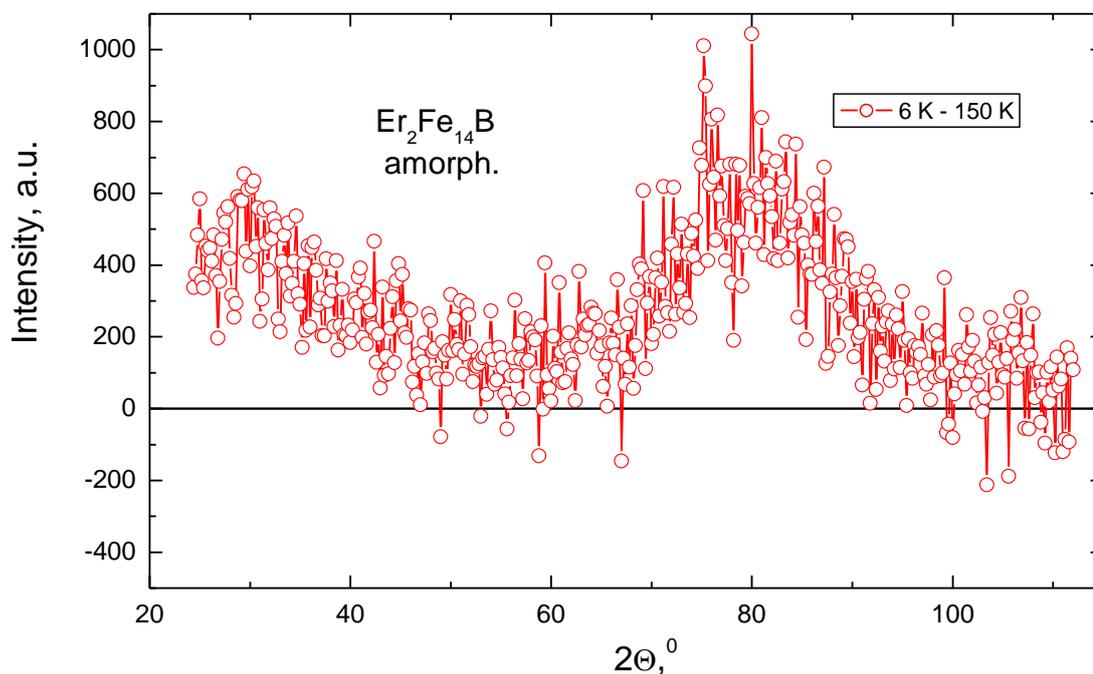


Рис. 10. Разностная картина нейтронной дифракции ($\lambda = 0.2432$ нм) на аморфном образце $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

В заключение этого параграфа отметим, что в качестве объектов исследования были выбраны образцы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, в кристаллическом состоянии обладающие

ферро- и ферримагнитным упорядочением соответственно. Аморфное состояние массивных образцов впервые получили путем облучения в ядерном реакторе ИВВ-2М флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} > 1$ МэВ) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Анализ результатов исследований показал, что в аморфном состоянии тип магнитного упорядочения в основном не изменяется. Вместе с тем, аморфизация приводит к уменьшению температуры Кюри на ~ 100 К ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) и ~ 200 К ($\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$), уменьшению коэрцитивной силы примерно на два порядка ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$), появлению низкотемпературных необратимостей намагниченности. Наблюдаемые эффекты объясняются дисперсией обменных взаимодействий Fe-Fe, возникающих как следствие дисперсии межатомных расстояний в аморфном состоянии.

Публикации: 1. Ю.Г. Чукалкин, А.Е. Теплых, А.Н. Пирогов, Ю.Н. Скрыбин, Н.В. Кудреватых. Магнетизм аморфных интерметаллидов $R_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ($R - \text{Nd}, \text{Er}$)// Тезисы на РНИКС-2010. 2. А.Е. Теплых, Yu.G. Chukalkin, S.G. Bogdanov, V.A. Kazantsev, Yu.N. Skryabin, N.V. Kudrevatykh, A.G. Popov, V.P. Vyatkin, and A.N. Pirogov. Determination of texture degree of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnets by means of neutron diffraction// In: IV Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanospintronics (EASTMAG – 2010). Ekaterinburg, 28 June -2 July, 2010. Abstract book, p. 83.

1.4 Структурное состояние радиационно модифицированного монокристалла $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$ в области низких температур

Хорошо известно, что сплавы на основе никелида титана относятся к классу промышленных материалов с большим эффектом «памяти формы». Вследствие этого никелид титана является привлекательным конструкционным материалом для использования в ядерно-физических установках. Однако низкая радиационная стойкость существенным образом ограничивает его практическое применение. Даже при облучении электронами с энергией ~ 3 MeV сплав аморфизуется.

Известно, что введение примеси железа в никелид титана стабилизирует кристаллическую структуру В2, поэтому ранее нами исследовалось влияние допирования никелида титана железом на характер дефектообразования в сплаве при нейтронном облучении. Проведенные тогда нейтронно-дифракционные структурные исследования показали, что в облученном быстрыми нейтронами монокристалле $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$ эффект аморфизации отсутствует. Однако в структурном состоянии тройного сплава наблюдались изменения. Интенсивности структурных и сверхструктурных рефлексов уменьшились примерно вдвое, наблюдался эффект малоуглового рассеяния нейтронов, существенно увеличился фон некогерентного рассеяния, выпали небольшие частицы новой фазы. Тем

не менее, сам факт сохранения атомно-упорядоченного кристаллического состояния в облученном сплаве позволял надеяться, что эффект «памяти формы» тоже сохранился. Поэтому нами было предпринято исследование структурного состояния облученного тройного сплава в низкотемпературной (78 К) области с целью обнаружения мартенситных превращений, обуславливающих эффект «памяти формы».

Исходный сплав $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ получен из электрического никеля марки Н-0, иодидного титана и высокочистого железа. Монокристалл выращен по методу Бриджмена в атмосфере гелия с предварительным вакуумированием до 10^{-3} Ра. Исходное структурное состояние – В2 – получено закалкой от температуры 1120 К в воде. Поверхностный слой закаленного образца удалялся методом химической полировки на глубину ~ 25 μm .

Для нейтрон-дифракционных измерений был изготовлен монокристаллический образец в виде цилиндра диаметром 10 мм и высотой 15 мм. Ось цилиндра совпадала с направлением кристалла [001].

Облучение проводили в активной зоне атомного реактора ИВВ-2М при температуре 340 К, поток быстрых нейтронов – $6 \cdot 10^{13}$ $\text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$, флюенс – $2.5 \cdot 10^{10}$ см^{-2} .

Эксперименты по упругому рассеянию тепловых нейтронов выполнены на специальном многоканальном дифрактометре для исследования тонкой кристаллической структуры. Длина волны нейтронов, падающих на образец, сформирована двойным кристаллом-монокроматором из пиролитического графита и германия и составляет 0.157нм.

Анализ структурного состояния радиационно-модифицированного сплава $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ удобно проводить путем сравнения картин нейтронной дифракции необлученного и облученного монокристаллов, измеренных вдоль направления [110], выше и ниже температур мартенситных превращений. Мартенситные превращения в необлученном сплаве осуществляются в последовательности $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$. При этом переход в ромбоэдрическую (R) фазу происходит при температуре $T_R = 264$ К, а переход в моноклинную (B19') фазу начинается при температуре 154 К. На рис. 11 представлены нейтронограммы необлученного и облученного образцов, измеренные вдоль направления [110] при температуре 78 К.

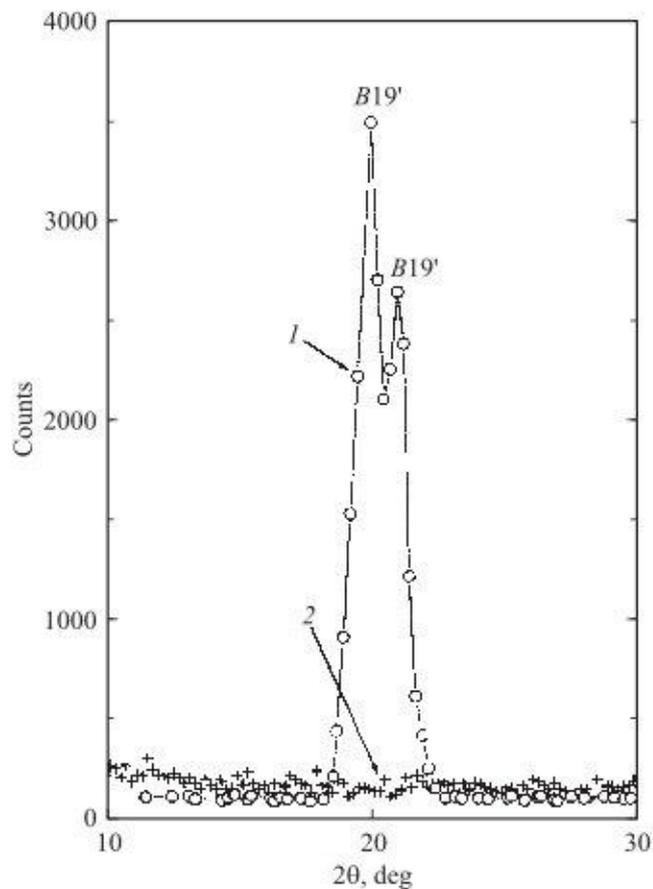
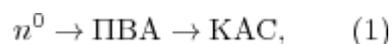


Рис. 11. Нейтронограммы, измеренные на монокристалле $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ при температуре 78 К вдоль направления [110]. 1 — необлученный, 2 — облученный ($\Phi = 2.5 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$) образец.

На нейтронограмме исходного образца видны хорошо выраженные рефлексы B19' мартенситной фазы, на нейтронограмме облученного образца эти рефлексы отсутствуют. Это обстоятельство позволяет сделать однозначный вывод, что тройной сплав $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$, подвергнутый облучению быстрыми нейтронами (флюенс $2.5 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$), мартенситных превращений не испытывает и эффект памяти формы в этом образце отсутствует.

Таким образом, проведенное исследование показало, что для сохранения эффекта памяти формы недостаточно сохранения в облученном тройном TiNi(Fe) сплаве атомно-упорядоченного кристаллического состояния.

Радиационные повреждения твердых тел быстрыми нейтронами осуществляются по схеме:



где n^0 — быстрый нейтрон, ПВА — первично выбитый нейтроном атом (РКА — primary knocked atom), КАС — каскад атомных столкновений, создаваемый ПВА в процессе

торможения в кристалле. При флюенсе быстрых нейтронов $2.5 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ практически весь объем образца охвачен каскадами атомных столкновений, и образовавшиеся радиационные дефекты – вакансии и выделения – также распределены по всему объему. Именно эти дефекты и препятствуют, по-видимому, протеканию мартенситных превращений.

Таким образом, область применения сплавов с памятью формы в нейтронных полях ограничивается областью малых значений флюенсов, когда каскадами атомных столкновений охвачена незначительная часть объема кристалла. Обсудим эту ситуацию более подробно на примере бинарного сплава $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$.

Ранее в наших работах было показано, что в области сравнительно малых значений флюенсов быстрых нейтронов $\Phi = 2.9 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ мартенситные превращения в облученном сплаве $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$ еще наблюдаются, а при флюенсе $\Phi = 8 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ уже не происходят.

Было также установлено, что аморфная фаза при флюенсе $\Phi = 8 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ либо отсутствует, либо концентрация ее незначительна, так как интенсивности структурных рефлексов облученного и необлученного образцов в пределах экспериментальной ошибки совпадают. Интенсивность же сверхструктурного рефлекса (100) уменьшилась примерно в 2 раза, что указывает на существенное радиационное разупорядочение облученного образца, степень дальнего атомного порядка которого уменьшилась до значения $S = 0.48$. Очевидно, что разупорядочение происходит в областях, охваченных каскадами атомных столкновений, которые составляют около половины объема образца. Такая концентрация разупорядоченной фазы уже достаточна для препятствия мартенситным превращениям в оставшейся нетронутой матрице. При флюенсе быстрых нейтронов $\Phi = 2.9 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ только четверть объема образца охвачена КАС, в оставшемся нетронутым объеме мартенситные превращения имеют место. В этой связи естественно предположить, что до тех пор, пока размер нетронутых каскадами атомных столкновений областей не достигнет некоего критического размера, мартенситные превращения в них происходят.

Для определения этого критического размера мы оценили протяженность и топографию КАС. С помощью программы The Stopping and Range of Ions in Matter (SRIM-2003.19) были рассчитаны каскады атомных столкновений, создаваемые первично выбитыми атомами Ni ($E_{\text{РКА}} = 68 \text{ keV}$) и Ti ($E_{\text{РКА}} = 84 \text{ keV}$) в сплаве $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$. Энергию ПВА при облучении нейтронами спектра делений оценивали по формуле

$$E_{\text{РКА}} = 4/M [\text{MeV}], \quad (2)$$

где M – массовое число атома мишени. На рис. 12 представлены два типичных примера

расчета каскадов атомных столкновений для первично выбитых атомов титана и никеля.

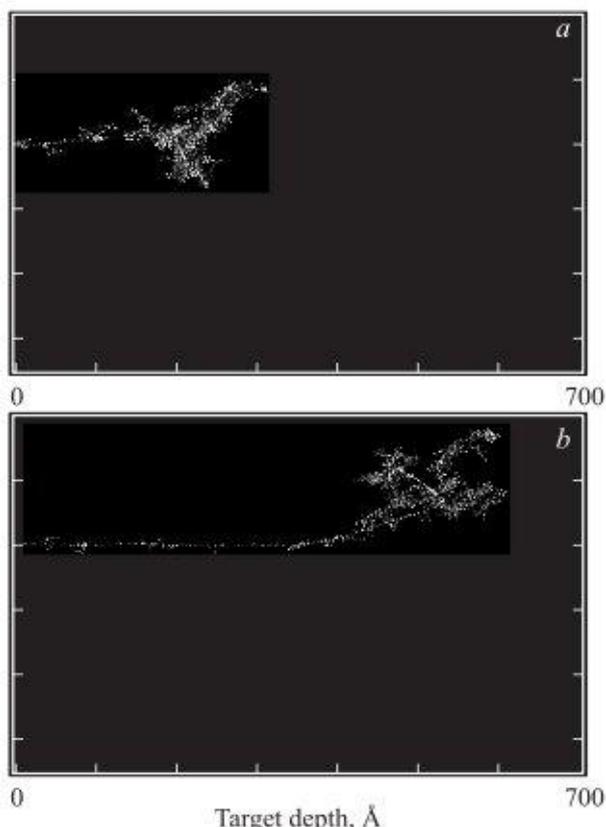


Рис. 12. Каскады атомных столкновений в $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$. а – ПВА никеля, ЕРКА = 68 keV, б – ПВА титана, ЕРКА = 84 keV.

Видно, что протяженность КАС, образованного ПВА Ti, несколько больше, чем ПВА Ni. Необходимо обратить внимание на то, что приведенные расчеты относятся к динамической стадии каскада ($\sim 10^{-12}$ - 10^{-11} сек. от начала движения ПВА) и на стадии релаксации топография дефектов претерпит существенные изменения. Тем не менее эти расчеты позволяют оценить масштаб производимых ПВА нарушений. В результате анализа картин прохождения КАС был сделан следующий вывод: каждый ПВА независимо от его типа образует одну разупорядоченную область диаметром ~ 10 нм. Будем считать, что среднее расстояние между разупорядоченными областями равно

$$l = (1/n)^{1/3} - 2R \text{ [cm]}, \quad (3)$$

где n – количество разупорядоченных областей в 1 см^3 образца, R – радиус разупорядоченных областей. Оценим величину l для флюенсов $\Phi = 2.9 \cdot 10^{19}$ и $8 \cdot 10^{19}$

см². Количество разупорядоченных областей можно определить используя выражение

$$n \approx N_{\text{РКА}} = \Phi \sigma_{\text{av}} N, \quad (4)$$

где $N_{\text{РКА}}$ – количество ПВА, Φ – флюенс быстрых нейтронов, σ_{av} – среднее сечение рассеяния, N – плотность атомов мишени. Результаты вычислений представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты расчетов каскадов столкновений.

Флюенс быстрых нейтронов, см ⁻¹	Количество разупорядоченных областей n , см ⁻³	Среднее расстояние между областями l , нм
$2.9 \cdot 10^{19}$	$8.41 \cdot 10^{18}$	390
$8 \cdot 10^{19}$	$2.32 \cdot 10^{19}$	250

На основании этих расчетов можно сделать вывод, что критический размер областей, ограничивающий протекание мартенситных превращений, равен ~ 300 нм. Это значение хорошо совпадает с размером доменов ~ 200 нм в NiTi. Естественно предположить, что в неповрежденных областях, имеющих размер меньше, чем размер доменов, мартенситные превращения не происходят. Очевидно, что в сплаве Ni₄₇Fe₃Ti, облученном быстрыми нейтронами при флюенсе $2.5 \cdot 10^{20}$ см⁻², этот критерий значительно меньше и мартенситные превращения в нем отсутствуют.

В заключение отметим основной итог выполненного исследования: показано, что легирование железом NiTi-сплава стабилизирует его кристаллическое состояние относительно воздействия быстрых нейтронов, но при высоких значениях нейтронных флюенсов мартенситные превращения в нем не происходят; сформулирован критерий устойчивости мартенситных превращений в облученных сплавах данного класса.

Публикации: В.Д.Пархоменко, С.Ф.Дубинин, В.И.Максимов. Структурное состояние радиационно-модифицированного монокристалла Ti₅₀Ni₄₇Fe₃ в области низких температур// ФТТ, 2010, т. 52, в. 10, с. 2028-2030.

1.5 Структурное состояние и магнитное упорядочение в бариевом феррите, синтезированном при высоком давлении

Ферриты с общей формулой AB_2O_4 широко применяются в различных электронных устройствах и установках. Свойства ферритов сильно зависят от способа их синтеза. К настоящему времени ферриты типа AB_2O_4 могут быть синтезированы несколькими способами: твердотельной реакцией, совместным осуждением, золь-гель процессом, высокотемпературной самораспространяющейся реакцией (ВСР). Это позволяет получать ферриты различного размера, порошки, тонкие и толстые пленки и монокристаллы. Идеальными порошками для ферритов являются малые частицы с узким распределением по размерам, высокой чистоты и гомогенности. Особенностью ВСР является ее высокая скорость образования конечного соединения, в результате чего ряд структурных характеристик (координаты атомов, коэффициенты заполнения позиций и др.) могут иметь другие значения, чем ферриты, полученные коммерческими способами синтеза. В качестве исходных веществ при ВСР берутся окислы железа, бария, никеля, цинка и железо с нанокристаллическими размерами частиц. Так как реакция включает окисление железа и разложение оксидных фаз, то важным параметром ВСР становится давление.

Целью выполненного исследования являлось получение ферритов типа AB_2O_4 при высоком давлении кислорода и изучение их основных магнитных свойств.

Образцы ферритов были получены при давлениях кислорода в интервале (0.025-0.1) МПа. Механическое измельчение образцов проводилось с помощью шаровой мельницы SPEX 5000 (США). Нейтронографические измерения были проведены на дифрактометре Д-3 с длиной волны падающих нейтронов $\lambda = 0.243$ нм. Морфология синтезированных образцов изучалась используя сканирующий электронный микроскоп FESEM, JSM Joel 6400 (Япония) и высокоразрешающий трансмиссионный электронный микроскоп HR-TEM, JEM 2010 (Япония). Магнитные свойства были измерены с помощью вибромагнитометра Тоёи VSH-5 (Япония).

Скорость горения ВСР составляла 4.7 мм/сек при температуре 978 °С и 13.8 мм/сек при 1331 °С, при этом скорость возрастала с повышением парциального давления кислорода. Мы нашли, что зависимость скорости горения от температуры горения, численно описывается соотношением Аррениуса в следующей форме

$$rate = A \exp(T/B - 1)(P_{O_2})^n,$$

где предэкспоненциальный член (A), константа (B) и степень давления кислорода (n) равны соответственно 21.8, 1331 и 0.2.

Основная фаза ($Ba,ZnFe_2O_4$) имеет структуру шпинели (пр. г. $Fd\bar{3}m$) с параметрами решетки 0.8426 нм. Мы идентифицировали следующие примесные фазы: ZnO (пр. группа

$P 6_3mc$) с параметрами $a=3.250 \text{ \AA}$, $c=5.196 \text{ \AA}$; Fe_2O_3 (пр. гр. $R - 3c$) с $a=5.031 \text{ \AA}$ и $c=13.735 \text{ \AA}$; $BaZn$ (пр. гр. $P 6_3/mmc$) с $a=5.418 \text{ \AA}$ и $c=19.982 \text{ \AA}$; $ZnFe_2O_4$ (пр. гр. $P nma$) с $a=19.051 \text{ \AA}$, $b=5.392 \text{ \AA}$ и $c=8.448 \text{ \AA}$. Отметим, что образцы, синтезированные под большим давлением кислорода, имели несколько меньший параметр решетки (меньше, примерно, на 0.002 \AA).

По данным электронной микроскопии мы нашли, что размер частиц образцов, полученных после измельчения в шаровой мельнице в течение 2 часов, составляет, около 100 нм. Последующее измельчение порошков в течение 2 часов позволило получить образцы с размером частиц, около, 10 нм. Следовательно, с помощью ВСП и последующего механического измельчения порошков удастся получить ферриты и наноразмерными частицами. Чтобы выявить их основные магнитные свойства, мы провели измерения максимальной намагниченности (M_s), остаточной намагниченности (M_r), коэрцитивной силы (H_c) и восприимчивости (χ).

Значения M_s , M_r , H_c и χ существенно зависят от состава образца и давления кислорода во время синтеза. Например, в случае ферритов $Li_{0.34}Ni_{0.16}Zn_{0.60}Fe_2O_4$ величина $M_s=9.30 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$, $M_r=1.30 \text{ A}\cdot\text{A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$, $H_c=5160 \text{ A/м}$ и $\chi=0.018 \text{ м}^3/\text{кг}$. Сравнение этих значений с литературными данными для никель-цинковых ферритов показывает, что частичное замещение цинка литием (бором) позволяет увеличить максимальную и остаточную намагниченность и коэрцитивную силу, например, величина H_c возрастает, почти, на 300%. Вместе с тем, такое замещение вызывает понижение восприимчивости, примерно, на 70%.

Итак, синтез ферритов типа AFe_2O_4 с помощью высокотемпературной самораспространяющейся реакции и механического измельчения в шаровой мельнице позволяет синтезировать нанокристаллические образцы с размером частиц около, 100 \AA . Средняя температура горения и скорость распространения составляют соответственно $(978 - 1331)^\circ\text{C}$ и $(4.7 - 13.8) \text{ мм/сек}$. Температура горения и скорость распространения реакции возрастают с повышением парциального давления кислорода во время синтеза. Скорость формирования образцов ферритов численно описывается с помощью соотношения Аррениуса. Результаты нейтронографических измерений свидетельствуют, что образцы имеют основную кристаллическую фазу (структура шпинели) и несколько примесных фаз. Частичное замещение цинка в никель-цинковых ферритах позволяет увеличить максимальную и остаточные намагниченности и, особенно, коэрцитивную силу.

1.6 Магнитная структура $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$

Тройные интерметаллические соединения типа RM_2X_2 , где $M - 3d, 4d$ или $5d$ переходный металл, $X - Si$ или Ge , показывают широкий спектр физических свойств от

сверхпроводимости до тяжело-фермионного поведения. Эти соединения можно рассматривать как природные сверхрешетки, так как слои с магнитными атомами отделены друг от друга слоями с немагнитными атомами: -R-X-M-X-R-. Среди них соединения с $M=Mn$ выделяются уникальным набором магнитных фазовых переходов из-за необычной корреляции между между внутрислоевым расстоянием Mn-Mn (d_{Mn-Mn}) и межслоевым упорядочением магнитных моментов ионов марганца. Критическое Mn-Mn расстояние равно, приблизительно, $d_c = (0.285 - 0.287)$ нм при комнатной температуре. Как правило, если $d_{Mn-Mn} > d_c$, то марганцевые слои упорядочены ферромагнитно вдоль оси с. Если $d_{Mn-Mn} < d_c$, то имеет место антиферромагнитное упорядочение в этих слоях. Внутри слоевое расстояние d_{Mn-Mn} можно изменять как приложением давления так замещением редкоземельного иона другими ионами. Несмотря на большое число статей, посвященных этим соединениям, природа вышеуказанной корреляции не ясна до сих пор.

Чтобы выявить на природу этой корреляции мы провели нейтронографическое исследование магнитной структуры соединений $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$ ($0 < x < 1.0$), в которых внутрислоевое расстояние d_{Mn-Mn} непрерывно изменяется от $d_{Mn-Mn} > d_c$ ($LaMn_2Si_2$) $d_{Mn-Mn} < d_c$ ($TbMn_2Si_2$ и $DyMn_2Si_2$). Ионы тербия и диспрозия обладают одним типом (с-ось) анизотропии, но ее величина для ионов Tb значительно выше, чем для ионов Dy. Кроме того, обменные взаимодействия Tb-Mn и Tb-Tb превосходят обмен между Dy-Mn и Dy-Dy ионами. Следовательно, исследование систем соединений $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$ позволяет выяснить роль d_{Mn-Mn} расстояния, магнитной анизотропии и обмена в формировании магнитной структуры и свойств интерметаллидов типа RM_2X_2 .

Нейтронографические исследования были проведены на нейтронном дифрактометре Д-3 (атомный реактор ИВВ-2М). Магнитные измерения были выполнены на SQUID магнитометре Института физики металлов.

Замещение ионов лантана на ионы диспрозия (тербия) сопровождается постепенным уменьшением параметров решетки и объема элементарной решетки. Критическое расстояние d_c достигается при $x \sim 0.27$ для системы $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $x \sim 0.35$ в случае $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$. Большее значение d_c в случае соединений с тербием является ожидаемым, так как ионный радиус тербия больше, чем радиус диспрозия, и, следовательно, требуется большее замещение для достижения критического расстояния. Соединения $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ с $x < 0.2$ имеют температурные зависимости намагниченности $M(T)$ типичные для ферромагнетиков. Намагниченность соединений с $x > 0.2$ заметно увеличивается при температурах ниже 50 К, что указывает на упорядочение моментов Dy. При $T > 50$ К температурные зависимости аналогичны зависимостям антиферромагнетиков с максимумом при температуре Нееля $T_N = 290$ К. Подобное поведение зависимостей $M(T)$ наблюдается и для соединений $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$.

Изменения в нейтронограммах, происходящие при увеличении концентрации диспрозия (тербия) отражают изменение в магнитной структуре при 4.2 К. Мы выделили 4 типа (F, F', AF и F'') магнитного упорядочения, реализуемых в $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ в при изменении концентрации x (см. рис.13). Все четыре типа описываются волновым вектором $k=0$, но разным взаимным расположением магнитных моментов внутри слоя. В LaMn_2Si_2 моменты ионов Mn имеют ферромагнитную компоненту вдоль c -оси. В соединениях с $x=0.1$ и 0.2 ферромагнитное упорядочение c -компоненты момента Mn сохраняется, но появляется и ферромагнитный порядок моментов ионов Dy. Отметим, что магнитные моменты ионов диспрозия антиферромагнитно связаны с ферромагнитной компонентой ионов марганца. Антиферромагнитное (AF) упорядочение c -компонент Mn моментов реализуется в составах с $x = 0.27$ и 0.4 , в которых c -компоненты моментов ионов марганца, расположенных в соседних слоях, ориентированы в одном направлении. Увеличение концентрации диспрозия до $x=1.0$ снова приводит к ферромагнитному порядку c -компоненты магнитного момента ионов марганца.

Суммируя данные магнитных и нейтронографических измерений, мы построили магнитные фазовые диаграммы соединений систем $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ и $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$. В случае $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ фазовая диаграмма может быть описана следующим образом. Магнитный порядок моментов диспрозия существует только при температурах ниже 50 К. При температурах выше 50 К и ниже 300 К в составах с $x < 0.2$ имеет место ферромагнитный порядок c -компонент момента ионов марганца. В образцах с $x > 0.2$ реализуется антиферромагнитный порядок, причем T_N увеличивается с концентрацией x до 450 К.

Итак, в соответствии с общей картиной поведения магнитных свойств соединений RM_2X_2 , в исследованных нами интерметаллидах происходит переход от ферромагнитного упорядочения моментов в соседних марганцевых слоях к антиферромагнитному, когда внутрислоевое расстояние Mn-Mn равняется критическому расстоянию. По-видимому, переход от антиферромагнитного порядка к F'' ферромагнитному упорядочению обусловлен конкуренцией взаимодействий между Mn-Mn Mn-R, поскольку в соединениях $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ферромагнитный F'' порядок реализуется при более низкой концентрации редкоземельного иона, чем в соединениях с Dy.

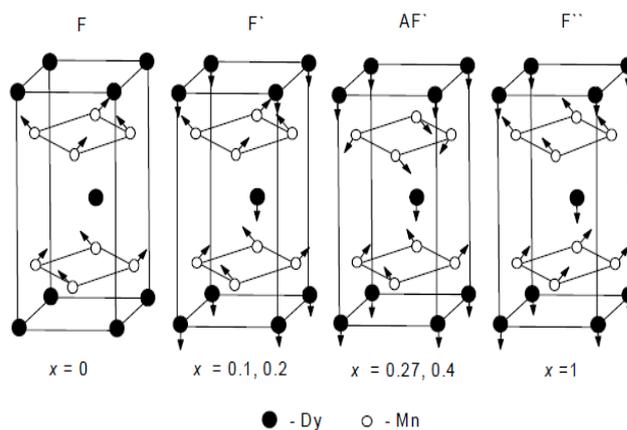


Рис.13. Магнитные структуры соединений $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ при 4.2 К.

Публикации: E.G.Gerasimov, Yu.A.Dorofeev, A.N.Pirogov, V.S.Gaviko, N.V.Mushnikov.

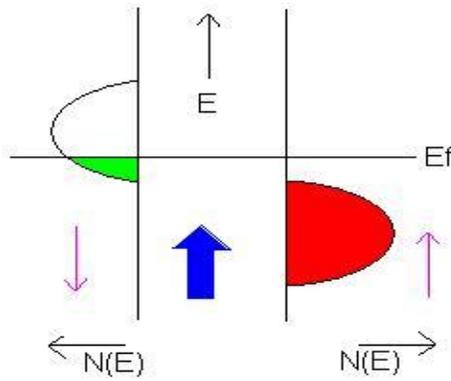
Magnetic phase transition in $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ($0 < x < 1$) compounds// J. of Physics: Conference Series, 2010, Vol. 200, 032018-4.

1.7 Полуметаллические ферромагнитные CrO_2 нанотрубки

Соединение CrO_2 принадлежит к классу объектов, называемых полуметаллическими ферромагнетиками (ПМФ). Этот класс соединений обладает свойством проводить электроны с одной ориентацией спина и является диэлектриком для электронов с противоположной ориентацией спина. Валентная зона для электронов с одним типом проекции спина, как указано на рис. 14, заполнена полностью, в то время как валентная зона для электронов с противоположной проекцией спина заполнена лишь частично.

Исследование магнитных нанокристаллов стало весьма актуальным направлением в физике твердого тела, именно, благодаря их высокой эффективности применения в наноэлектронике и спинтронике. На образцах CrO_2 в форме наностержней и нанопроволоки за последние годы был получен большой объем экспериментальных данных. Однако микроструктурные свойства данных объектов исследованы не были, поскольку CrO_2 является метастабильным оксидом и получение порошковых образцов с размером порошинки порядка нескольких микрон для порошковой дифракции является сложной технической задачей.

Впервые нами было проведено исследование микроструктурных и магнитных свойств синтезированного компанией DuPont нанопорошка CrO_2 в интервале температур от 4.5 до 450 К методом нейтронной дифракции с использованием дифрактометра высокого разрешения HRPD (длина волны $\lambda=0.18345$ нм).



Abdul Sattar UET Lahore

Рис.14. Структура валентных зон полуметаллических ферромагнетиков.

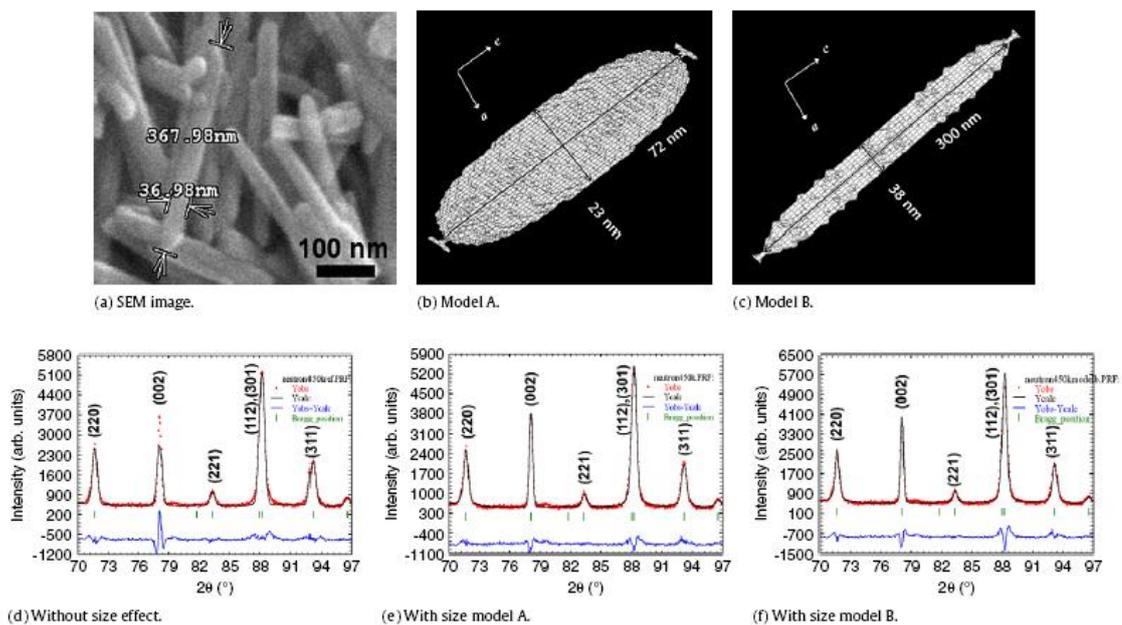


Рис.15. Фотография со сканирующего электронного микроскопа (а); схематическая форма нанотрубок по двум предложенным нами моделям (b) и (c) соответственно; результаты расчета нейтрограмм без учета размера нанотрубок (d) и с учетом двух предложенных нами моделей (e) и (f) соответственно.

На рис.15 приведены (а) фотография со сканирующего электронного микроскопа, а также схематическая форма наностержней по двум предложенным нами моделям А и В. Был проведен расчет нейтрограмм без учета размера нанотрубок и с учетом двух предложенных нами моделей А и В. Наиболее подходящей моделью, описывающей размер и форму нано CrO_2 трубок, была выбрана модель А (рис. 15), согласно которой CrO_2 нанотрубка состоит из нескольких микроскопически ориентированных зерен. Из анализа нейтрограмм был сделан вывод о том, что при понижении температуры $T < T_c$ происходило значительное сжатие вдоль направления ab параметров решетки, что приводило к апикальному искажению CrO_6 октаэдров и уменьшению соответствующих

межатомных расстояния Cr-O. Сжатие ab параметров решетки было связано со специфической формой CrO₂ наностержней. Был сделан вывод о том, что при понижении температуры вследствие апикального искажения CrO₆ октаэдров происходит локализация одного электрона на самой низкоэнергетической x_y -орбитали. Смешанные более высокоэнергетичные ($yz \pm zx$) орбитали заняты коллективизированными электронами из 3d-зоны Cr. Подобное изменение в электронной локализации может индуцировать ферромагнетизм в полуметаллах.

Публикации: Joonghoe Dho, Sanghoon Ki, A.F. Gubkin, J.M.S. Park, E.A. Sherstobitova. A neutron diffraction study of half-metallic ferromagnet CrO₂ nanorods// Solid State Communications, 2010, Volume 150, Issues 1-2, pp. 86-90.

1.8 Магнитотепловые свойства редкоземельных интерметаллидов R₅Pd₂ (R-Tb, Ho, Er)

Способность материала нагреваться (охлаждаться) при намагничивании или размагничивании внешним магнитным полем известна как магнитокалорический эффект. Параметрами, характеризующими величину магнитокалорического эффекта, являются изотермическое изменение магнитной энтропии ΔS_M и адиабатическое изменение температуры ΔT_{ad} при изменении внешнего магнитного поля. В конце 1990-х Pecharsky и Gschneidner обнаружили гигантский магнитокалорический эффект (ГМКЭ) на соединении Gd₅Si₂Ge₂ в интервале температур, близких к комнатной. Данное открытие послужило мощным стимулом к исследованию новых материалов на предмет обнаружения ГМКЭ. Интенсивные поиски вскоре привели к открытию ГМКЭ на соединении MnAs. Большое изменение магнитной энтропии ΔS_M для системы Gd₅Si₂Ge₂ изначально связывали с большим значением намагниченности насыщения ($\sim 7.1 \mu_B$) в данном соединении. Однако, гораздо большее значение ΔS_M , обнаруженное в системе MnAs с меньшей намагниченностью насыщения ($\sim 3.4 \mu_B$), а также фазовый переход первого рода, как и в системе Gd₅Si₂Ge₂, показали, что не только величина магнитного момента, но и тип фазового перехода определяют величину ГМКЭ. Ещё одним экспериментальным подтверждением данного вывода было обнаружение ГМКЭ в системах MnFeP_{0.45}As_{0.55}, демонстрирующей фазовый переход первого рода. И хотя объяснение ГМКЭ на макроскопическом уровне в соединениях, демонстрирующих фазовый переход первого рода, не вызывало затруднений, дискуссия о механизме ГМКЭ на микроскопическом уровне до сих пор остается открытой.

Современные исследования ГМКЭ в большей степени сосредоточены на соединениях, демонстрирующих фазовый переход первого рода типа беспорядок-порядок

из парамагнитного в ферромагнитное состояние. И лишь несколько работ было посвящено исследованию ГМКЭ на системах с магнитным фазовым переходом типа порядок-порядок из антиферромагнитного состояния в индуцированное ферромагнитное ErRu_2Si_2 , Ho_5Pd_2 . Особенно интересным, вследствие превосходных параметров ГМКЭ (рекордное значение относительной охлаждающей мощности в области низких температур), является состав Ho_5Pd_2 .

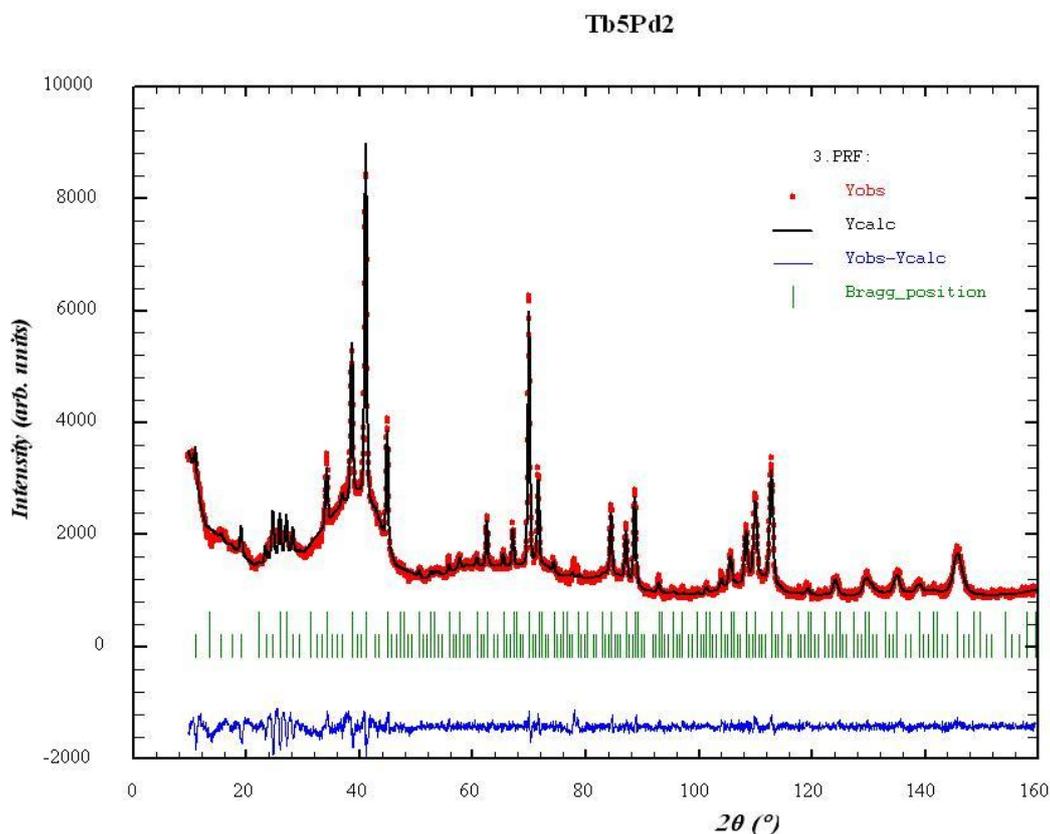


Рис. 16. Нейтронограммы соединения Tb_5Pd_2 при 5 К. Точки – экспериментальные данные, линия - расчет по предложенной модели, штрихи под нейтрограммой – положение рефлексов, кривая под нейтрограммой – разность между расчетом и экспериментом.

Однако, в имеющейся литературе информация о механизме магнитокалорического эффекта на микроскопическом уровне, магнитной структуре, магнитотепловых свойствах данного соединения отсутствует. Более того, имеющиеся в литературе данные магнитных измерений на поликристаллических составах Tb_5Pd_2 , Er_5Pd_2 , Dy_5Pd_2 дают основания предполагать наличие в данных соединениях ГМКЭ с параметрами, сравнимыми с Ho_5Pd_2 . Таким образом, целью данной работы является: установление основных факторов, определяющих механизм ГМКЭ на микроскопическом уровне в соединении с рекордным значением относительной охлаждающей мощности (RCP) Ho_5Pd_2 ; установление влияния типа редкоземельного иона на величину МКЭ в составах Tb_5Pd_2 , Er_5Pd_2 , Dy_5Pd_2 .

Нами был синтезирован первый поликристаллический образец Tb_5Pd_2 из запланированного ряда R_5Pd_2 (R-Tb, Ho, Er) интерметаллических соединений. На нем

были проведены нейтронографические исследования на дифрактометре высокого разрешения HRPD с длиной волны $\lambda=0.18345$ нм при температурах 300К, 100К, 65К, 45К, 32К и 5К. На рис.16 приведена нейтронограмма Tb₅Pd₂ при 5К. Волновой вектор магнитной структуры $\mathbf{k}=(0, 0, 0.423)$. В малых углах хорошо видны широкие максимумы магнитного диффузного рассеяния, что говорит о присутствии больших магнитных неоднородностей в соединении. На данный момент в ИФМ УрО РАН проводятся измерения магнитных свойств этого соединения, по которым будет рассчитана величина МКЭ.

Публикации: E.A. Sherstobitova, A.F. Gubkin, A.V. Korolev, N.V. Baranov. Frustrated magnetic state in Tb₅Pd₂//Trends in magnetism Nanospintronics// EASTMAG 2010VI Euro-Asian Symposium, Book of abstracts, 2010, p.81

1.9 Нейтронографическое исследование влияния гидрирования (дейтерирования) на кристаллическую структуру и магнитные свойства интерметаллического соединения ErFe₂

Большой интерес к исследованиям гидридов редкоземельных интерметаллидов типа RM₂H_x обусловлен высокой адсорбционной способностью металлической подсистемы, интригующими изменениями магнитных свойств при гидрировании и явлением водородно-индуцированной аморфизации, наблюдающейся в некоторых случаях даже при очень низких температурах и давлении водорода. Одно из таких интригующих изменений это увеличение магнитного момента 3d – переходного металла, в то время как температура Кюри значительно понижается при гидрировании.

К настоящему времени гидридам типа RM₂H_x посвящено огромное число теоретических и экспериментальных работ, тем не менее пока нет нейтронографических исследований кристаллической структуры и магнитного состояния гидридов, в которых реализуется спонтанный переход из ромбоэдрической фазы в кубическую при повышении температуры.

Нами проведены нейтронографические измерения гидрида ErFe₂H_{3.1}. Измерения выполнены в интервале температур (12 – 450)К, включающем температуру Кюри, на высокоразрешающем порошковом дифрактометре длина волны $\lambda=0.18345$ нм. Вследствие большого некогерентного рассеяния атомами водорода погрешность анализа кристаллической структуры системы ErFe₂H_x велика. Поэтому нами были синтезированы и исследованы методом нейтронной дифракции соединения ErFe₂D_{3.1} с дейтерием, обладающим сравнительно небольшим сечением некогерентного рассеяния.

При 450К анализ нейтронограмм соединений ErFe₂H_{3.1} и ErFe₂D_{3.1} показал, что распределение атомов дейтерия по позициям по сравнению с атомами водорода в

кубической ячейке типа C15 приводит к образованию сверхструктурного упорядочения (рис.17). Установлено, что кристаллическая структура $\text{ErFe}_2\text{D}_{3,1}$ при температуре $T=450\text{K}$ описывается пространственной группой F23, а не Fd3m как считалось ранее. Анализ межатомных расстояний позволил сделать вывод о том, что частичное заполнение своих позиций атомами водорода и дейтерия связано с электростатическим взаимодействием между ионами.

С понижением температуры дейтерида до 320 К на нейтронограммах возникает расщепление линий, свидетельствующее о структурном переходе в ромбоэдрическую фазу (пр. группа R-3m). При комнатной температуре дейтерид содержит кубическую

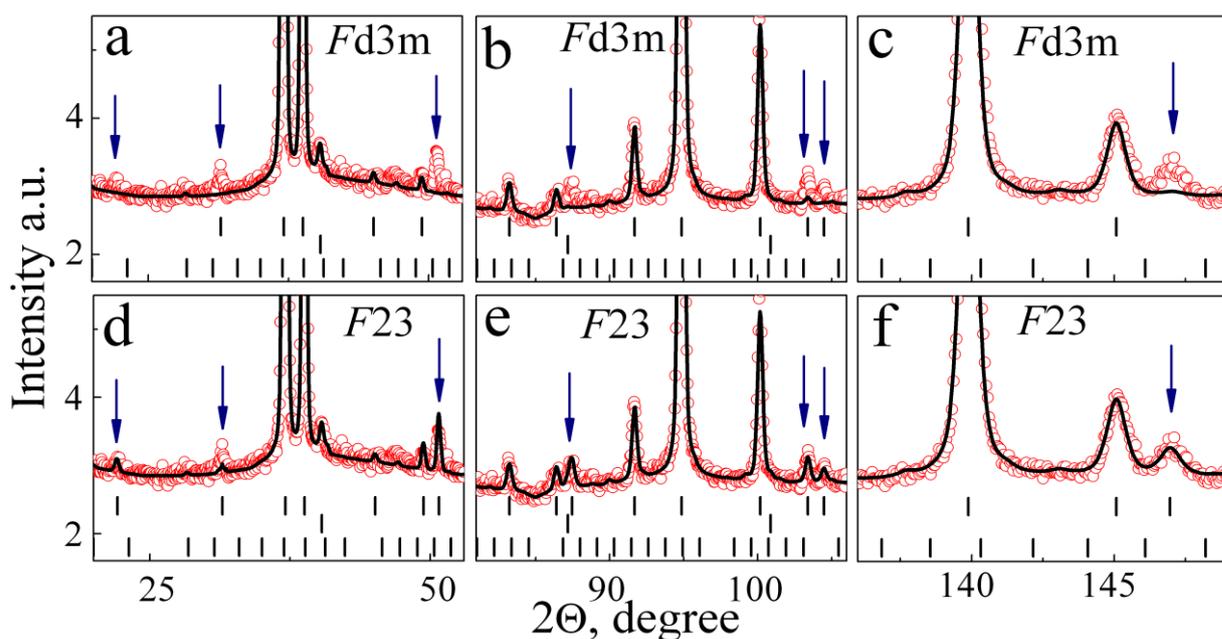


Рис. 17. Участки нейтронограммы соединения $\text{ErFe}_2\text{D}_{3,1}$ рассчитанного с помощью пространственной группы Fd3m (a),(b),(c) и F23 (d),(e),(f) SG при температуре $T=450\text{K}$. Линия – расчет по предложенной модели. Первая линия штрихов под нейтронограммой соответствует рефлексам от пространственной группы Fd3m (a,b,c) или F23 SG (d,e,f); вторая линия штрихов – ванадиевому контейнеру; третья – примеси соединения Er_2O_3 . Сверхструктурные рефлексy которые не могут быть описаны в Fd3m SG, помечены стрелками.

и ромбоэдрическую фазы с параметрами решеток $a=7.766\text{Å}$ – кубическая фаза и $a=5.556\text{Å}$ и $c=13.267\text{Å}$ – ромбоэдрическая фаза. Переход заканчивается при 250 К. Такой же переход в гидриде полностью заканчивается при 300 К, что на 50 К выше, чем в случае дейтерида.

При 12 К магнитная структура гидрида и дейтерида описывается волновым вектором $\mathbf{k}=0$, а намагниченности эрбиевой и железной подрешеток антипараллельны друг другу. Величина намагниченности Fe ионов равна $1.8\mu_B$, что несколько выше, чем намагниченность Fe ионов в исходном сплаве ErFe_2 . Напротив, намагниченность эрбиевых ионов уменьшилась при гидрировании с $8.8\mu_B$ (в исходном сплаве) до $4.3\mu_B$ в дейтериде.

Температуры Кюри для дейтерида и гидрида примерно одинаковы и составляют около 430К, что почти на 200 К ниже, чем T_C исходного сплава $ErFe_2$.

Полученные данные позволяют предположить, что обменное Er-Fe взаимодействие обуславливает значительный вклад в температуру Кюри гидридов и дейтеридов, тогда как в негидрированных соединениях этот вклад относительно невелик.

Публикации: E.A. Sherstobitova, A. Gubkin, L.A. Stashkova, N.V. Mushnikov, P.B. Terent'ev, D. Cheptiakov, A.E. Teplykh, Junghwan Park, A.N. Pirogov. Crystal structure of $ErFe_2D_{3,1}$ and $ErFe_2H_{3,1}$ AT 450 K// Journal of Alloys and Compounds, In Press.

1.10. Твердые электролиты

Моноалюминат калия $KAlO_2$ является одним из наиболее перспективных твёрдых электролитов с калий - катионной проводимостью, известных к настоящему времени. Хотя при комнатной температуре он имеет довольно низкую электропроводность, $10^{-6} - 10^{-7} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, с повышением температуры она быстро возрастает и достигает довольно высокого значения $\sim 3 \cdot 10^{-3} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ при температуре 540°C , увеличиваясь на 4 порядка. Выполненные ранее высокотемпературные исследования показали, что до этой температуры симметрия решетки и тип кристаллической структуры не изменяются. Поскольку подробного анализа структурных особенностей низкотемпературной модификации $KAlO_2$ проведено не было, не был получен и ответ, какие изменения в решетке приводят к такому колоссальному росту электропроводности. Мы выполнили прецизионные нейтронографические эксперименты на дифрактометре высокого разрешения и провели более полный анализ структуры при комнатной температуре. Для подтверждения выводов о траекториях движения проводящих катионов, сделанных из геометрических соображений, мы дополнили наш анализ расчетом возможных путей миграции методом построения графа Вороного-Дирихле, реализованного в программном комплексе "ТОПОС".

На рис.18 приведены экспериментальная (точки) и расчетная (линия, огибающая экспериментальные точки) нейтронограммы соединения $KAlO_2$ при комнатной температуре.

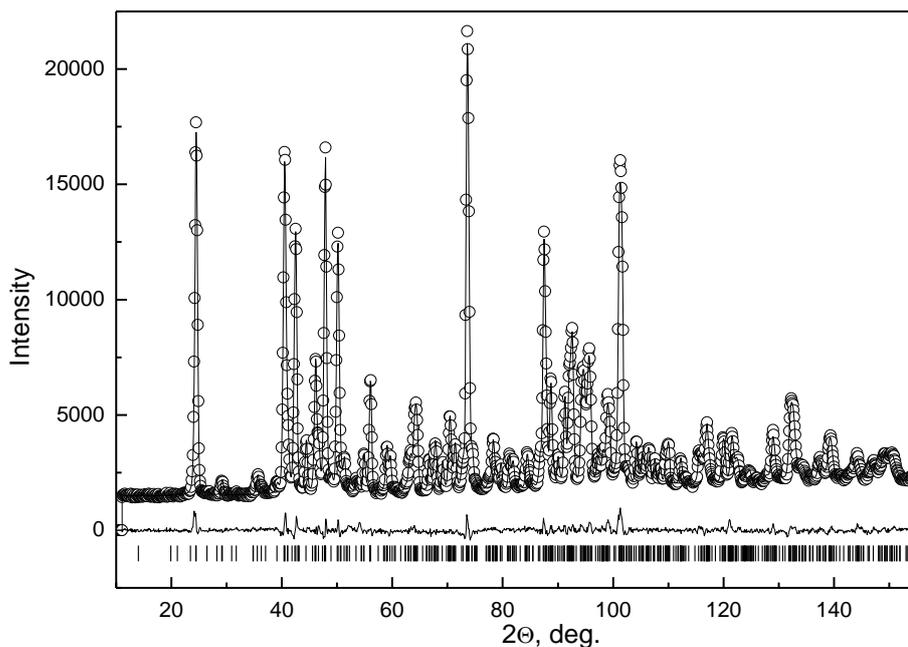


Рис.18. Экспериментальная (точки) и расчетная (огibaющая линия) нейтронограммы KAlO_2 при комнатной температуре. Нижняя линия – разность между расчетом и экспериментом, штрихи – угловые положения рефлексов.

Уточненные параметры решетки равны $a=5.4389(1)$ Å, $b=10.9235(2)$ Å, $c=15.4563(2)$ Å. Структурные данные (координаты атомов и их тепловые параметры в изотропном приближении) приведены в Таблице 2, а в Таблице 3 показаны межатомные расстояния и степени искажения полиэдров.

Таблица 2. Координаты атомов и изотропные тепловые параметры (Å^2) KAlO_2 . Все позиции атомов полностью заполнены.

Атом	Wyckoff	x/a	y/b	z/c	$U_{\text{iso}} (\text{Å}^2)$
K1	8c	0.7482(9)	0.0079(5)	0.0596(6)	1.07(6)
K2	8c	0.7945(8)	0.2595(4)	0.1849(4)	1.07(6)
Al1	8c	0.2603(9)	0.0068(4)	0.1867(6)	0.48(4)
Al2	8c	0.2788(7)	0.2612(5)	0.0648(5)	0.48(4)
O1	8c	0.5694(6)	0.2846(3)	0.0166(2)	0.95(6)
O2	8c	0.1784(7)	0.4017(3)	0.1061(2)	0.45(6)
O3	8c	0.2993(6)	0.1557(3)	0.1479(2)	1.04(6)
O4	8c	0.0516(7)	0.4862(3)	0.2782(3)	0.71(6)

Таблица 3. Межатомные расстояния в Å для KAlO_2 и степени искажения полиэдров δ .

Тип связи	Расстояние	Тип связи	Расстояние	Тип связи	Расстояние
AL1-O2	1.726(8)	K1-O1	3.244(7)	K2-O1	2.873(6)
AL1-O3	1.746(7)	K1-O1	3.095(7)	K2-O2	2.978(6)
AL1-O4	1.795(7)	K1-O1	2.716(7)	K2-O3	3.025(6)
AL1-O4	1.760(9)	K1-O2	2.771(9)	K2-O3	2.822(7)
AL1-O	1.757(4)	K1-O2	2.692(7)	K2-O3	2.889(4)
δ	2.03×10^{-4}	K1-O2	3.404(7)	K2-O4	3.189(7)
		K1-O3	3.230(7)	K2-O4	3.153(6)
AL2-O1	1.766(7)	K1-O4	2.744(10)	K2-O4	2.864(6)
AL2-O1	1.769(8)	K1-O	2.987(3)	K1-O	2.974(2)
AL2-O2	1.750(7)	δ	7.40×10^{-3}	δ	1.82×10^{-3}
AL2-O3	1.729(8)				
AL2-O	1.754(3)				
δ	0.82×10^{-4}				

Примечание. Среднее расстояние выделено жирным шрифтом.

Из анализа структурных особенностей было сделано предположение о том, что в низкотемпературной структуре имеются шесть каналов, возможных для движения катионов проводимости. Однако с учетом межатомных расстояний и величин поперечного сечения каналов мы нашли, что, скорее всего, ионная проводимость в орторомбической фазе KAlO_2 носит преимущественно одномерный характер.

Для построения карты проводимости KAlO_2 нами был использован комплекс программ TOPOS, который недавно был модифицирован специально для исследования путей миграции ионов в твердых электролитах. Для применения этой новой методики к калийсодержащим сложным оксидам, к которым относится KAlO_2 , нами были рассмотрены структуры всех калиевых твердых электролитов и данные о проводимости, содержащиеся в литературе и в Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) [10] - всего 42 соединения. Коэффициент деформации подбирался таким образом, чтобы воспроизвести имеющиеся данные по электропроводности (в том числе по ее размерности). Полученное значение составило $\gamma_{\text{KO}} = 0.85$, т.е. деформация пары K–O больше, чем пары Li–O, что согласуется с большей поляризуемостью ионов K^+ по сравнению с Li^+ . Принимая $r_i = 1.33 \text{ \AA}$ и $r_a = 1.36 \text{ \AA}$ [11], получаем, что каналы, доступные для проводимости, должны обладать $r_c \geq 2.3 \text{ \AA}$.

Основываясь на наших экспериментальных данных (табл.1-2), мы нашли, что только в направлении [100] расположены широкие каналы с размером поперечного сечения $r_c \geq 2.3 \text{ \AA}$, который является критическим для возможности движения катионов калия. Карта миграции катионов в орторомбической фазе KAlO_2 при комнатной температуре показана на рис.19.

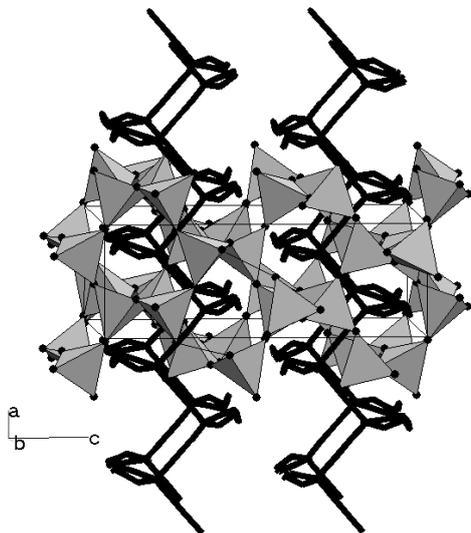


Рис.19. Карта проводимости низкотемпературной фазы KAlO_2 . Черными линиями показаны две цепочки каналов с $r_c \geq 2.3 \text{ \AA}$, распространяющиеся вдоль [100].

На рисунке 19 видно, что проводимость в низкотемпературной фазе KAlO_2 осуществляется только в одном направлении. Это заключение позволяет понять низкую проводимость KAlO_2 при комнатной температуре.

Публикации: В.И.Воронин, М.Г.Суркова, Г.Ш.Шехтман, Н.А.Анурова, В.А.Блатов. Механизм проводимости моноалюмината калия в низкотемпературной кристаллической форме // Неорганические материалы, 2010, том 46, № 10, с. 1–8.

1.11 Сверхпроводящие пниктиды

Транспортные свойства монокристаллов MeFe_2As_2 облучённых быстрыми нейтронами. Образцы были облучены флюенсом быстрых нейтронов $\Phi = 6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ при температуре $T_{\text{irr}} = (330 \pm 10) \text{ К}$. Электросопротивление измеряли 4-х контактным методом Монтгомери. На рис. 20 показаны температурные зависимости электросопротивления в плоскости **ab** (ρ_{ab}) и перпендикулярно ей (ρ_c) для исходного (красные точки), облучённого (зелёные точки) и отжжённого (синие точки) образцов.

По всей вероятности, облучение приводит к подавлению магнитного перехода в образцах MeFe_2As_2 . При $\text{Me} = \text{Ba}$ структурный переход почти полностью исчезает как в облучённом, так и в отожженном состояниях при низких T . При $\text{Me} = \text{Sr}, \text{Eu}$ структурный переход при $T \sim 200 \text{ К}$ сохраняется, но электросопротивление растёт с понижением

температуры вместо падения в исходном (необлучённом) состоянии. В образце состава $\text{Ba}_{1.8}\text{Fe}_2\text{As}_2$ T_c уменьшается, а температурная зависимость изменяется незначительно. Анизотропия электросопротивления ρ_c/ρ_{ab} изменяется в широком интервале значений в зависимости от состава образцов, а также после облучения. Возможно измеренное ρ_c/ρ_{ab} не есть внутреннее свойство образцов.

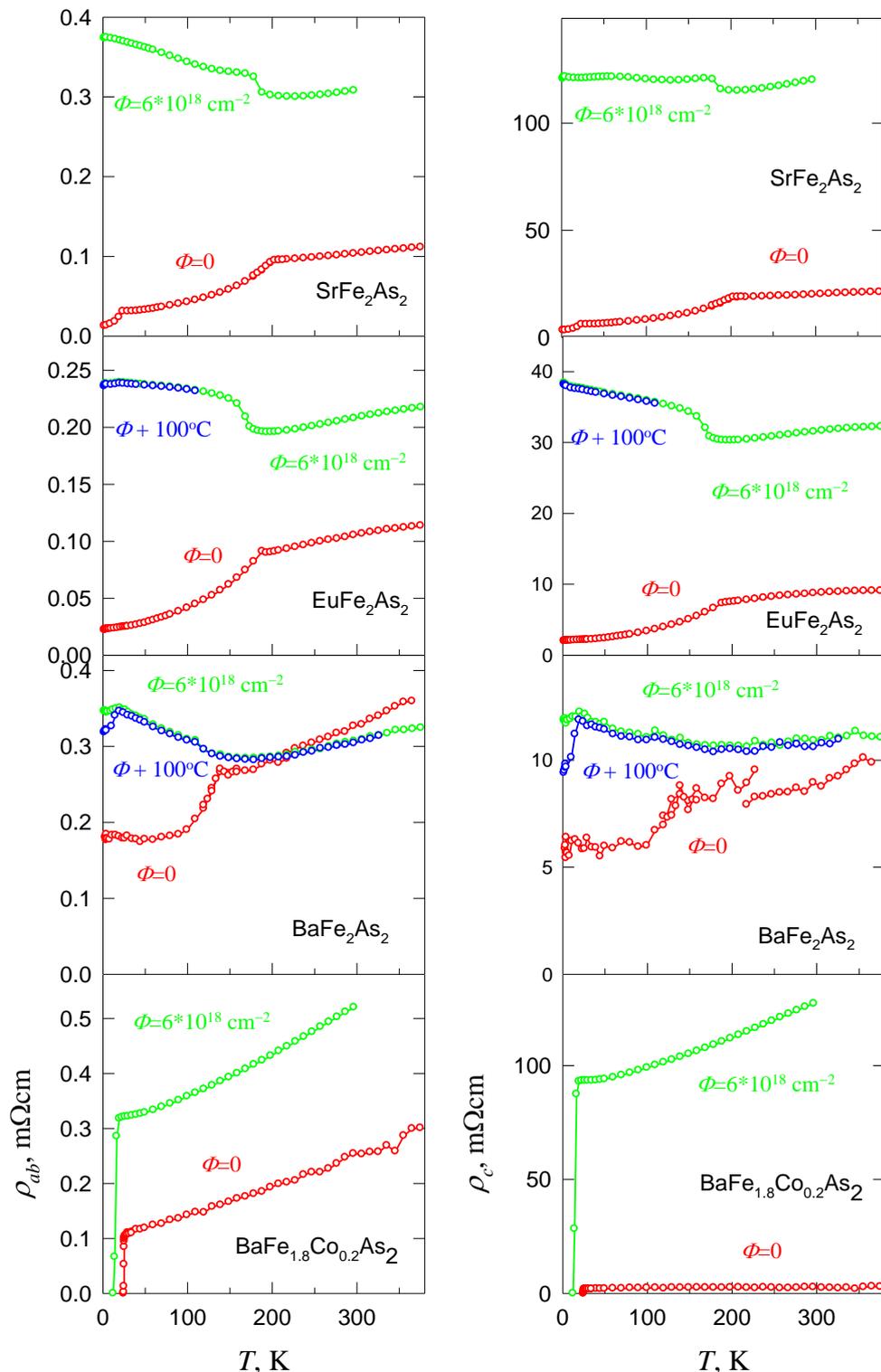


Рис. 20. Температурные зависимости электросопротивления в плоскости **ab** (ρ_{ab}) и перпендикулярно ей (ρ_c) для исходного (красные точки), облучённого(зелёные точки) и отжжённого (синие точки) образцов. Большой разброс экспериментальных точек для $\text{Me}=\text{Ba}$ образца связан с неоптимальным отношением размеров.

Анизотропные гальваномагнитные свойства 122-систем. На рис. 21 приведены температурные зависимости коэффициентов Холла R_{Hab} ($H \perp ab$ -плоскости, $J \parallel ab$) and R_{Hc} ($H \parallel ab$ -плоскости, $J \parallel ab$ or c); (ρ_{ab}) и (ρ_c) электросопротивления показаны для исходного (красные точки) и облучённого (зелёные точки) образцов.

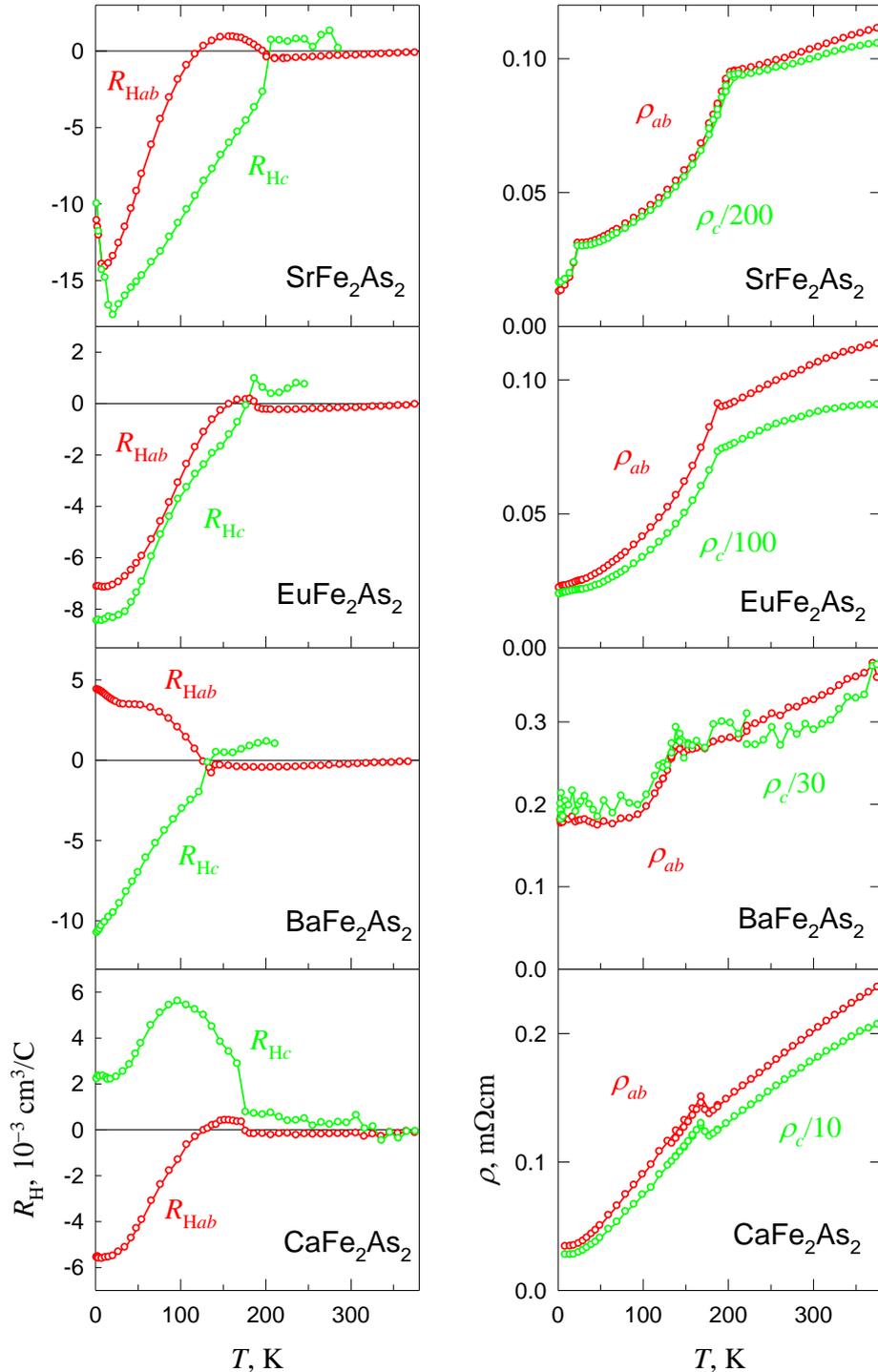


Рис. 21. Температурные зависимости коэффициентов Холла R_{Hab} ($H \perp ab$ -плоскости, $J \parallel ab$) and R_{Hc} ($H \parallel ab$ -плоскости, $J \parallel ab$ or c); (ρ_{ab}) и (ρ_c) электросопротивления показаны для исходного (красные точки) и облучённого(зелёные точки) образцов.

Как нам известно, это первые измерения эффекта Холла вне плоскости. Пример этих четырёх составов указывает на некоторое общее свойство температурных зависимостей: в то время как T – зависимости ρ_c/ρ_{ab} очень слабы, $R_{Hab}(T)$ и $R_{Hc}(T)$ демонстрируют отличное поведение, особенно вблизи точки перехода.

1.12. Протонсодержащие оксиды церрата бария

Большой интерес к дефектной структуре и транспортным свойствам протонсодержащих оксидов связан с возможностями использования этих материалов в качестве высокотемпературных протонных проводников в датчиках водорода, электролизёрах, топливных элементах и других высокотемпературных электрохимических устройствах. Важное значение для понимания природы уникальных свойств этого класса соединений имеет знание реальной (дефектной) структуры, в том числе, мест локализации протонов и кислородной нестехиометрии. Нами методом нейтронной дифракции при комнатной температуре был исследован образец $BaZr_{0.9}Y_{0.1}O_{3D_x}$ (рис.22).

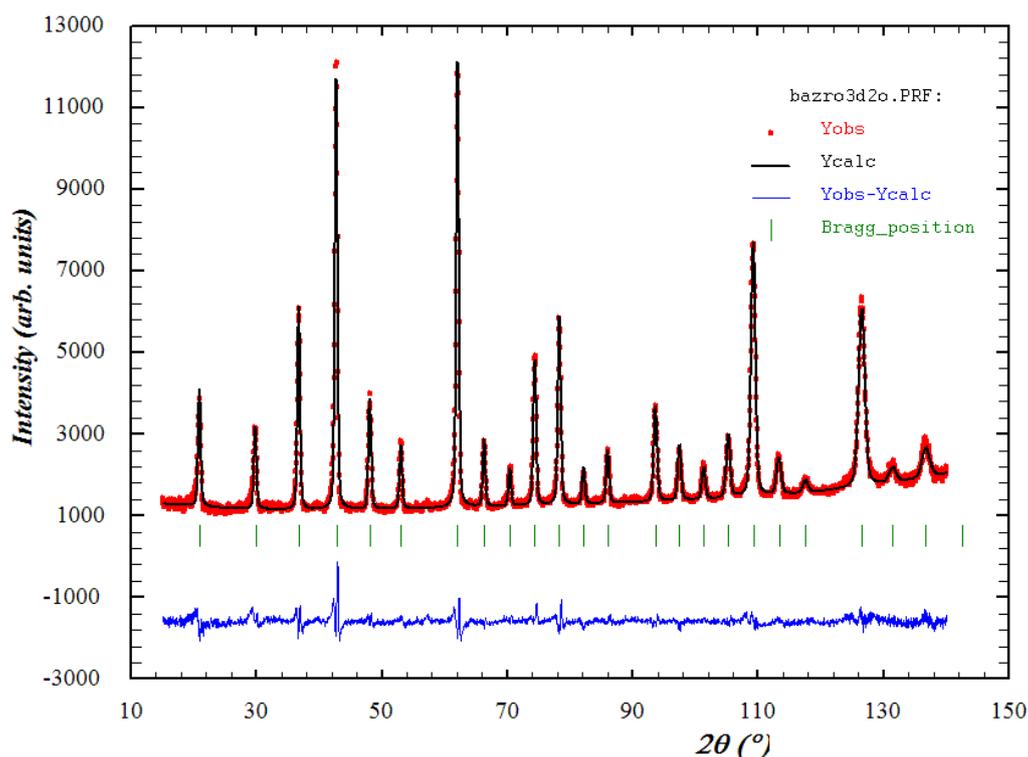


Рис.22. Нейтронограмма $BaZr_{0.9}Y_{0.1}O_{3D_x}$.

Ритвелдовский анализ нейтронных данных показал, что концентрация кислорода близка к 3 (в пределах экспериментальной ошибки). Путем построения разностной Фурье-карты распределения атомной плотности в ячейке найдено существование небольших дополнительных интенсивностей в местах решетки с координатами $(1/2y0)$ $y \sim 0.22$ (локализация дейтерия). Окончательные структурные данные приведены в таблице 4. На последнем этапе было допущено смещение атомов кислорода из позиции $(1/2\ 0\ 0)$ путем

помещения их в более общую позицию ($1/2 y \sim 0.03 0$), так называемая, split site модель.

Таблица 4. Структурные параметры $\text{BaZr}_{0.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_3\text{D}_x$. Пространственная группа $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$, $a=4.2019(1) \text{ \AA}$.

	x	y	z	B, $\text{\AA}^2 \text{ \AA}$	N
Ba	0.5	0.5	0.5	0.59(3)	1
Zr _{0.9} /Y _{0.1}	0	0	0	0.58(2)	0.9/0.1
O	0.5	0.030(1)	0	0.55 (6)	3
D	0.5	0.218(1)	0	0.55 (6)	0.02(1)

На рис.23 показана проекция структуры на базисную плоскость. Видно, что дейтерий располагается вблизи ионов кислорода, вызывая их незначительное смещение. Длины связи кислород – дейтерий оказались близкими к 1 \AA (0.79, 0.93 и 1.01 \AA).

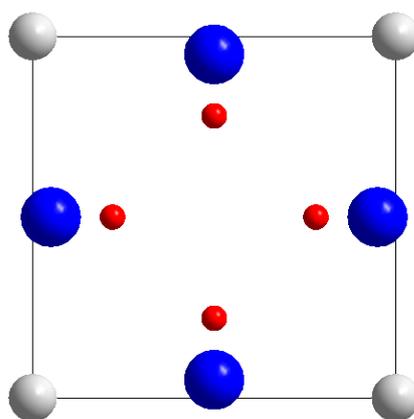


Рис.23. Проекция кристаллической структуры соединения $\text{BaZr}_{0.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_3\text{D}_x$ на базисную плоскость.

1.13. Электронная структура CVD-алмаза, облученного быстрыми нейтронами

Исследовано влияние разупорядочения, индуцированного облучением быстрыми нейтронами при температуре 325 К, на поведение электросопротивления ρ , магнитной восприимчивости χ , теплоемкости c_V , комбинационного рассеяния света (КРС) и структурного состояния образцов синтезированного в СВЧ плазме поликристаллического CVD-алмаза в виде пластинок $4 \cdot 2 \cdot 0.5 \text{ мм}^3$ в области больших флюенсов $\Phi = (1-5) \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$. Согласно нейтронографическим измерениям, кристаллическая структура остается стабильной в этой области флюенсов, без заметного увеличения ширины структурных рефлексов. Увеличение относительного объема кристаллической решетки хорошо описывается простой зависимостью, описывающей эффекты насыщения при дефектообразовании $\Delta V/V \sim 1 - \exp(-\Phi/\Phi_0)$, где $\Phi_0 = 1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$. Величина ρ при облучении значительно уменьшается и имеет температурную зависимость активационного

типа с энергией $E_a \sim 0.3$ эВ. Данные КРС показывают полное подавление однофононной оптической моды при 1332 см^{-1} и возникновение протяженного спектра в области $(100 - 1700) \text{ см}^{-1}$, соответствующего плотности фононных состояний. Облучение приводит к появлению парамагнитного вклада типа Кюри-Вейсса $\chi = C/(T + T_0)$, $T_0 \sim 3 \text{ К}$, $C \sim 10^3 \text{ К}$, а также к сильному (4 порядка) увеличению c_V в области низких температур с зависимостью, характерной для многоуровневой электронной системы типа аномалии Шоттки. Таким образом, область вблизи радиационного дефекта несет эффективный электрический заряд, магнитный момент и образует многоуровневую электронную систему с масштабом расщепления порядка мэВ.

Публикации: А.Е. Карькин, В.И. Воронин, И.Ф. Бергер, В.А. Казанцев, Ю.С. Поносов, В.Г. Ральченко, В.И. Конов и Б.Н. Гоцицкий. Электронная структура CVD-алмаза, облученного быстрыми нейтронами// Восьмой международный уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов, 23 февраля – 1 марта 2009, Снежинск, Тезисы докладов, с. 71.

1.14. Углеродистые стали

Цементит – карбид железа Fe_3C – является одной из основных структурных составляющих углеродистых низколегированных сталей, определяющих их прочностные и пластические свойства. Согласно существующим представлениям, цементит имеет орторомбическую решетку, в которой углерод занимает призматические позиции, а его состав остается близким к стехиометрическому во всем температурном интервале существования. Однако, имеющиеся результаты работ указывают, что цементит может и в нестехиометрическом состоянии.

Накопившиеся в последнее время факты, свидетельствуют, что концентрация углерода в решетке цементита существенно зависит от способа его получения и изменяется при отжиге закаленного состояния. Так, было установлено, что в процессе интенсивной пластической деформации концентрация углерода в цементите может значительно понизиться (до 16 ат %), при сохранении его орторомбической структуры. При этом покидающий цементит углерод сегрегирует на дефектах структуры феррита. В настоящее время нет экспериментальных данных о поведении углерода в решетке цементита при структурном $\alpha \leftrightarrow \gamma$ (ОЦК \leftrightarrow ГЦК) превращении. Для устранения этого пробела, мы нейтронографически изучили структуру цементита в стали *in-situ* в широком интервале температур. Преимуществом метода нейтронной дифракции по сравнению с рентгеновской, является высокая чувствительность по отношению к легким элементам в сплаве (амплитуда рассеяния тепловых нейтронов углерода лишь на 30% меньше чем у

железа). На Рис.24 представлена экспериментальная нейтронограмма исследуемой стали состава, близкого к эвтектоидному (0,84 вес.% C, 0,59 вес.% Mn), при комнатной температуре. Видно, что наряду с интенсивными рефлексами кубической фазы ферромагнитного α -Fe, на дифракционной картине между ними наблюдаются менее интенсивные пики цементита Fe_3C . На основании анализа относительной интенсивности пиков двух фаз мы нашли, что содержание цементита составляет 14 ± 2 вес.%.

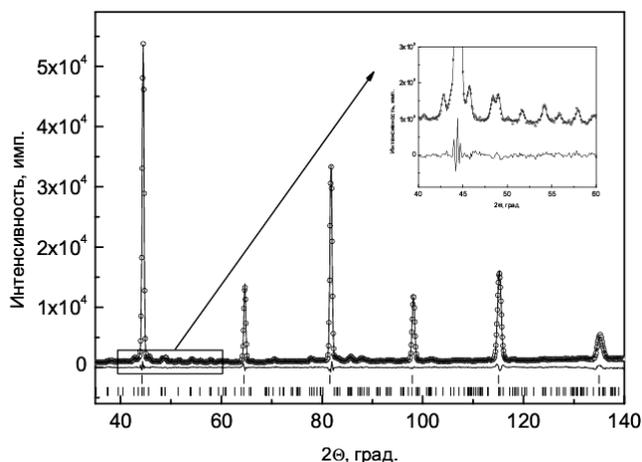


Рис. 24. Нейтронограмма стали при комнатной температуре.

При температурах выше фазового $\alpha \leftrightarrow \gamma$ превращения, $T > 690^\circ\text{C}$, наблюдали лишь рефлексы α -Fe, а пики цементита отсутствовали (рис.25).

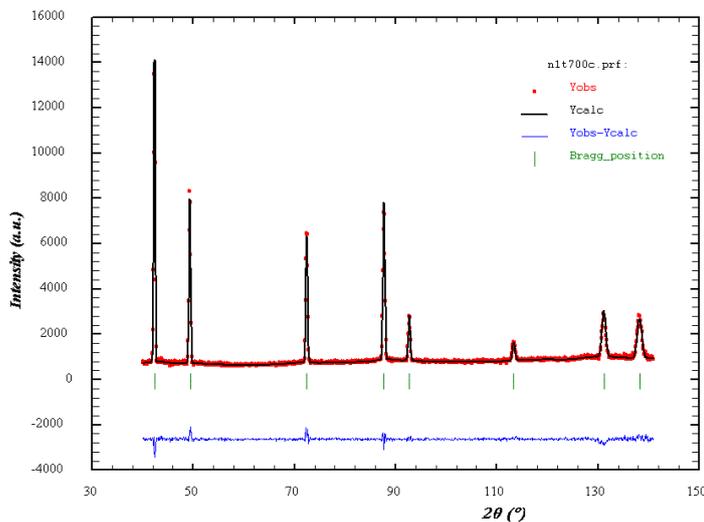


Рис. 25. Нейтронограмма стали при температуре 700°C .

При уточнении структуры ГЦК Fe положение углерода в ГЦК структуре было локализовано путем построения разностной Фурье-карты атомной плотности в ячейке, которая показала дополнительную плотность в $(1/2,0,0)$ узлах ГЦК решетки. Предположив, что, именно, в этих узлах располагаются атомы углерода, мы получили сходимость 2.3%, при этом состав образца оказался $\text{FeC}_{0.043 \pm 0.003}$, что хорошо согласуется с концентрацией углерода, определенной из содержания цементита в α -области $\text{FeC}_{0.04 \pm 0.004}$.

Для выяснения обратимости процессов нами было выполнено подробное температурное исследование небольшого участка при охлаждении образца от 700°C. На рис.26 показаны экспериментальные нейтронограммы при охлаждении образца, для наглядности они смещены по оси интенсивности.

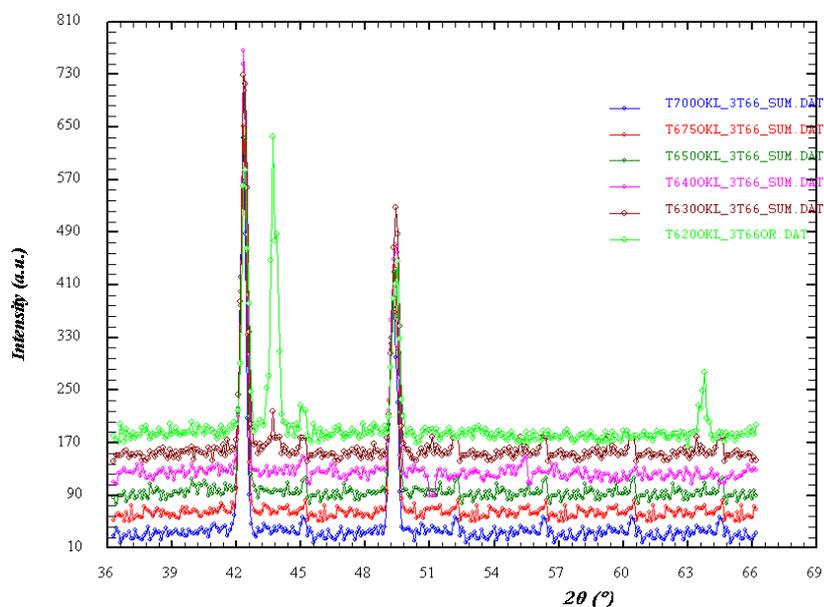


Рис.26. Фрагменты нейтронограмм, полученных при охлаждении образца.

Видно, что ГЦК решетка сохраняется при охлаждении до 620°C. При 620°C на дифракционной картине возникают дополнительные пики ОЦК железа.

Таким образом, впервые нейтронографически показано, что превращение проходит через двухфазную область. После охлаждения при температурах обратного $\alpha \leftrightarrow \gamma$ превращения $T < 630^{\circ}\text{C}$ содержание цементита в образце было близким к 14 ± 2 вес.%. Т.е., структура цементита сохраняется во всем интервале температур существования α -Fe.

Расчет структурного фактора для различных кристаллических плоскостей цементита показал, что в зависимости от индексов Миллера изменяется вклад атомов углерода в интенсивность отражения, причем этот вклад может быть как положительным, так и отрицательным. Следовательно, при изменении содержания углерода в цементите часть пиков будет увеличивать свою интенсивность, другая часть – уменьшать, что и видно на Рис. 27, на котором представлены фрагменты экспериментальных нейтронограмм при температурах 20⁰ и 600⁰С.

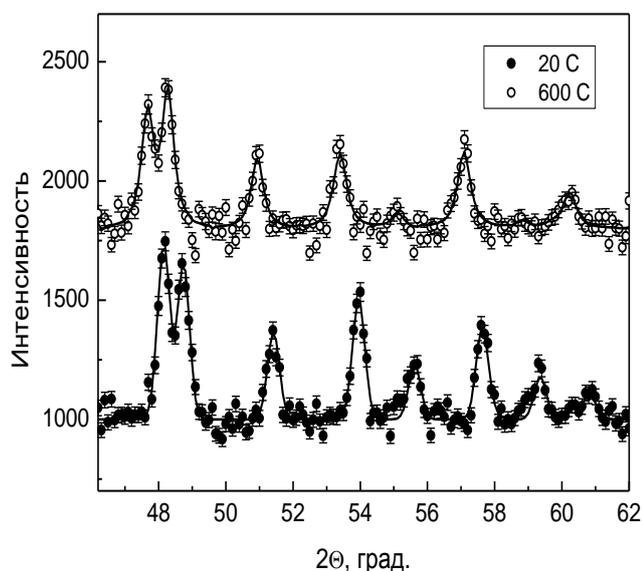


Рис.27. Фрагменты нейтронограмм при двух температурах 20°C и 600°C.

Исходя из этого факта и контролируя расположение и концентрацию углерода в ячейке цементита, мы получили неожиданный результат. Оказалось, что концентрация углерода в цементите непрерывно понижается при повышении температуры (рис. 28). То есть, цементит не является стехиометрическим соединением, а имеет переменный состав Fe_3C_x . При этом величина x понижается линейно, достигая значения $x \sim 0.75$ при приближении к температуре $\alpha - \gamma$ перехода, а затем резко падает в двухфазной области.

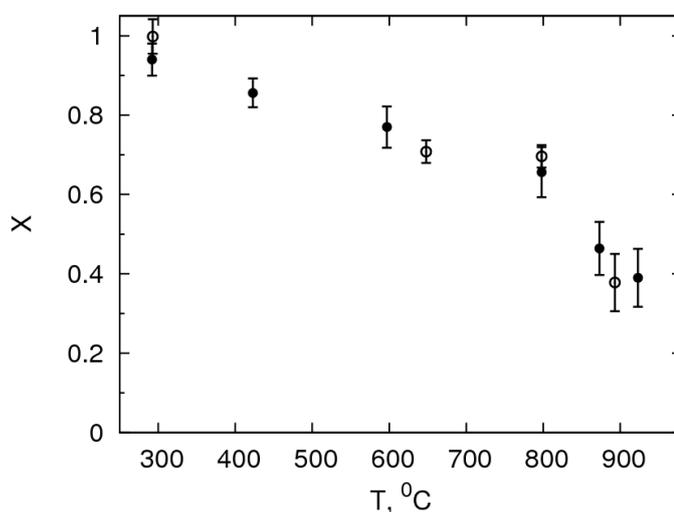


Рис.28. Зависимость концентрации углерода в цементите при нагреве (●) и охлаждении (○).

Таким образом, в результате нейтронографического исследования структуры углеродистой стали *in-situ* впервые обнаружено значительное отклонение состава цементита от стехиометрического при сохранении его массовой доли и кристаллической решетки. Полученные результаты показывают, что цементит следует рассматривать как фазу внедрения состава Fe_3C_x с широкой областью гомогенности. Этот результат дает новую важную информацию для построения теоретических моделей.

Публикации: В.И. Воронин, И.Ф. Бергер, Ю.Н. Горностырёв, В.Н. Урцев, А.Р. Кузнецов и А.В. Шмаков. Состав цемента в зависимости от температуры: нейтронография in-situ и результаты ab-initio расчетов// Письма в ЖЭТФ, 2010, том 91 вып. 3, с. 154-157.

1.15 Реакторные материалы

Развитие атомной энергетики при одновременном обеспечении должного уровня безопасности и экономической эффективности требует решения тесно связанных задач. С одной стороны, это обеспечение надежного функционирования атомных энергетических установок, а с другой – разработка методов обоснованной пролонгации их ресурса. Безопасность атомных энергетических установок и ресурс их работы в значительной степени определяются используемыми конструкционными материалами. Понимание тонких механизмов радиационной повреждаемости и радиационной стойкости реакторных материалов является необходимым условием решения этих задач. Накопленный опыт исследования реакторных сталей и сплавов показывает, что большую роль в развитии радиационных повреждений в них играют микро- и макронапряжения. При этом именно нейтронографические методы предоставляют уникальные возможности изучения радиационных повреждений в этих материалах.

Проводимые в рамках Госконтракта исследования были направлены на изучение микро- и макронапряжений в образцах конструкционных сталей, используемых в ядерных реакторах как на медленных (типа ВВЭР), так и на быстрых (типа БН) нейтронах. Целью таких исследований являлось повышение безопасности уже существующих ядерных энергетических установок, а также разработка новых перспективных материалов для ядерной энергетики. В рамках Госконтракта также изучали внутренние напряжения в образцах сварных швов конструкционных материалов ядерных реакторов, являющихся критическими элементами с точки зрения безопасности этих конструкций. Полученная при этом информация может оказаться весьма полезной также для решения задач повышения надежности морских магистральных газопроводов, монтируемых из толстостенных труб с применением сварных швов. Центральной задачей Госконтракта являлось измерение внутренних микронапряжений в объеме образцов из радиационно-стойких сталей с ОЦК и ГЦК решетками для корпусов реакторов, элементов внутриреакторных конструкций и оболочек тепловыделяющих элементов при образовании, росте и коагуляции дисперсных частиц второй фазы, существенно влияющих на порообразование.

В ходе выполнения проекта изучены:

Сплавы на основе железа с выделениями когерентных интерметаллидов Ni_3Ti (стали типа Х16Н15М3Т1 и Н26Х5Т3) и когерентных карбидов VC (стали типа 20Г18Ф1, 40Г18Ф2) и модельные сплавы Fe-Ni-Ti(Al,Si). Прослежена динамика изменения микронапряжений от времени старения или облучения в сплавах, где несоответствие параметров решеток матрицы и дисперсной фазы мало (первые 2 сплава) и велико (третий и четвертый сплавы). Проведён анализ величины и знака микронапряжений вокруг частиц разного типа в этих стареющих сплавах, что позволит спрогнозировать эффект усиления или уменьшения рекомбинации точечных дефектов, влияющей на набухание сплавов, а также оценить склонность к охрупчиванию корпусных материалов. Выполнен анализ микроискажений вокруг кластеров дефектов, полученных в результате электронного облучения и образовавшихся на месте каскадов смещений при нейтронном облучении.

Исследования остаточных напряжений в зоне термического влияния сварных швов выполнены на реальных образцах корпуса и соединений трубопроводов атомных реакторов ВВЭР-1000. Также исследована зависимость остаточных микронапряжений на образцах из корпусной стали реактора ВВЭР в зависимости от флюенса нейтронов.

В результате выполнения проекта получены новые фундаментальные данные об особенностях распределения микронапряжений около выделений разного типа, что крайне важно для прогнозирования радиационных повреждений в материалах, и разработаны рекомендации по технологии обработки новых радиационно-стойких сталей. Выяснено распределение макро- и микронапряжений, а также структурных составляющих в зоне влияния сварного шва и проанализировано их изменение в процессе отжига, что в значительной степени влияет на служебные свойства сварных конструкций.

На 4-ом этапе были проведены дополнительные облучения образцов сталей и модельных сплавов быстрыми нейтронами с целью уточнения полученных ранее результатов и адекватного сопоставления с данными электронной микроскопии, обработка и сравнительный анализ результатов, подготовка материалов для публикаций.

1.15.1 Исследование изменений структуры реакторных сталей при термическом старении

Выполнено электронно-микроскопическое и нейтронографическое исследование особенностей старения стали Н26Х5Т3 при среднетемпературном (873 К) и высокотемпературном (973 К) отжигах. Обнаружено заметное уменьшение параметра решетки аустенита при обеих температурах старения, что связано с выходом титана из твердого раствора при выделении когерентной интерметаллидной фазы Ni_3Ti .

С применением высокоразрешающей электронной микроскопии исследованы выделения карбидов VC в стали 40Х4Г18Ф2 в зависимости от температуры и времени

старения. Обнаружено увеличение среднего размера карбидов VC от 2,5 нм до 4 нм при увеличении времени выдержки от 1 до 12ч в процессе старения при 873 К. Старение при 973 К (1 -12ч) приводит к росту среднего размера карбидных частиц от ~7 до 9,9 нм.

В стали X16H15M3T1 после старения при 873 К обнаружены свидетельства формирования предвыделений (кластеров) фазы Ni₃Ti. Старение при 973 К (6 и 12ч) приводит к образованию наночастиц интерметаллидов Ni₃Ti. Размер частиц варьируется в пределах (2 – 6) нм, преобладающий размер – (2-3) нм. Параметр решетки выделяющегося ГЦК интерметаллида близок к параметру решетки аустенитной матрицы.

Выполнено нейтронографическое исследование зависимости микронапряжений и параметра решетки матрицы от температуры нагрева (200, 400, 600) °С в состаренной стали 40X4Г18Ф2. Определена интенсивность роста параметра решетки аустенита и снижения микроискажений при повышении температуры нагрева. Показано, что уровень микроискажений матрицы (от карбидных выделений) восстанавливается при охлаждении образцов от 600 до 20 °С. Найдено незначительное уменьшение величины микроискажений в объеме образца при повышении температуры и восстановление их значений при охлаждении до комнатной температуры. Отслежена корреляция между изменением параметра решетки и тепловых среднеквадратичных смещений атомов.

1.15.2 Исследование структуры и внутренних микронапряжений в исходной и предварительно состаренной стали 40X4Г18Ф, облучённой быстрыми нейтронами, с помощью нейтронографии высокого разрешения

Три образца стали 40X4Г18Ф с различной подготовкой (исходный, состаренный при 600°С в течении 1 часа и состаренный при 700 °С в течении 1 часа) были облучены флюенсами быстрых нейтронов $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ и $1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре около 80 °С

На рис.29 приведены нейтронограммы **исходного** образца 40X4Г18Ф до и после облучения.

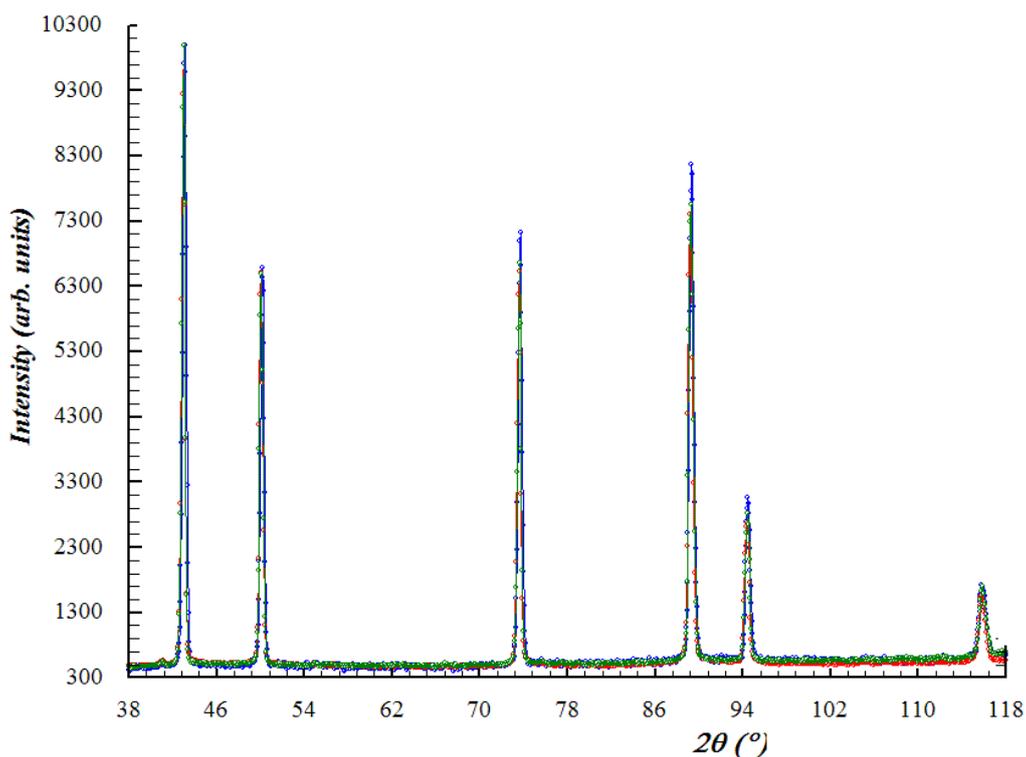


Рис.29. Нейтронограммы исходного образца 40X4Г18Ф до (●) и после облучения флюенсами $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ (●) и $1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ (●) при температуре $\sim 80^\circ\text{C}$.

После облучения быстрыми нейтронами положения пиков сдвигаются в дальние углы, что указывает на уменьшение параметра решетки. Ритвельдовский анализ показал, что наряду с уменьшением параметра решетки величина микронапряжений $\sim \Delta d/d$ снижается при флюенсе $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$, однако с увеличением флюенса до $10 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ величина $\Delta d/d$ вновь увеличивается (табл.5).

Таблица 5. Структурные параметры исходных облученных образцов стали 40X4Г18Ф.

Флюенс ($\times 10^{19}$)	0	5	10
Параметр a, Å	0-3 3.61219(3)	0-3 3.61133(4)	0-3 3.60919(3)
b, Å ²	0.285(14)	0.568(19)	0.422(19)
$\Delta d/d$ ($\times 10^{-4}$)	2.9399(7)	1.9875(3)	3.6857(5)

На рис.30 приведены нейтронограммы состаренного при 600°C в течении 1 часа образца 40X4Г18Ф до и после облучения. Анализ показал, что после облучения на нейтронограммах уже наблюдаются небольшие изменения по сравнению с рис.29. Эти изменения наблюдаются не только в сдвигах положений рефлексов, как на нейтронограмме исходного образца, но и в возникновении дополнительного диффузного рассеяния на подошвах основных рефлексов. Для наглядности на рис.31 приведены

выделенные фрагменты этих же нейтронограмм в большом масштабе.

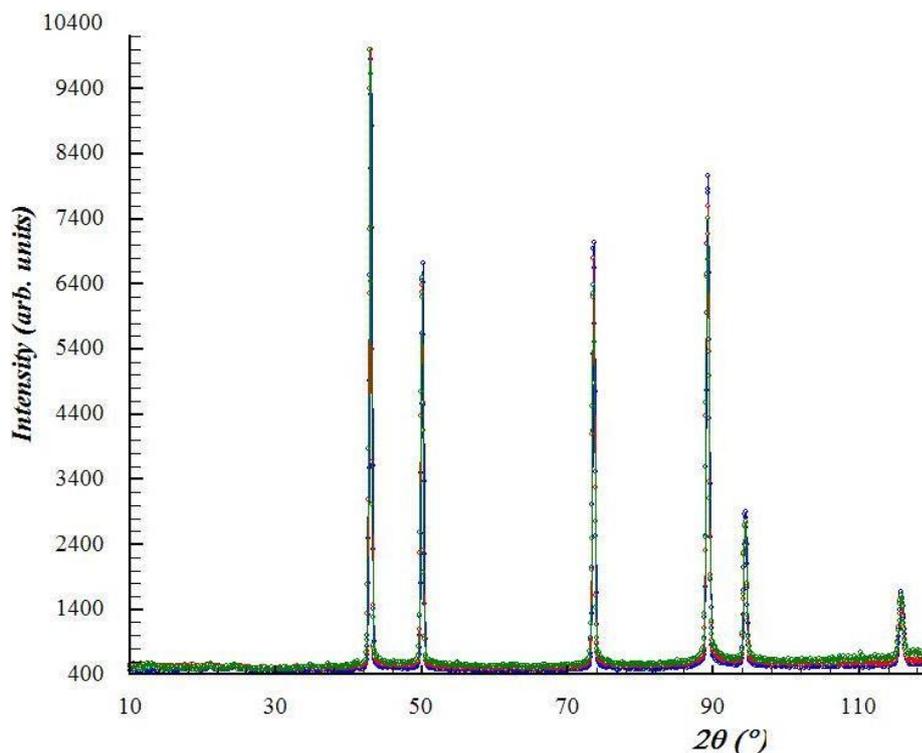


Рис. 30. Нейтронограммы состаренного при 600°C в течение 1 часа образца 40X4Г18Ф до (●) и после облучения флюенсами $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ (●) и $1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ (●) при температуре ~80°C

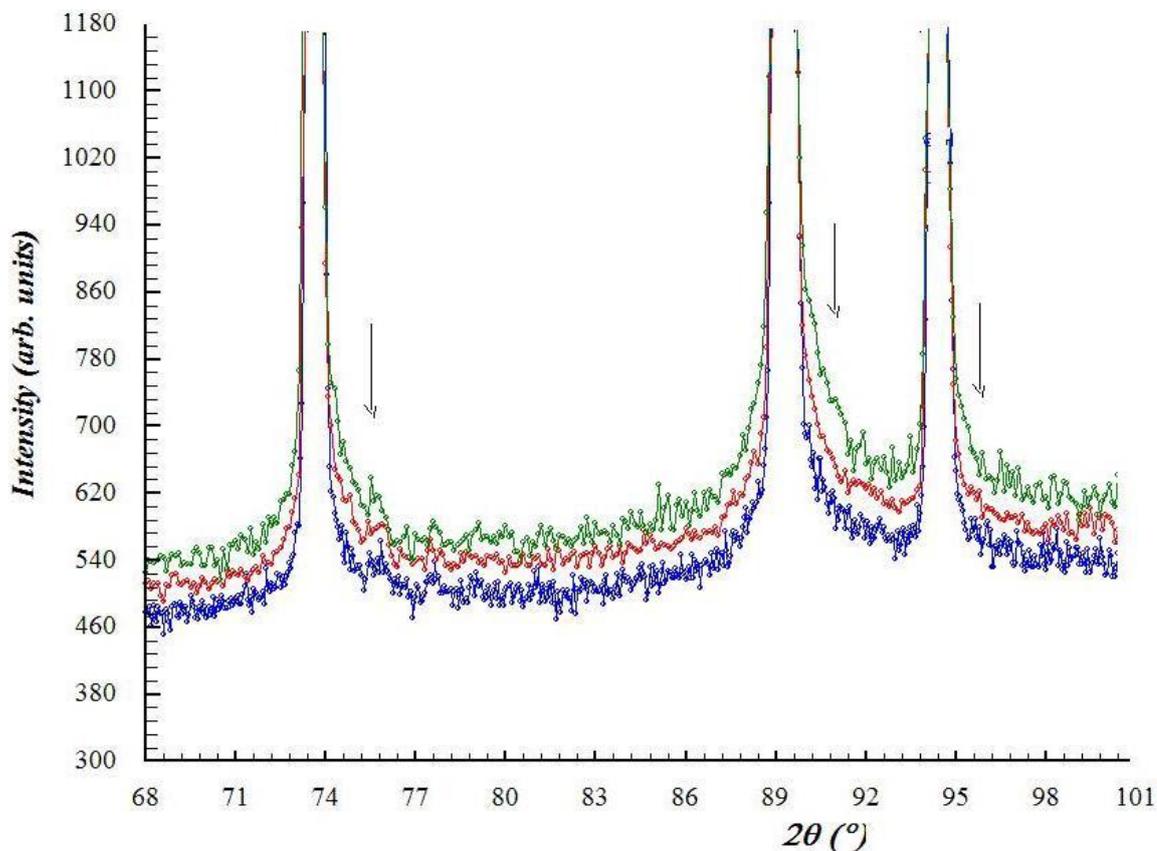


Рис.31. Фрагменты нейтронограмм состаренного при 600°C в течении 1 часа образца 40X4Г18Ф до (●) и после облучения флюенсами $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ (●) и $1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ (●) при температуре ~80°C. Стрелки указывают положения диффузных максимумов.

Возникновение таких диффузных максимумов отражает возникновение мелкодисперсных карбидов ванадия в объеме материала. В таблице 6 приведены структурные данные для облученных образцов предварительно состаренной при 600°C в продолжение 1 часа. стали 40X4Г18Ф. Анализ экспериментальных результатов был выполнен в 2-х фазной модели.

Таблица 6. Структурные параметры облученных образцов стали 40X4Г18Ф, предварительно состаренной при 600°C в течение 1 часа.

Флюенс ($\times 10^{19}$)	0	5	10
Параметр a, Å	1-3 Phase 1 3.61357(2)	1-3 Phase 1 3.61106(4)	1-3 Phase 1 3.61030(4)
b, Å ²	0.468(14)	0.632(23)	0.659(23)
$\Delta d/d$ ($\times 10^{-4}$)	0	0	1.9456(6)
L, Å	-	32.28(1)	47.92(1)

На рис.32 приведены фрагменты нейтронограмм состаренного при 700°C в течении 1 часа образца 40X4Г18Ф до и после облучения. После облучения быстрыми нейтронами на нейтронограммах образцов также наблюдаются изменения по сравнению с рис.29.

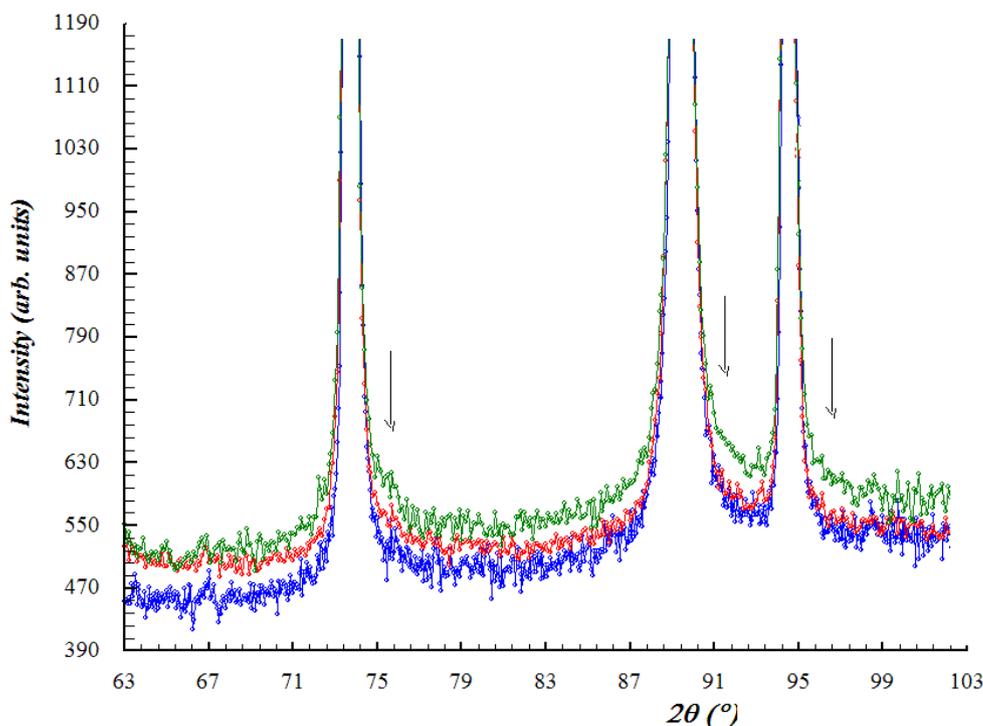


Рис.32. Фрагменты нейтронограмм состаренного при 700°C в течении 1 часа образца 40X4Г18Ф до (●) и после облучения флюенсами $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ (●) и $1 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ (●) при температуре $\sim 80^\circ\text{C}$. Стрелки указывают положения диффузных максимумов.

Анализ экспериментальных результатов был выполнен в 2-х фазной модели, результаты представлены в таблице 7.

Таблица 7. Структурные параметры облученных образцов стали 40X4Г18Ф, предварительно состаренной при 700°С в течение 1 часа.

Флюенс ($\times 10^{19}$)	0	5	10
Параметр a , Å	1'-3 3.61090(5)	1'-3 3.61044(8)	1'-3 3.60817(7)
B , Å ²	0.502(33)	0.687(45)	0.817(46)
$\Delta d/d$ ($\times 10^{-4}$)	7.967(3)	7.3842(6)	9.813(1)
L , Å	140.08(4)	161.83(8)	139.12(4)

1.15.3 Обсуждение результатов анализа нейтронограмм облученных образцов стали 40X4Г18Ф

Из представленных результатов следует, что во всех образцах наблюдаются качественно похожие процессы: после облучения быстрыми нейтронами уменьшаются параметры решетки. При этом заметно увеличиваются факторы Дебая – Валера вследствие возникновения статических смещений атомов в решетке. Как отмечено ранее, основное уменьшение параметров решетки в углеродистых сталях связано с уходом атомов углерода из решетки твердого раствора. На представленных фрагментах нейтронограмм видно увеличение интенсивности диффузных максимумов на подложках основных рефлексов облученных быстрыми нейтронами предварительно состаренных образцов стали 40X4Г18Ф. Т.е., действительно, по мере увеличения флюенса быстрых нейтронов углерод уходит из решетки с образованием мелкодисперсных выделений карбида ванадия, что и приводит к уменьшению параметра решетки.

В случае микронапряжений происходят более сложные процессы. При флюенсе $5 \times 10^{19} \text{ см}^{-2}$ их величина слегка падает в исходном образце и после старения при 700°С, а в образце, состаренном, при 600°С они еще не наблюдаются, как и в этом же необлученном образце. В тоже время, после облучения $\Phi = 5 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$ величины микронапряжений увеличиваются в исходном образце и после старения при 700°С, а в образце, состаренном при 600°С, они становятся наблюдаемыми на эксперименте. Возникновение микронапряжений обусловлено образованием в объеме материала мелкодисперсных выделений карбида ванадия. В исходном образце ещё не видны в явном виде диффузные пики, т.е. размер выделений очень мал, (1.0-1.5) нм, и мало их количество. В состаренном при 600°С образце после облучения $\Phi = 5 \times 10^{19} \text{ см}^{-2}$ размер выпадающих частиц, определённый из ширины диффузных максимумов, составил около 3.2 нм. Количество таких частиц, как и в исходном образце невелико. Согласно классификации Кривоглаза мощность таких дефектов невелика и они не сказываются на форме и ширинах линий.

Наряду с этим, видимо, радиационно – стимулированная диффузия делает более однородным распределение атомов твердого раствора, оставшихся в матрице, уменьшая тем самым величину микронапряжений, что и наблюдается на эксперименте. Такой процесс доупорядочения в основной матрице при облучении виден и на образце, состаренном при 700°C, который немного понижает или не увеличивает величину микронапряжений. В тоже время, размер микрочастиц несколько увеличился по сравнению с необлученным, от 14 нм до 16.2 нм. Такие дефекты, согласно Кривоглазу, уже обладают значительной мощностью. Это вызывает микронапряжения в объеме матрицы, что и наблюдается на эксперименте. При дальнейшем увеличении флюенса во всех образцах увеличивается величина микронапряжений. Это связано с увеличением объема карбида ванадия в образцах, т.к. мощность дефектов пропорциональна не просто размеру дефектов, но и их концентрации. Некоторое уменьшение размера выделений после облучения $\Phi=5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ в состаренном при 700°C образце отражает, видимо, границу растворимости (или пороговую энергию), т.к. подобный эффект наблюдали и в состаренном при 700°C образце после времени старения большем 6 часов.

1.15.4 Исследование радиационно-индуцированных структурно-фазовых превращений, микронапряжений вблизи вакансионных кластеров, влияния выделений второй фазы на накопление радиационных дефектов, полученных при каскадном и бескаскадном облучениях в реакторных материалах

Выполнены исследования воздействия электронного и нейтронного облучений на радиационно-индуцированные структурно-фазовые превращения в сплаве Fe-Ni-Ti при температурах облучения 320-340 К с различной исходной микроструктурой. Показано, что при облучении в интервале 300-600 К как в закаленных, так и в состаренных сплавах Fe-Ni-Ti происходит образование интерметаллидных выделений размером от 2 до 5 нм, с концентрацией на уровне $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. При изохронных отжигах облученных сплавов происходит коалесценция мелких выделений начиная с 500 К. При достижении температур 900-1000 К как в закаленных, так и в состаренных сплавах присутствуют только крупные выделения размером 12-15 нм и плотностью около 5×10^{16} . В сплавах Fe-Ni-Ti, содержащих частицы Ni_3Ti , накопление дефектов существенно снижается при температуре облучения 573 К по сравнению со сплавом закаленным на твердый раствор.

Установлено, что после облучения при температурах 300 и 423 К концентрация вакансий в сплавах Fe-Ni-Ti и Fe-Ni-Al превышает концентрацию вакансий в сплаве Fe-Ni, облученном при тех же условиях, в $\approx 1.5 - 2$ раза. Это обусловлено образованием вакансионно-примесных комплексов. После облучения при температуре 573 К накопление

дефектов в сплавах, содержащих титан и алюминий, снижено по сравнению с нелегированным сплавом в $\approx 2 - 4$ раза, что связано с радиационно-индуцированным образованием в сплавах частиц интерметаллидных выделений Ni_3Ti и Ni_3Al , соответственно. В сплаве Fe-Ni-Si накопление дефектов существенно подавлено по сравнению с Fe-Ni при всех температурах облучения.

Получены дозовые зависимости изменения микронапряжений при образовании вакансионных кластеров в аустенитном сплаве Fe-Ni в процессе облучения быстрыми нейтронами при 340 К. Микронапряжения с увеличением флюенса нейтронов уменьшаются. При этом происходит уменьшение параметра решетки от 0,35938 нм до 0,35893 нм. В облученных нейтронами закаленных сплавах Fe-Ni, обнаружено увеличение параметра решетки с увеличением температуры изохронного отжига. В конце отжига при температуре 1100 К параметр решетки имеет значение равное исходному. Эти результаты свидетельствуют о диссоциации вакансионных кластеров и отжиге вакансионных дефектов в облученном нейтронами сплаве Fe-Ni.

При отжиге закаленного сплава, облученного электронами наблюдается спад параметра решетки и приближение его к исходному значению. В районе 900 К параметр решетки практически вернулся к исходному значению, что означает диссоциацию вакансионных кластеров и гомогенизацию твердого раствора. При электронном облучении и последующем отжиге микронапряжения в сплаве Fe-Ni практически не меняются.

Публикации к разделу 1.15: В.Л.Арбузов, Б.Н.Гоцицкий, 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, 2010, т.110, в. 4, стр. 411-419; 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 340 К// ФММ (в печати); Сагарадзе В.В., Гоцицкий Б.Н., Воронин В.И., Бергер И.Ф., Волкова Е.Г. Изменение структуры и микроискажений решетки при карбидном старении стали 40X4Г18Ф2 с ГЦК решеткой// ФММ (в печати); V. Sagaradze, B. Goshchitskii. Recent activities and results in the research area of structural and mechanical properties of steels with a high-structural response// Workshop on the subject of "Promising structural materials for commercial and research nuclear reactors", National Institute for Nuclear Physics (INFN), Frascati, Italy, 27 Sept. – 01 Oct., 2010.

1.16 Исследование магнитного состояния сплавов $(Ni_{80}Fe_{20})_{1-x}Mn_x$

При создании устройств для магнитоэлектроники представляют интерес материалы, сочетающие в себе высокий магниторезистивный эффект и эффект однонаправленной обменной анизотропии. К таким материалам относятся системы пермаллоя с марганцем и пермаллоя с оксидами. Известно, что для пермаллоя характерен эффект анизотропного магнитосопротивления порядка нескольких процентов. С этой

точки зрения он представляет интерес для использования в датчиках магнитного поля. Еще более перспективными представляются системы пермаллоя с марганцем или антиферромагнитными оксидами, в которых можно обеспечить сочетание высокого магнитосопротивления и однонаправленной обменной анизотропии. Это могут быть как слоистые, так и гетерогенные системы. Тонкие пленки типа $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Mn}$ при определенных условиях термообработки позволяют обеспечить формирование наноструктур, состоящих из ферромагнитных и антиферромагнитных областей.

Определение магнитного состояния сплавов $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{1-x}\text{Mn}_x$ и температуры антиферромагнитного упорядочения выполнено методом нейтронографии. Исследованы составы $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.6}\text{Mn}_{0.4}$ и $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.4}\text{Mn}_{0.6}$. На рис.33 приведена нейтронограмма $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.6}\text{Mn}_{0.4}$ при температуре 150 К, на которой присутствуют лишь рефлексы кристаллической ГЦК – структуры.

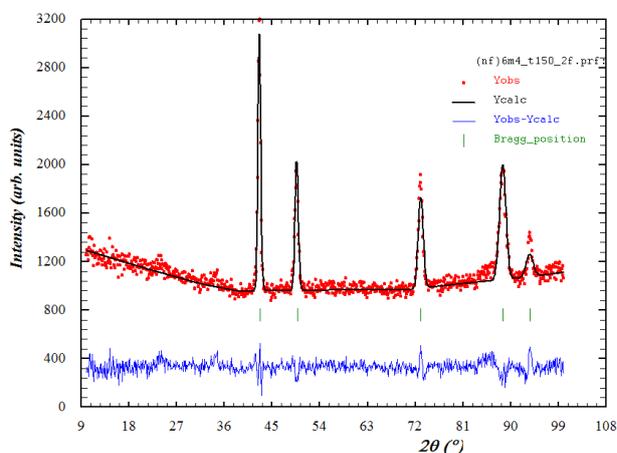


Рис.33. Нейтронограмма $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.6}\text{Mn}_{0.4}$ при температуре 150 К.

На рис.34 показан фрагмент нейтронограммы $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.4}\text{Mn}_{0.6}$ при температуре 4.2К. Наряду с рефлексами кристаллической ГЦК структуры на ней присутствуют дополнительные пики, интенсивность которых падает с ростом температуры, указывая на их магнитную природу.

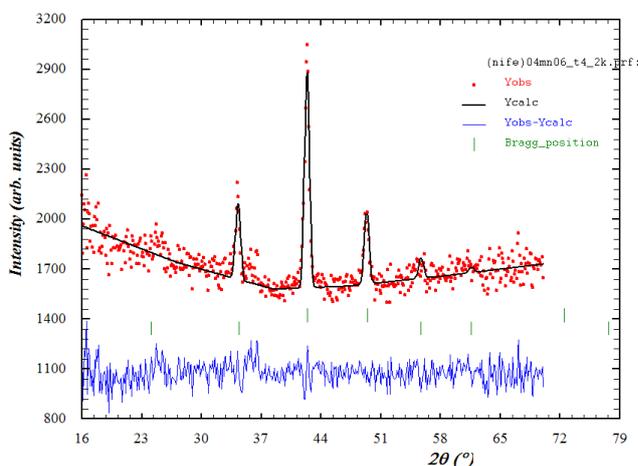


Рис.34. Нейтронограмма $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.4}\text{Mn}_{0.6}$ при температуре 4.2 К.

Согласно симметричному анализу в этом соединении реализуется антиферромагнитная структура с волновым вектором (001). Расположение магнитных атомов и направление магнитных моментов в решетке показаны на рис.35.

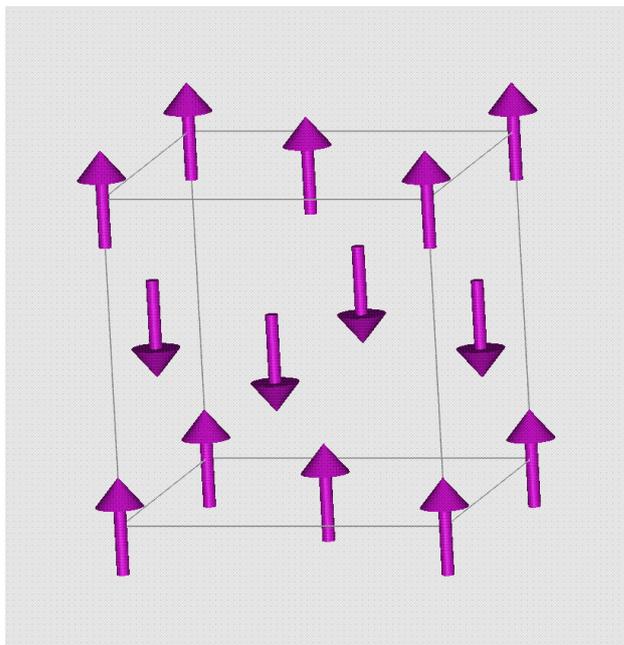


Рис.35. Магнитная структура $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.4}\text{Mn}_{0.6}$.

На рис.36 приведена температурная зависимость магнитного момента на атом. Видно, что аппроксимированное значение магнитного момента становится равным нулю при температуре порядка 350°C , которая является температурой Нееля.

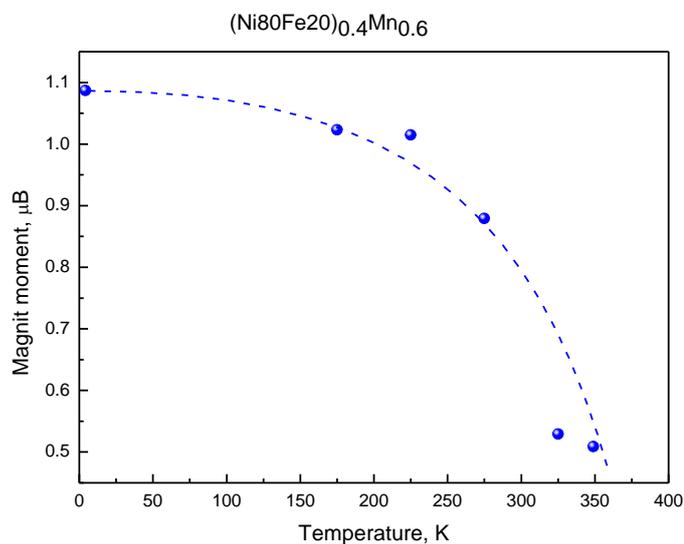


Рис.36. Зависимость магнитного момента от температуры.

На рисунке 37 показана зависимость параметра решетки от температуры.

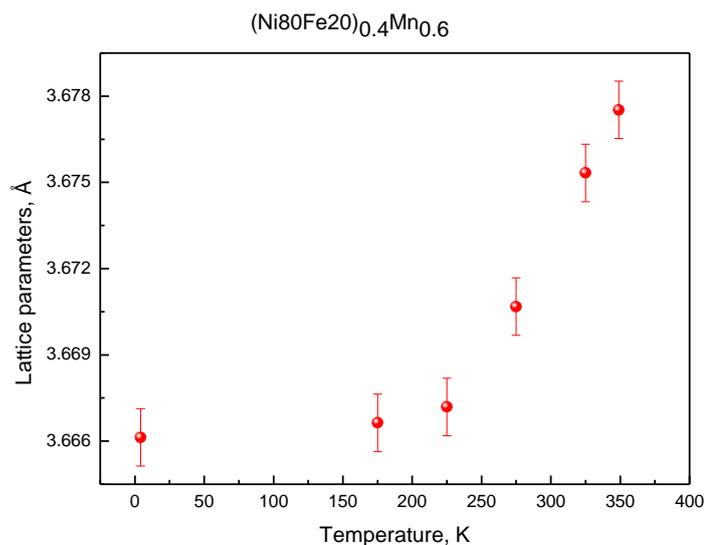


Рис.37. Зависимость параметра решетки от температуры.

Эти значения близки к величинам параметров решётки таких ферромагнетиков, как $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, что, наряду с высокой температурой Нееля дает возможность реализовать в $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{0.4}\text{Mn}_{0.6}$ эффект однонаправленной анизотропии при комнатной температуре.

1.17 Исследование магнитной и кристаллической структур порошков NiO с различным размером частиц

Исследованы магнитная и кристаллическая структура порошкообразных образцов NiO с различным размером частиц (1,5 мкм, 100 нм и 20 нм). Объемные образцы NiO являются 2-х подрешеточными антиферромагнетиками со структурой типа NaCl и температурой Нееля 525 К. Однако при измельчении до наночастиц характеристики этого материала становятся аномальными. Например, наночастицы могут обладать уже многоподрешеточной магнитной структурой. Наночастицы эффективны и в технических приложениях, например, для создания магнитной памяти при записи в компьютерных устройствах. Их сильная анизотропия делает их перспективными для создания спин - волновых магнитных сенсоров. В них так же существует необычный эффект – возникновение петли гистерезиса и увеличение коэрцитивной силы при перемагничивании в высоком магнитном поле. Эти свойства трудно объяснить в рамках простой 2-х подрешеточной модели магнитной структуры. По этим причинам изучение влияния размера нанопорошинок на структурные и магнитные свойства NiO вызывают в настоящее время большой интерес.

Все образцы имели ромбоэдрическую структуру с пространственной группой R-3m. Для примера на рис.38 приведен фрагмент рентгенограммы NiO с размером частиц 1.5 мкм.

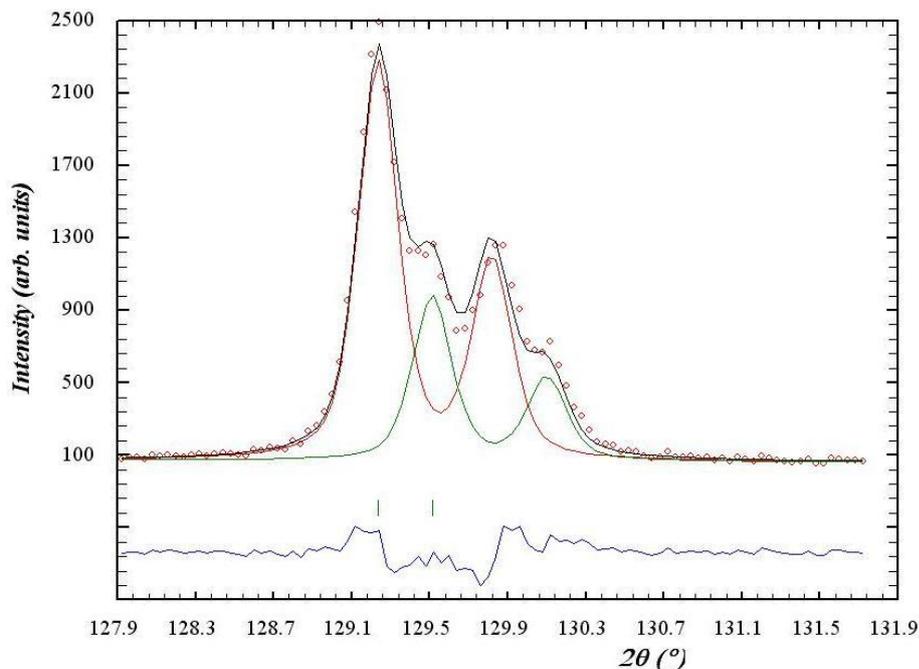


Рис.38. Расщепление рефлекса кубической фазы из-за ромбоэдрических искажений.

На нейтронограмме этого образца уже при комнатной температуре видны дополнительные рефлексы, указывающие на существование магнитной структуры (рис.39).

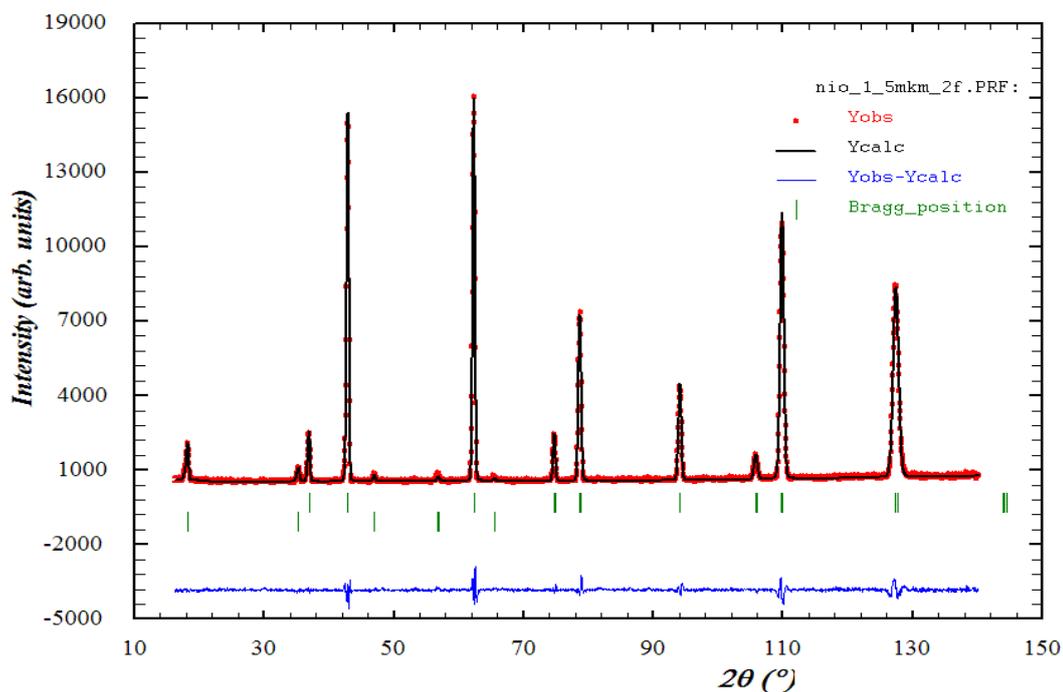


Рис. 39. Нейтронограмма NiO (1.5 мкм). Красные точки – эксперимент, огибающая их черная линия – расчет, синяя внизу – разность между расчетом и экспериментом, штрихи – угловые положения рефлексов: верхние – кристаллическая фаза, нижние – магнитная фаза.

Антиферромагнитная структура описывается волновым вектором $(0,0,1.5)$. Величина магнитного момента на атом составляет $0.59 \mu_B$. Магнитная решетка показана на рис.40.

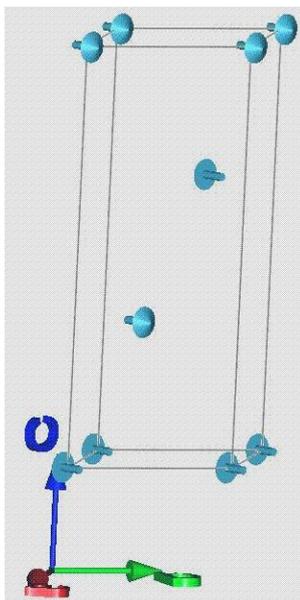


Рис.40. Магнитная структура ромбоэдрической фазы NiO.

На рис.41 и 42 приведены нейтронограммы образцов с размерами частиц 100 нм и 20 нм.

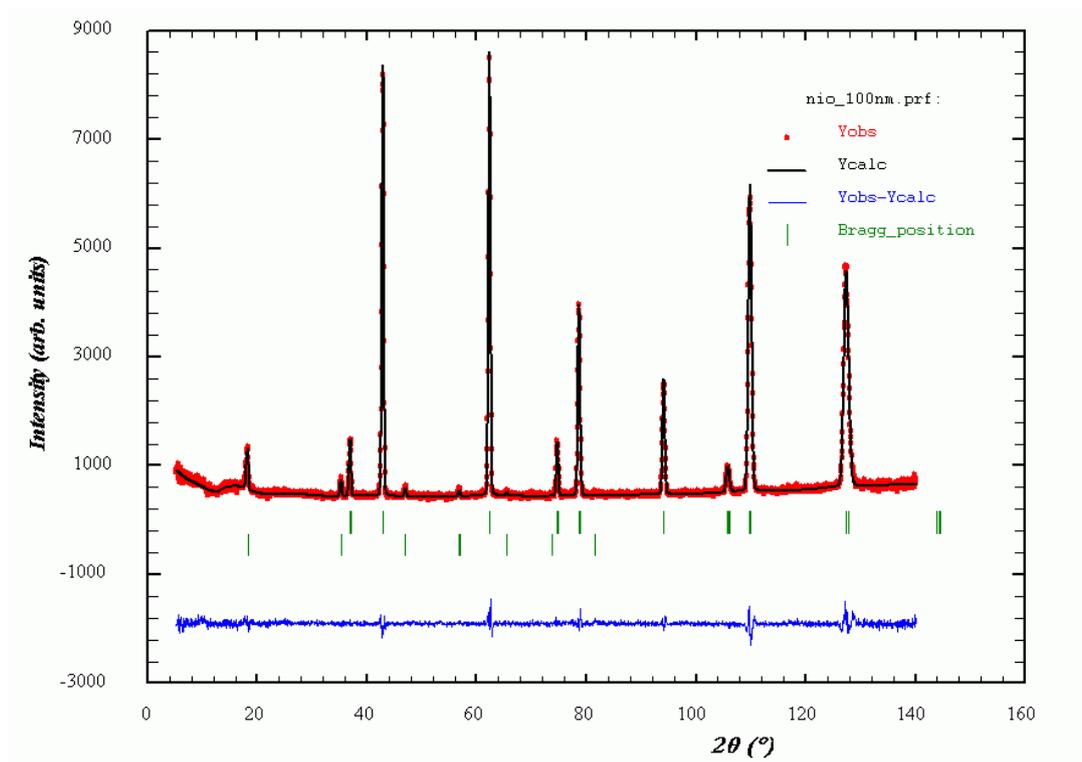


Рис. 41. Нейтронограмма NiO (100 нм). Красные точки – эксперимент, огибающая их черная линия – расчет, синяя внизу – разность между расчетом и экспериментом, штрихи – угловые положения рефлексов: верхние – кристаллическая фаза, нижние – магнитная фаза.

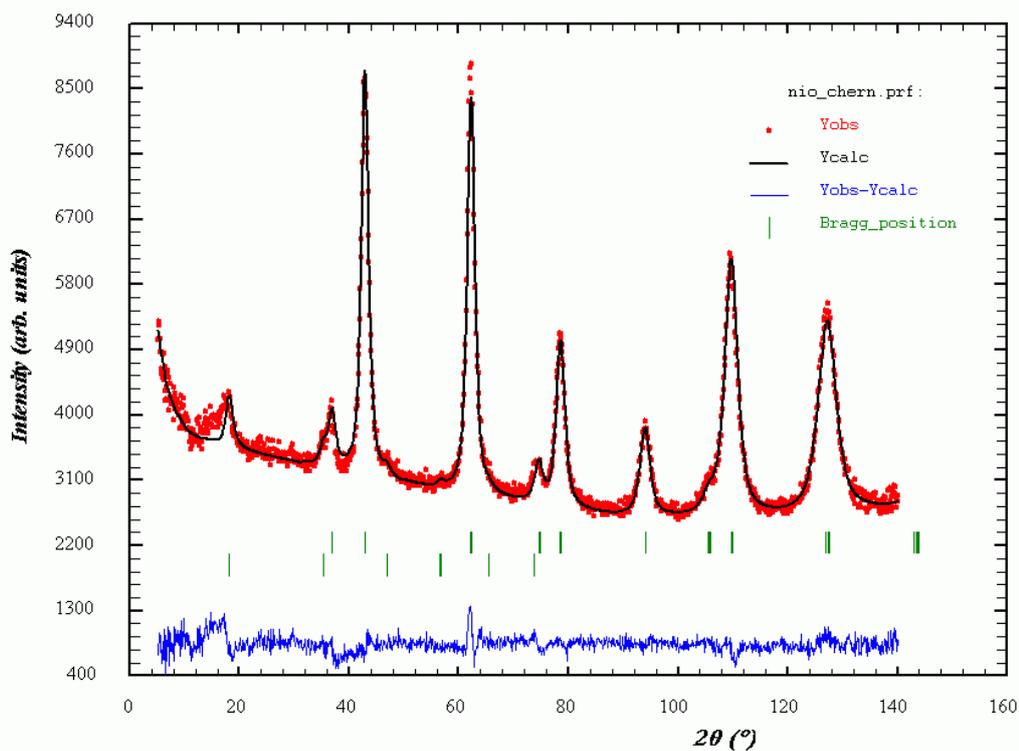


Рис. 42. Нейтронограмма NiO (20 нм). Красные точки – эксперимент, огибающая их черная линия – расчет, синяя внизу – разность между расчетом и экспериментом, штрихи – угловые положения рефлексов: верхние – кристаллическая фаза, нижние – магнитная фаза.

Таблица 8. Структурные параметры NiO, определённые методами нейтронной и рентгеновской дифракции.

Образец	Параметры, X-Ray	Параметры, N-Ray
1,5 мкм	$a, \text{Å}$ $c, \text{Å}$ $V, \text{Å}^3$	2.95472 ± 0.00003 7.22572 ± 0.00017 $54.632(0.002)$
100 нм	$a, \text{Å}$ $c, \text{Å}$ $V, \text{Å}^3$	2.95554 ± 0.00011 7.22469 ± 0.00055 $54.654(0.005)$
20 нм	$a, \text{Å}$ $c, \text{Å}$ $V, \text{Å}^3$	2.95605 ± 0.00011 7.22237 ± 0.00052 $54.655(0.005)$
	$a, \text{Å}$ $c, \text{Å}$ $V, \text{Å}^3$	2.96418 ± 0.00081 7.19740 ± 0.00526 $54.767(0.045)$
		2.95300 ± 0.00204 7.25642 ± 0.00984 $54.800(0.092)$

В таблице 9 приведены магнитные моменты.

Таблица 9. Магнитные моменты NiO

Образец	Магнитный момент, μ_B
1,5 мкм	0.59(1)
100 нм	0.54(1)
20 нм	0.58(3)

Для выявления влияния размера нанопорошинок NiO на их свойства исследованы образцы 1.5 мкм и 100 нм при разных температурах. На рис.43 приведены зависимости нормированных интенсивностей магнитного рефлекса от температуры для этих образцов. Виден различный температурный ход при практически одном значении температуры Нееля.

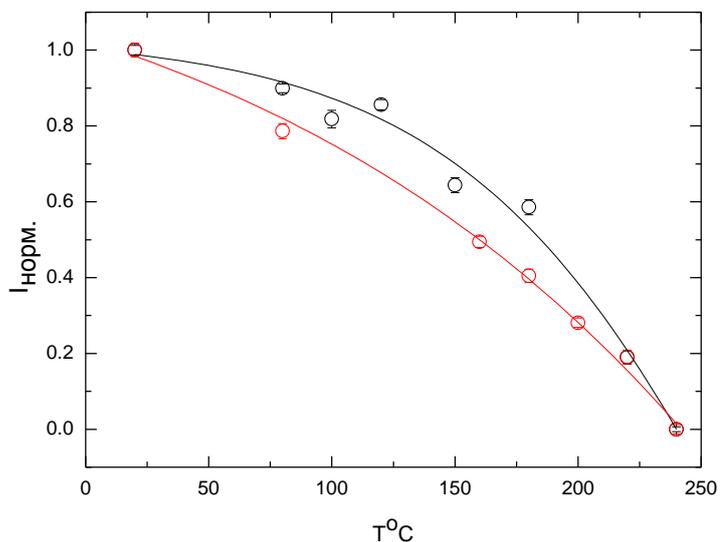


Рис.43. Зависимость нормированных интенсивностей магнитного рефлекса [0,0,1.5] от температуры для нанопорошинок размером 1.5 мкм (черные кружки) и 100 нм (красные кружки).

Выводы.

1. Все образцы имеют ромбоэдрическую структуру.
2. Объем решетки увеличивается с уменьшением размера частиц.
3. Все образцы антиферромагнитны с близкой температурой Нееля.
4. При разном размере зерна температурные зависимости магнитных рефлексов различны.

Публикации: Nina Mironova-Ulmane, Alexei Kuzmin, J. Grabis, I. Sildos, V.I. Voronin, I.F. Berger, V.A. Kazantsev, Structural and Magnetic Properties of Nickel Oxide Nanopowders// IV Euro-Asian Symposium on Magnetism: Nanospintronics. EASTMAG – 2010, June 28 – July 2 2010, Ekaterinburg, Russia

2 Результаты, полученные на предыдущих этапах выполнения Государственного контракта

Краткие результаты исследования особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$ на 1 этапе:

- Методом нейтронографии исследована кристаллическая структура низкотемпературной модификации моноалюмината калия $KAlO_2$. Полученные данные свидетельствуют о значительной анизотропии калий - катионной проводимости в низкотемпературной фазе $KAlO_2$ и говорят об её одномерном характере.
- Показано, что уменьшение температуры сверхпроводящего перехода поликристаллических образцов новой системы $LaFeAsO_{0.9}F_{0.1}$ при облучении быстрыми нейтронами связано с уменьшением времени электронной релаксации, что является свидетельством в пользу аномального типа спаривания в сверхпроводниках на основе железа.
- Предложен нейтронографический метод контроля текстуры постоянных магнитов на основе $Nd_2Fe_{14}B$. Установлено, что в быстрозакаленных сплавах $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ существует аморфная фаза. Установлено, что степень аморфизации зависит от типа редкоземельного элемента.

Краткие результаты исследования особенностей кристаллической структуры модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов на 1 этапе:

- Выплавлены реакторные и модельные стали и сплавы X16H15M3T1 (16Cr-15Ni-3Mo-1Ti), H26X5T3 (26Ni-5Cr-3Ti), 20Г18Ф1 (0.2C-20Mn-2Si-1V), 40Г18Ф2 (0.40C-4Cr-18Mn-2V), 10Г22С2 (0.1C-22Mn-2Si) с различной кинетикой образования когерентных и некогерентных интерметаллидов и карбидов при старении, что вызывает возникновение микронапряжений различной величины. Проведена термомеханическая обработка сталей (ковка и прокатка) и закалка от высоких температур (до 1100^0 C). Изготовлены образцы для нейтронографических и других исследований. Подготовлены шлифы сварных образцов (наплавка нержавеющей стали 12Х18Н10Т на корпусную реакторную сталь).
- Проведена аттестация полученных образцов методами хим. анализа, ПЭМ, металлографии, рентгенографии, СТМ, позитронной спектроскопии и остаточного электросопротивления. Сформированы типовые способы приготовления образцов с различной микроструктурой из модельных сталей и сплавов на основе Fe-Ni-Al (Ti,Si,Zr), а также типовые обработки для сталей X16H15M3T1, H26X5T3, 20Г18Ф1,

40Г18Ф2.

- Выполнена первая съёмка нейтронограмм с высоким разрешением для сталей X16H15M3T1, H26X5T3, 20Г18Ф1, 40Х4Г18Ф2 после закалки и термического старения, выявлены структурные и фазовые изменения образцов в происходящих при этом процессах расслоения и выделения вторичных интерметаллидных фаз. Изучены радиационно-индуцированные структурно-фазовые превращения в сплавах Fe-Ni-Al и Fe-Ni-Si. Изучено влияние наночастиц типа Ni₃Al(Si) на накопление вакансионных дефектов и структурно фазовые превращения в этих же сплавах при электронном облучении при 423 К в зависимости от их размера и плотности.
- Проведено облучение быстрыми нейтронами стали H35T3 и модельных сплавов Fe – Ni- (Ti, Al, Zr, Si) в закаленном и состаренном при 650⁰ С состояниях флюенсами 1, 5, 10, 50 * 10¹⁹ см².

Краткие результаты исследования фазового состава, решёточных и гальваномагнитных свойств исследуемых материалов на 2 этапе:

- Установлено, что манганиты Ca_{0.6-y}Sr_{0.4}La_yMnO_{3-δ} с содержанием лантана 0<y≤0.1 имеют орторомбическую структуру, а содержанием y=0.15 – тетрагональную структуру; соединение TbNi₂Mn имеет кристаллическую структуру C₁₅ -типа; определены параметры атомной и субатомной структур твердых растворов оксида циркония и кальция.
- На основе экспериментальных нейтронографических данных реальной кристаллической структуры были рассчитаны параметры электронной структуры интерметаллических соединений R₂Fe_{17-x}M_x (R = Y, Lu, Ce; M = Si or Al). Показано, что параметры электронной зонной структуры должны быть учтены для объяснения магнитных параметров соединений R₂Fe₁₇ наряду с традиционными утверждениями о сильных обменных взаимодействиях.
- Показано, что облучение поликристаллических образцов FeSe нейтронными флюенсами до 1.25·10²⁰ см⁻² при температуре облучения T_{irr} = 50 °С приводит к относительно небольшим изменениям температуры сверхпроводящего перехода T_c и электросопротивления .
- Установлено, что увеличение магнитной восприимчивости и переход антиферромагнетик- ферромагнетик, которые наблюдаются в соединении Ce₂Fe₁₇ при облучении, объясняются одной и той же причиной – изменением знака отрицательного обменного взаимодействия между определенными атомами железа.
- Показано, что учет изменения энтропии решетки уменьшает величину магнитокалорического эффекта и позволяет удовлетворительно объяснить

экспериментальные данные по магнитокалорическому эффекту для ферромагнетика $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}$.

- Установлено, что в ZnFe_2O_4 со структурой нормальной шпинели при повышении давления до 41 кбар имеет место антиферромагнитный фазовый переход с изменением звезды волнового вектора.
- Нейтронографическими исследованиями соединений $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ и $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ установлено, что в этих соединениях реализуется в зависимости от концентрации четыре магнитных структуры. Определена магнитная структура и найдены три типа обменных взаимодействий в дейтериде $\text{ErFe}_2\text{D}_{3+x}$.
- Исследовано влияние нейтронного облучения на электронные свойства синтетических монокристаллов магнетита Fe_3O_4 . Полученные результаты свидетельствуют против общепринятого мнения о том, что переход Вервея связан с зарядовым упорядочением в октаэдрических узлах структуры шпинели.

Краткие результаты исследования фазового состава и физико-механических свойств модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов на 2 этапе:

- Установлено, что монокристалл $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$ - радиационно-стойкий материал с памятью формы - сохраняет свое кристаллическое состояние после облучения, тогда как ранее изученный кристалл $\text{Ti}_{49}\text{Ni}_{51}$ полностью аморфизуется в результате подобного облучения.
- Установлены основные закономерности радиационной аморфизации соединений со структурой граната и перовскита, облученных различными флюенсами быстрых нейтронов.
- Показано, что радиационная аморфизация является следствием статистического перераспределения при облучении катионов $3d$ - $4f$ - переходных металлов с существенно различающимися ионными радиусами, по неэквивалентным кристаллографическим позициям (т.е. образования т.н. «антиузельных» дефектов).
- Установлены и описаны изменение структуры и физико-механических свойств стали X18H9 после длительного радиационно-термического воздействия.

Краткие результаты исследования реальной кристаллической структуры протонсодержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах на 3 этапе:

- Методом нейтронной дифракции *in-situ* в интервале температур от комнатной до 800°C

исследовано структурное состояние углеродистой эвтектоидной стали. 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. Установлено, что цементит следует рассматривать как фазу внедрения Fe_3C_x с широкой областью гомогенности.

- Проведены исследования структурных параметров оксида церрата бария - $BaZr_{0.9}Y_{0.1}O_{3-x}$ 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).
- 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.
- Методами нейтронной и рентгеновской дифракции, а также магнитными методами изучены особенности кристаллической структуры и магнитное состояние стехиометрического литиевого манганита в структурно упорядоченном $Li[Mn_2]O_4$ и разупорядоченном $Li_{1-\delta}Mn_{\delta}[Mn_{2-\delta}Li_{\delta}]O_4$ ($\delta = 1/6$) состояниях. Структурно разупорядоченное состояние манганита получено облучением флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} > 1$ 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.
- Нейтронографическими методами уточнены параметры кристаллической структуры феррогранатов $\{Y_3\}[Fe_{2-x}Sc_x](Fe_3)O_{12}$ и установлено, что отклонения от коллинеарной ферримагнитной структуры возникают при $x \sim 0.7$. 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.

- Установлено, что облучение флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} > 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К образцов $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ приводит к их полной аморфизации. Наблюдаемые острые брэгговские рефлексy на дифракционных картинах облученных образцов обусловлены примесным α -железом, которое содержится в исходном образце и не аморфизуется при облучении.
- Синтезированы и облучены различными флюенсами быстрых ($E_{\text{eff}} > 1$ 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».

Краткие результаты исследования микронапряжений в реакторных материалах на 3-ем этапе:

- 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 .
- 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 $\text{Fe}+36\%\text{Ni}+3\%\text{Ti}$ 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.

3 Обобщение и оценка результатов исследований

В рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы» проведена научно-исследовательская работа по лоту «Проведение исследований состава, структуры и свойств веществ и перспективных материалов с использованием уникальных установок» на тему «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».

В ходе выполнения работы методами дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов, радиационного разупорядочения и общезначимыми методами 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 быстрыми нейтронами и гамма-квантами;
- данные об особенностях решеточных и электронных свойств исследуемых веществ (в том числе, с наведенной радиоактивностью), определяющих их экстремальные свойства;
- публикация полученных новых фундаментальных данных о структуре и свойствах исследуемых веществ в реферируемых научных журналах и докладах на российских и международных конференциях и семинарах.

На основе полученных фундаментальных знаний об особенностях кристаллической, нанокристаллической и магнитной структур и фазовых переходов в функциональных материалах, определяющих их служебные свойства, предложены практические рекомендации для процессов синтеза исходных веществ с улучшенными свойствами; на основании сведений о влиянии реакторного облучения на структуру и свойства материалов (в том числе, конструкционных, для атомной энергетики) определено фазовое и структурное состояние сталей, формирующееся при распаде аустенита в процессе охлаждения, которое является одним из основных факторов, определяющих их свойства, и которое послужат основой для развития микроскопических представлений о механизме полиморфного превращения и формирования структурного состояния в сталях при создании новых радиационно-стойких материалов и выработке рекомендаций по

радиационной модификации свойств сплавов и соединений.

Конкретно, в ходе выполнения работы в 2009-2010 годах были изучены материалы различных типов, к обсуждению которых мы ниже и приступим.

3.1 Постоянные магниты

В последние годы в мире широкое развитие получили фундаментальные и прикладные исследования, посвященные изучению нового класса веществ – наноматериалов. Знание тонких особенностей структурного состояния наноматериалов играет ключевую роль в выяснении физических механизмов формирования их экстремальных свойств (магнитных, электронных, каталитических, сорбционных, механических и других).

Изучение магнитного состояния нанокристаллических материалов, в частности, показало, что размер и топология наночастиц оказывают значительное влияние на магнитные свойства таких материалов, как постоянные магниты, играющие чрезвычайно важную роль в технике. Последние двадцать лет среди магнитных материалов для постоянных магнитов наиболее интенсивно изучались интерметаллические соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Теоретические и экспериментальные исследования показали, что один из эффективных путей улучшения характеристик постоянных магнитов на основе $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ – это получение композитов, включающих кристаллическую фазу как магнитотвердый компонент, и аморфную фазу как магнитомягкий компонент. В качестве базового материала используются высококоэрцитивные порошки с наноразмерным состоянием (20÷50 нм) основной фазовой компоненты - фазы типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, препарированные по методике спиннингования – инжектирование струи расплава этих элементов на поверхность быстровращающегося массивного металлического барабана. Полученные таким образом быстрозакаленные сплавы представляют структурно стабильный магнитотвердый порошковый наноматериал. Характеризация атомной и субатомной структур быстрозакаленного сплава $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ крайне необходима для целенаправленного улучшения магнитных свойств этих сплавов для практического применения.

Облучение различных веществ потоками быстрых нейтронов (радиационное разупорядочение атомного масштаба) является следствием эксплуатации материалов в технике специального назначения и, кроме того, оно является уникальным технологическим приемом, позволяющим получать состояния вещества, зачастую недостижимые никакими другими методами. При этом, поскольку облучение быстрыми нейтронами является каскадообразующим, в облучаемой однородной матрице возникают микроскопические области радиационных повреждений с перестроенной структурой, что фактически превращает исходную матрицу в наноматериал. Выяснение особенностей

возникающего нанокристаллического состояния способствует использованию метода радиационное разупорядочение атомного масштаба в практических целях.

Изучение магнитного состояния аморфизованных интерметаллидов представляет не только академический интерес, но может быть полезно и для практики. Выше упоминалось, что интерметаллические соединения $R_2Fe_{14}B$ (R – редкоземельный металл) являются основными материалами для изготовления высокоэнергоемких постоянных магнитов. В частности, были получены постоянные магниты $Nd_2Fe_{14}B$ с рекордными значениями энергетического произведения $(BH)_{max} > 50$ МГсЭ. Тем не менее, намагниченность таких магнитов не высока, но она может быть значительно увеличена, если реализовать в них две фазы: магнитомягкую (аморфную) и магнито жесткую (кристаллическую) фазы. Аморфная фаза $R_2Fe_{14}B$, в отличие от кристаллической, в “чистом” виде практически не изучена, т.к. ее доля в реальных образцах магнитов, полученных, например, спиннингованием, мала.

В качестве объектов исследования были выбраны образцы $Nd_2Fe_{14}B$ и $Er_2Fe_{14}B$, в кристаллическом состоянии обладающие ферро- и ферримагнитным упорядочением соответственно. Аморфное состояние массивных образцов получили (по-видимому, впервые) путем облучения в ядерном реакторе ИВВ-2М флюенсом быстрых ($E_{eff} > 1$ МэВ) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Анализ результатов исследований показал, что в аморфном состоянии тип магнитного упорядочения в основном не изменяется. Вместе с тем, аморфизация приводит к уменьшению температуры Кюри примерно на 100 К ($Nd_2Fe_{14}B$) и на 200 К ($Er_2Fe_{14}B$), уменьшению коэрцитивной силы на 2 порядка ($Nd_2Fe_{14}B$), появлению низкотемпературных необратимостей намагниченности. Наблюдаемые эффекты объясняются дисперсией обменных взаимодействий Fe-Fe, возникающих как следствие дисперсии межатомных расстояний в аморфном состоянии.

3.2 Сильные электронные корреляции

Несмотря на существенные успехи в понимании природы физических свойств систем с сильными электронными корреляциями, интерес к теоретическим и экспериментальным исследованиям таких систем не ослабевает, поскольку, именно, в этом направлении можно ожидать появления новых фундаментальных представлений о физике конденсированного состояния и создания новых материалов с уникальными свойствами. К таким системам относятся, в частности, сверхпроводники нового поколения – пниктиды и халькогениды переходных металлов (LaO_xFeAs , Li_xFeAs , $FeSe_x$), сверхпроводники с низкой концентрацией носителей заряда (Cu_xTiSe_2 , алмаз, легированный бором, $Nd_{2-x}Ce_xCuO_{4+\delta}$ при $x=0.14$) и высокотемпературные сверхпроводники. Облучение нейтронами, в отличие от облучения другими высокоэнергетическими частицами (ионами, электронами),

является наилучшим методом создания дефектов атомного масштаба в массивных кристаллических материалах при сохранении стехиометрического состава. Из-за большой проникающей способности нейтронов дефекты распределяются однородно по объему образца, что позволяет использовать макроскопические образцы (в том числе – монокристаллы) и, соответственно, практически любые экспериментальные методики исследования. Существенная особенность метода радиационного разупорядочения – это его дозированность и обратимость. Первое позволяет менять концентрацию дефектов в очень широких пределах – от самых малых до предельно больших, достижимых для материала данного типа. Второе означает возможность постепенного восстановления исходного состояния образца при высокотемпературных отжигах, при которых последовательно рекомбинируют различные типы дефектов. Подобные исследования свойств новых сверхпроводников - слоистых соединений на основе железа в России и за рубежом не проводились.

3.3 Протонные проводники

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.

3.4 Ферриты AB_2O_4

Ферриты с общей формулой AB_2O_4 широко применяются в различных электронных устройствах и установках. Свойства ферритов сильно зависят от способа их синтеза. К настоящему времени ферриты типа AB_2O_4 могут быть синтезированы несколькими способами: твердотельной реакцией, совместным осаждением, золь-гель процессом, высокотемпературной самораспространяющейся реакцией (ВСР). Это позволило получить ферриты различного размера - порошки, тонкие и толстые пленки и монокристаллы. Идеальными порошками для ферритов являются малые частицы с узким распределением по размерам, высокой чистоты и гомогенности. Особенностью ВСР является ее высокая скорость образования конечного соединения, в результате чего ряд структурных

характеристик (координаты атомов, коэффициенты заполнения позиций и др.) могут иметь другие значения, чем ферриты, полученные коммерческими способами синтеза. В качестве исходных веществ при ВСП берутся окислы железа, бария, никеля, цинка и железо с нанокристаллическими размерами частиц. Так как реакция включает окисление железа и разложение оксидных фаз, то важным параметром ВСП становится давление. Целью данного исследования являлось получение ферритов типа AB_2O_4 при высоком давлении кислорода и изучение их основных магнитных свойств.

Итак, синтез ферритов типа AFe_2O_4 с помощью высокотемпературной самораспространяющейся реакции и механического измельчения в шаровой мельнице позволяет синтезировать нанокристаллические образцы с размером частиц около, 100 \AA . Средняя температура горения и скорость распространения составляют соответственно $(978 - 1331)^\circ\text{C}$ и $(4.7 - 13.8) \text{ мм/сек}$. Температура горения и скорость распространения реакции возрастают с повышением парциального давления кислорода во время синтеза. Скорость формирования образцов ферритов численно описывается с помощью соотношения Аррениуса. Результаты нейтронографических измерений свидетельствуют, что образцы имеют основную кристаллическую фазу (структура шпинели) и несколько примесных фаз. Частичное замещение цинка в никель-цинковых ферритах позволяет увеличить максимальную и остаточные намагниченности и, особенно, коэрцитивную силу.

3.5 Интерметаллиды $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$

Тройные интерметаллические соединения типа RM_2X_2 , где $M - 3d, 4d$ или $5d$ переходный металл, $X - Si$ или Ge , показывают широкий спектр физических свойств от сверхпроводимости до тяжело-фермионого поведения. Эти соединения можно рассматривать как природные сверхрешетки, так как слои с магнитными атомами отделены друг от друга слоями с немагнитными атомами: $-R-X-M-X-R-$. Среди них соединения с $M=Mn$ выделяются уникальным набором магнитных фазовых переходов из-за необычной корреляции между между внутрислоевым расстоянием $Mn-Mn$ (d_{Mn-Mn}) и межслоевым упорядочением магнитных моментов ионов марганца. Критическое $Mn-Mn$ расстояние равно, приблизительно, $d_c = (2.85 - 2.87) \text{ \AA}$ при комнатной температуре. Как правило, если $d_{Mn-Mn} > d_c$, то марганцевые слои упорядочены ферромагнитно вдоль c -оси. Если $d_{Mn-Mn} < d_c$, то имеет место антиферромагнитное упорядочение в этих слоях. Внутри слоевое расстояние d_{Mn-Mn} можно изменять как приложением давления так замещением редкоземельного иона другими ионами. Несмотря на большое число статей, посвященных этим соединениям, природа вышеуказанной корреляции не ясна до сих пор.

Чтобы пролить свет на природу этой корреляции мы провели нейтронографическое исследование магнитной структуры соединений $La_{1-x}Dy_xMn_2Si_2$ и $La_{1-x}Tb_xMn_2Si_2$ ($0 < x <$

1.0), в которых внутрислойное расстояние $d_{\text{Mn-Mn}}$ непрерывно изменяется от $d_{\text{Mn-Mn}} > d_c$ (LaMn_2Si_2) $d_{\text{Mn-Mn}} < d_c$ (TbMn_2Si_2 и DyMn_2Si_2). Ионы тербия и диспрозия обладают одним типом (с-ось) анизотропии, но ее величина для ионов Tb значительно выше, чем для ионов Dy. Кроме того, обменные взаимодействия Tb-Mn и Tb-Tb превосходят обмен между Dy-Mn и Dy-Dy ионами. Следовательно, исследование систем соединений $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ и $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ позволяет выяснить роль $d_{\text{Mn-Mn}}$ расстояния, магнитной анизотропии и обмена в формировании магнитной структуры и свойств интерметаллидов типа RM_2X_2 .

Итак, в соответствии с общей картиной поведения магнитных свойств соединений RM_2X_2 , в исследованных нами интерметаллидах происходит переход от ферромагнитного упорядочения моментов в соседних марганцевых слоях к антиферромагнитному, когда внутрислойное расстояние Mn-Mn равняется критическому расстоянию. По-видимому, переход от антиферромагнитного порядка к F'' ферромагнитному упорядочению обусловлен конкуренцией взаимодействий между Mn-Mn и Mn-R, поскольку в соединениях $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ферромагнитный F'' порядок реализуется при более низкой концентрации редкоземельного иона, чем в соединениях с Dy.

3.6 $\text{Tb}_{0.9}\text{Er}_{0.1}\text{Ni}_5$

Гексагональные соединения типа RNi_5 , где R – редкоземельный ион, обладают большой магнитно-кристаллической анизотропией. Она имеет одноионную природу, обусловленную взаимодействием данного редкоземельного иона с окружающими его лигандами. Отличительной особенностью соединений RNi_5 , по сравнению с другими интерметаллидами с большой магнитной анизотропией является то, что в RNi_5 , энергия магнитной анизотропии превышает обменную энергию. Эта особенность должна приводить к ряду эффектов, происходящих от совместного действия магнитной анизотропии и обмена. Одним из таких эффектов является метамагнитный переход в системе локализованных магнитных моментов. Такой метамагнитный переход был обнаружен в парамагнитном PrNi_5 , и ферромагнитном ErNi_5 . В случае TbNi_5 , в котором, как впервые было показано нами, реализуется несоизмеримая магнитная структура типа FAN, внешнее магнитное поле индуцирует переход из несоизмеримой фазы в соизмеримую, т.е. IC - C переход. Принимая во внимание то, что энергия магнитной анизотропии в TbNi_5 превышает на порядок обменную энергию можно ожидать, что IC – C переход будет сопровождаться метамагнитным переходом. Чтобы наблюдать этот переход более отчетливо, нужно увеличить модуль волнового вектора, для этого мы частично заменили ионы тербия Tb на ионы эрбия. Как показали наши предварительные измерения, замещение 10% ионов тербия позволяет максимально увеличить длину волнового вектора. Поэтому, наши основные исследования были выполнены на составе

Tb_{0,9}Er_{0,1}Ni₅.

Итак, в Tb_{0,9}Er_{0,1}Ni₅ нами обнаружен низкотемпературный метамагнитный переход в системе локализованных магнитных моментов. Этот переход может быть использован в устройствах магнитной записи.

3.7 Стали

Очевидна огромная практическая важность изучения свойств конструкционных сталей, используемых в атомных реакторах, изучения рассматриваемых в качестве кандидатных материалов для разработки термоядерных реакторов, и исследования наиболее перспективных материалов для реакторов на быстрых нейтронах - «дисперсно упрочненных оксидами сплавов» (ДУО-сплавов), позволяющих создать нераспухающие оболочки ТВЭЛов с рекордными значениями жаропрочности при 700-800 С⁰ и обеспечить выгорание ядерного топлива до 18% и выше. Эти работы активно развиваются в Японии, Франции, США, Китае.

Фазовое и структурное состояние сталей, формирующееся при распаде аустенита в процессе охлаждения, является одним из основных факторов, определяющих ее свойства. В тоже время понимание структуры предпереходного состояния и ее особенностей в двухфазной области необходимо для выбора оптимальных режимов осуществления полиморфного превращения и получения нужных свойств сталей. Хотя исследованию этого вопроса уделяется большое внимание, о структурном состоянии системы Fe-C при высоких температурах, близких к температуре полиморфного превращения известно, по-прежнему, очень мало. Это связано с трудностями выполнения экспериментов по рентгеновской дифракции и электронной микроскопии при таких высоких температурах. Нейтронография позволяет легко преодолеть данные затруднения. Кроме того, из-за большой проникаемости нейтронов нейтронографические эксперименты позволяют изучать весь облучаемый объем. Именно поэтому высокотемпературные нейтронографические позволяют установить структурные изменения, предшествующие распаду аустенита и определить химический состав карбидных фаз. Полученные результаты послужат основой для развития микроскопических представлений о механизме полиморфного превращения и формирования структурного состояния в сталях.

Проводимые в рамках Госконтракта исследования были направлены, в частности, на изучение микро- и макронапряжений в образцах конструкционных сталей, используемых в ядерных реакторах как на медленных (типа ВВЭР), так и на быстрых (типа БН) нейтронах. Целью таких исследований являлось повышение безопасности уже существующих ядерных энергетических установок, а также разработка новых перспективных материалов для ядерной энергетики. Центральной задачей Госконтракта являлось измерение

внутренних микронапряжений в объеме образцов из радиационно-стойких сталей с ОЦК и ГЦК решетками для корпусов реакторов, элементов внутриреакторных конструкций и оболочек тепловыделяющих элементов при образовании, росте и коагуляции дисперсных частиц второй фазы, существенно влияющих на порообразование.

В результате выполнения проекта получены новые фундаментальные данные об особенностях распределения микронапряжений около выделений разного типа, что крайне важно для прогнозирования радиационных повреждений в материалах, и разработаны рекомендации по технологии обработки новых радиационно-стойких сталей. Выяснено распределение макро- и микронапряжений, а также структурных составляющих в зоне влияния сварного шва и проанализировано их изменение в процессе отжига, что в значительной степени влияет на служебные свойства сварных конструкций. Полученная при этом информация будет весьма полезной также для решения задач повышения надежности морских магистральных газопроводов, монтируемых из толстостенных труб с применением сварных швов.

4 Сведения об услугах коллективного пользования

В период (2009-2010 гг.) выполнения Государственного контракта на пяти нейтронно-оптических и двух общефизических экспериментальных установках атомного реактора ИВВ-2М, доступных для внешних пользователей, оказывались услуги в проведении нейтронных и общефизических 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 по условиям Соглашений с пользователями осуществлял инженерно-техническое обеспечение работ.

Услуги коллективного пользования регулярно предоставлялись следующим сторонним организациям в рамках Соглашений, заключенных с ними:

1. Институту химии твердого тела (ИХТТ) УрО РАН, Екатеринбург;
2. Институту высокотемпературной электрохимии (ИВЭХ) УрО РАН, Екатеринбург;
3. Институту электрофизики (ИЭФ) УрО РАН, Екатеринбург;
4. Институту металлургии (ИМЕТ) УрО РАН, Екатеринбург;
5. Уральскому Государственному университету им. А.М.Горького (УрГУ), Екатеринбург;
6. Институту реакторных материалов (ИРМ) Росатома, г. Заречный;
7. Институту неорганической химии СО РАН, г. Новосибирск;
8. ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид», г. Заречный

В частности, для внешних пользователей была получена информация о:

- кристаллической структуре и катионном распределении в соединениях с анионами циклического строения: $A_2CaV_4O_{12}$, $A=K, Rb, Cs$ и $Ln_2CaGe_4O_{12}$, $Ln=P3Э$ или Y ;
- структуре и фазовом составе протонпроводящих оксидов $BaZr(0.9)Y(0.1)O(3-d)$, локализации водорода/дейтерия в решетке, температурных зависимостях гальваномагнитных свойств образцов;
- структуре и фазовом составе промышленных алюминиевых сплавов после ионно-лучевой обработки;
- степени текстуры в постоянных магнитах на основе $Nd_2Fe_{14}B$;
- структуре и фазовом составе двенадцатиядерных биоктаэдрических халькогенидных комплексов рения $[Re_{12}(m_6-C)(m_3-S)_{14}(m_2-S)_3]L_6$;
- структуре и фазовом составе, магнитных свойствах образцов оболочек твэлов, в том числе, облученных быстрыми нейтронами;

- кристаллографической и магнитной структурах в квазидвумерных магнитных системах на основе интеркалированных дихалькогенидов переходных металлов.

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.

Распределение организаций-пользователей по этапам приведено в Приложении Б.

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 четвертом этапе было запланировано провести:

За счёт средств федерального бюджета

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава исследуемых материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.
2. Анализ и обработка полученных результатов.
3. Подготовка публикаций результатов.

За счёт внебюджетных средств

1. Дополнительные исследования структуры и фазового состава модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов, в том числе, образцов, облучённых на этапе 1.
2. Анализ и обработка полученных результатов.
3. Подготовка публикаций результатов.

Краткие результаты дополнительных исследований структуры и фазового состава исследуемых материалов, в том числе облучённых образцов, на 4 этапе:

- В качестве объектов исследования аморфизованных интерметаллидов были выбраны образцы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, в кристаллическом состоянии обладающие ферро- и ферромагнитным упорядочением соответственно. Аморфное состояние массивных образцов получили (по-видимому, впервые) путем облучения в ядерном реакторе ИВВ-2М флюенсом быстрых ($E_{\text{eff}} > 1$ Мэв) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при температуре 340 К. Анализ результатов исследований показал, что в аморфном состоянии тип магнитного упорядочения в основном не изменяется. Вместе с тем, аморфизация приводит к

уменьшению температуры Кюри на $\sim 100\text{K}$ ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) и $\sim 200\text{K}$ ($\text{Er}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$), уменьшению коэрцитивной силы примерно на два порядка ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$), появлению низкотемпературных необратимостей намагниченности. Наблюдаемые эффекты объясняются дисперсией обменных взаимодействий Fe-Fe, возникающих как следствие дисперсии межатомных расстояний в аморфном состоянии.

- Методом дифракции тепловых нейтронов при 78 K исследовано структурное состояние монокристалла $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$, облученного быстрыми нейтронами. Интерес к данному вопросу обусловлен поисками радиационно-стойкого материала с эффектом «памяти формы». Обнаружено, что основной структурный мотив кристалла после воздействия облучения сохраняется, но мартенситные превращения в нем отсутствуют. Сделаны оценки радиационной стойкости кристаллов данного класса.
- Синтез ферритов типа AFe_2O_4 с помощью высокотемпературной самораспространяющейся реакции и механического измельчения в шаровой мельнице позволил получить нанокристаллические образцы с размером частиц около, 100 \AA . Средняя температура горения и скорость распространения составляют соответственно $(978 - 1331)^\circ\text{C}$ и $(4.7 - 13.8)\text{ мм/сек}$. Температура горения и скорость распространения реакции возрастают с повышением парциального давления кислорода во время синтеза. Скорость формирования образцов ферритов численно описывается с помощью соотношения Аррениуса. Результаты нейтронографических измерений свидетельствуют, что образцы имеют основную кристаллическую фазу (структура шпинели) и несколько примесных фаз. Частичное замещение цинка в никель-цинковых ферритах позволяет увеличить максимальную и остаточные намагниченности и, особенно, коэрцитивную силу.
- В соответствии с общей картиной поведения магнитных свойств соединений RM_2X_2 , в исследованных нами интерметаллидах RM_2X_2 , где M – 3d, 4d или 5d переходный металл, X – Si или Ge, происходит переход от ферромагнитного упорядочения моментов в соседних марганцевых слоях к антиферромагнитному, когда внутрислойное расстояние Mn-Mn равняется критическому расстоянию. По-видимому, переход от антиферромагнитного порядка к F'' ферромагнитному упорядочению обусловлен конкуренцией взаимодействий между Mn-Mn Mn-R, поскольку в соединениях $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ферромагнитный F'' порядок реализуется при более низкой концентрации редкоземельного иона, чем в соединениях с Dy.
- Впервые проведено исследование микроструктурных и магнитных свойств синтезированного компанией DuPont нанопорошка CrO_2 в интервале температур от 4.5 до 450 K методом нейтронной дифракции с использованием дифрактометра высокого

разрешения HRPD (длина волны $\lambda=1.8345\text{\AA}$). Выявлено, что изменение в электронной локализации может индуцировать ферромагнетизм в полуметаллах.

- Показано, что при 12 К магнитная структура гидроксида и дейтеридосоединения ErFe_2 описывается волновым вектором $\mathbf{k}=0$, намагниченности эрбиевой и железной подрешеток антипараллельны друг другу. Величина намагниченности Fe ионов равна 1.8 μ_B , что несколько выше, чем намагниченность Fe ионов в исходном сплаве ErFe_2 . Напротив, намагниченность эрбиевых ионов уменьшилась при гидрировании с 8.8 μ_B (в исходном сплаве) до 4.3 μ_B в дейтериде. Температуры Кюри дейтерида и гидроксида примерно, одинаковы и составляют, около, 430 К, что почти на 200 К ниже, чем T_C исходного сплава ErFe_2 .
- Синтезирован первый поликристаллический образец Tb_5Pd_2 из запланированного ряда R_5Pd_2 (R-Tb, Ho, Er) интерметаллических соединений. На нем были проведены нейтронографические исследования на дифрактометре высокого разрешения HRPD с длиной волны $\lambda=1.8345\text{\AA}$ при температурах 300 К, 100 К, 65 К, 45 К, 32 К и 5 К. Установлено, что волновой вектор магнитной структуры $\mathbf{k}=(0, 0, 0.423)$. На малых углах на нейтронограмме хорошо видны широкие максимумы магнитного диффузного рассеяния, что говорит о присутствии больших магнитных неоднородностей в соединениях.

Краткие результаты дополнительных исследований структуры и фазового состава модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов, в том числе, облученных образцов, на 4 этапе:

- Проведено электронно-микроскопическое и нейтронографическое исследование образцов состаренных сталей 40X4Г18Ф2 и H26X5Т3. Определена зависимость микроискажений от температуры и времени старения в стали 40X4Г18Ф2 при образовании кластеров и карбидов VC и в стали H26X5Т3, где обнаружено выпадение частиц Ni_3Ti . Нейтронографические данные согласуются с результатами электронно-микроскопических исследований. Для стали 40X4Г18Ф2 показано, что величина остаточных искажений $\Delta a/a$ максимальна при 700° старении, что в почти в 3 раза выше, чем при 600° старении ($\Delta a/a = 3 - 5,5$). Увеличение времени старения при повышенной температуре (700°C), приводящее к увеличению размера и уменьшению плотности частиц VC, вызывает заметное снижение внутренних микроискажений.
- Выполнено электронно-микроскопическое и нейтронографическое исследование особенностей старения стали H26X5Т3 при среднетемпературном (873 К) и высокотемпературном (973 К) отжигах. Обнаружено заметное уменьшение параметра решетки аустенита при обеих температурах старения, что связано с выходом титана из

твердого раствора при выделении когерентной интерметаллидной фазы Ni_3Ti . Исследованы выделения карбидов VC в стали 40X4Г18Ф2 в зависимости от температуры и времени старения. Обнаружено увеличение среднего размера карбидов VC от 2,5 нм до 4 нм при увеличении времени выдержки от 1 до 12ч в процессе старения при 873 К. Старение при 973 К (1 -12ч) приводит к росту среднего размера карбидных частиц от ~7 до 9,9 нм. В стали X16H15M3T1 после старения при 873 К обнаружены свидетельства формирования предвыделений (кластеров) фазы Ni_3Ti . Старение при 973 К (6 и 12ч) приводит к образованию наночастиц интерметаллидов Ni_3Ti . Размер частиц варьируется в пределах 2 - 6 нм, преобладающий размер – 2-3 нм. Параметр решетки выделяющегося ГЦК интерметаллида близок к параметру решетки аустенитной матрицы.

- Выполнено нейтронографическое исследование зависимости микронапряжений и параметра решетки матрицы от температуры нагрева (200, 400, 600С) в состаренной стали 40X4Г18Ф2. Определена интенсивность роста параметра решетки аустенита и снижения микроискажений при повышении температуры нагрева. Показано, что уровень микроискажений матрицы (от карбидных выделений) восстанавливается при охлаждении образцов от 600 до 20С. Найдено незначительное уменьшение величины микроискажений в объеме образца при повышении температуры и восстановление их значений при охлаждении до комнатной температуры. Отслежена корреляция между изменением параметра решетки и тепловых среднеквадратичных смещений атомов.
- Выполнено исследование структуры и внутренних микронапряжений в исходной и предварительно состаренной при разных температурах стали 40X4Г18Ф, облучённой быстрыми нейтронами. Показано, что во всех образцах наблюдаются качественно похожие процессы: после облучения быстрыми нейтронами уменьшаются параметры решетки. При этом заметно увеличиваются факторы Дебая – Валера вследствие возникновения статических смещений атомов в решетке. Как отмечено ранее, основное уменьшение параметров решетки в углеродистых сталях связано с уходом атомов углерода из решетки твердого раствора. По мере увеличения флюенса быстрых нейтронов углерод уходит из решетки с образованием мелкодисперсных выделений карбида ванадия, что и приводит к уменьшению параметра решетки.

В случае микронапряжений происходят более сложные процессы. При флюенсе $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ их величина слегка падает в исходном образце и после старения при 700°C, а в образце, состаренном, при 600°C они еще не наблюдаются, как и в этом же необлученном образце. В тоже время, после облучения $\Phi = 5 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ величины микронапряжений увеличиваются в исходном образце и после старения при 700°C, а в образце, состаренном при 600°C, они становятся наблюдаемыми на эксперименте.

Возникновение микронапряжений обусловлено образованием в объеме материала мелкодисперсных выделений карбида ванадия.

- Выполнены исследования воздействия электронного и нейтронного облучения на радиационно-индуцированные структурно-фазовые превращения в сплаве Fe-Ni-Ti при температурах облучения 320-340 К с различной исходной микроструктурой. Показано, что при облучении в интервале 300-600 К как в закаленных, так и в состаренных сплавах Fe-Ni-Ti происходит образование интерметаллидных выделений размером от 2 до 5 нм, с концентрацией на уровне $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. При изохронных отжигах облученных сплавов происходит коалесценция мелких выделений начиная с 500 К. При достижении температур 900-1000 К как в закаленных, так и в состаренных сплавах присутствуют только крупные выделения размером 12-15 нм и плотностью около 5×10^{16} . В сплавах Fe-Ni-Ti, содержащих частицы Ni_3Ti , накопление дефектов существенно снижается при температуре облучения 573 К по сравнению со сплавом закаленным на твердый раствор. Установлено, что после облучения при температурах 300 и 423 К концентрация вакансий в сплавах Fe-Ni-Ti и Fe-Ni-Al превышает концентрацию вакансий в сплаве Fe-Ni, облученном при тех же условиях, в $\approx 1.5 - 2$ раза. Это обусловлено образованием вакансионно-примесных комплексов. После облучения при температуре 573 К накопление дефектов в сплавах, содержащих титан и алюминий, снижено по сравнению с нелегированным сплавом в $\approx 2 - 4$ раза, что связано с радиационно-индуцированным образованием в сплавах частиц интерметаллидных выделений Ni_3Ti и Ni_3Al , соответственно. В сплаве Fe-Ni-Si накопление дефектов существенно подавлено по сравнению с Fe-Ni при всех температурах облучения.
- Получены дозовые зависимости изменения микронапряжений при образовании вакансионных кластеров в аустенитном сплаве Fe-Ni в процессе облучения быстрыми нейтронами при 340 К. Микронапряжения с увеличением флюенса нейтронов уменьшаются. При этом происходит уменьшение параметра решетки от 0,35938 нм до 0,35893 нм. В облученных нейтронами закаленных сплавах Fe-Ni, обнаружено увеличение параметра решетки с увеличением температуры изохронного отжига. В конце отжига при температуре 1100 К параметр решетки имеет значение равное исходному. Эти результаты свидетельствуют о диссоциации вакансионных кластеров и отжиге вакансионных дефектов в облученном нейтронами сплаве Fe-Ni. При отжиге закаленного сплава облученного электронами наблюдается спад параметра решетки и приближение его к исходному значению. В районе 900 К параметр решетки практически вернулся к исходному значению, что означает диссоциацию вакансионных кластеров и гомогенизацию твердого раствора. При электронном

облучении и последующем отжиге микронапряжения в сплаве Fe-Ni практически не меняются.

По результатам проведенных научных исследований в 2010 году опубликовано 20 статей, подготовлено и сделано 18 докладов на конференциях.

Всего за период действия Госконтракта опубликована 51 статья и сделано 49 докладов на российских и международных конференциях и семинарах.

Изложенные в данном Отчете и в Отчетах по предыдущим этапам результаты, обобщения и выводы позволяют заключить, что цели работы, установленные Государственным контрактом, достигнуты полностью.

Список публикаций

2009 год

Статьи в реферируемых журналах:

1. V. I. Bobrovskii, V. A. Kazantsev, A. V. Mirmelstein, N. V. Mushnikov, N.V. Proskurnina, V. I. Voronin, E. Pomjakushina, K. Konder, A. A. Podlesnyak. Spontaneous and field-induced magnetic transitions in $\text{YBaCo}_2\text{O}_{5.5}$ // *JMMM*, 2009, vol. 321, pp. 429-437.
2. A. E. Karkin, J. Werner, G. Behr, B.N.Goshchitskii. Neutron-irradiation effects in $\text{LaO}_{0.9}\text{F}_{0.1}\text{FeAs}$ superconductor// *Phys. Rev. B*, 2009, vol. 80, 174512.
3. A. G. Kuchin, Yu. V. Knyazev, Yu. I. Kuz'min, A. V. Lukoyanov, I. A. Nekrasov, V. I. Anisimov, N. I. Kourov, I. V. Medvedeva, V. I. Voronin. Role of electronic band structure and lattice parameters in magnetism of the $\text{R}_2(\text{Fe},\text{M})_{17}$, $\text{M} = \text{Si, Al}$ compounds// *Solid State Phenomena*, 2009, vol. 152-153, pp. 41-44.
4. A. Yu. Manakov, Yu. A. Dyadin, A. G. Ogienko, A. V. Kurnosov, E. Ya. Aladko, E. G. Larionov, F. V. Zhurko, V. I. Voronin, I. F. Berger, S. V. Goryainov, A. Yu. Lihacheva, A. I. Ancharov. Phase diagram and high-pressure boundary of hydrate formation in the carbon dioxide-water system// *J. Phys. Chem. B*, 2009, 113 (20), 7257-7262.
5. A. Mirmelstein, E. Clementyev, O. Kerbel, D. Kozlenko, Yu. Akshentsev, V. Voronin, I. Berger. Pressure effects in CeNi // *Journal of Nuclear Materials*, 2009, vol. 385, pp.57-59.
6. N. V. Mushnikov, V. S. Gaviko, J. Park, A. N. Pirogov. Crystal and magnetic structure of TbNi_2Mn // *Phys. Rev. B*, 2009, vol. 79, 184419.
7. J. Park, M. Kang, J. Kim, S. Lee, K.-H. Jang, A. Pirogov, J.-G. Park, C. Lee, S.-H. Park, H. C. Kim. Doping effects of multiferroic manganites $\text{YMn}_{0.9}\text{X}_{0.1}\text{O}_3$ ($\text{X} = \text{Al, Ru, and Zn}$)// *Phys. Rev. B*, 2009, vol. 79, 064417.
8. A. N. Pirogov, J.-G. Park, A. S. Ermolenko, A. V. Korolev, A. G. Kuchin, S. Lee, Y. N. Choi, J. Park, M. Ranot, J.Yi, E. G. Gerasimov, Yu. A. Dorofeev, A. P. Vokhmyanin. $\text{Tb}_x\text{Er}_{1-x}\text{Ni}_5$ compounds: An ideal model system for competing Ising-XY anisotropy energies// *Phys. Rev. B*, 2009, vol. 79, 174412.
9. V. Sadykov, N. Mezentseva, V. Muzykantov, D. Efremov, E. Gubanov, N. Sazonova, A. Bobin, E. Paukshtis, A. Ishchenko, V. Voronin, J. Ross, C. Mirodatos, A. van Veen. Real structure - oxygen mobility relationship in nanocrystalline doped ceria-zirconia fluorite-like solid solutions promoted by Pt// *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, 2009, Vol. 1122, Materials Research Society 1122-O, p. 05-11.
10. V. V. Shchennikov, S. V. Ovsyannikov, A. E. Karkin, S. Todo, Y. Uwatoko.

- Galvanomagnetic properties of fast neutron bombarded Fe_3O_4 magnetite: A case against charge ordering mechanism of the Verwey transition// *Solid State Communications*, 2009, vol. 149, p. 759.
11. В. А. Баринов, В. А. Цурин, В. И. Воронин, В. Т. Суриков. Неустойчивость фазы Fe_{23}V_6 при механотермической обработке// *ФММ*, 2009, том 108, №1, с. 54-62.
 12. В. И. Бобровский. Об учете пространственных эффектов при описании разрешения порошкового нейтронного дифрактометра с плоским монохроматором// *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2009, №1, С.7.
 13. В. И. Бобровский. Описание интегральной интенсивности брэгговских пиков в порошковых нейтронных дифрактометрах с учетом пространственных эффектов// *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2009, №5, С.63.
 14. В. И. Бобровский. Об искажениях формы линии брэгговских пиков в порошковом нейтронном дифрактометре// *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2009, №6, С.22.
 15. А. Л. Бузлуков, А. В. Солонинин, А. В. Скрипов, Е. Ю. Медведев, В. И. Воронин, И. Ф. Бергер. Позиции и подвижность атомов водорода в $\text{Hf}_2\text{CoH}_x(\text{D}_x)$ со структурой типа Ti_2Ni : исследование методами ЯМР и дифракции нейтронов// *ФММ*, 2009, том 107, в. 1, с. 78-84.
 16. Э. З. Валиев. Энтропия и магнитотепловые эффекты в ферромагнетиках с магнитными фазовыми переходами первого и второго рода// *ЖЭТФ*, 2009, том 135, в. 2, с. 314-321.
 17. А. П. Вохмянин. Симметричный анализ магнитных структур сплавов квазибинарной системы $\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{Sn}_2$ // *ФММ*, 2009, том 107, в. 2, с. 126-133.
 18. С. Ф. Дубинин, В. И. Соколов, В. Д. Пархоменко, В. И. Максимов, Н. Б. Груздев. Влияние легирования ионами никеля на структурное состояние кристалла оксида цинка// *ФТТ*, 2009, том 51, в. 10, с. 1905-1908.
 19. Н. В. Казанцева, Н. И. Виноградова, Н. Н. Степанова, А. Н. Пирогов, Е. О. Голикова. Formation of Metastable Phases in a Ni–9.6 wt % Al–6.7 wt % Fe–1 wt % Cr Intermetallic Alloy// *FMM*, 2009, vol 107, No 4, p. 375.
 20. Н. И. Коуров, А. Ю. Волков, Ю. В. Князев, М. А. Коротин, В. А. Казанцев. Влияние пластической деформации на электронные свойства сплава $\text{Cu}_{60}\text{Pd}_{40}$ // *ФТТ*, 2009, том 51, в. 2, с. 221-227.
 21. В. Г. Плещев, Н. В. Селезнева, В. И. Максимов, А. В. Королев, А. В. Подлесняк, Н. В. Баранов. Особенности структуры, магнитные свойства и теплоемкость

- интеркалированных соединений Cr_xTiSe_2 // ФТТ, 2009, т. 51, в. 5, с. 885-891.
22. Д. П. Родионов, И. В. Гервасьева, Ю. М. Хлебникова, В. А. Казанцев, В. А. Сазонова. Creation of Ternary Ni–Cr–W Alloys with a Sharp Cube Texture and a Curie Temperature below 77 K to Produce Epitaxial Substrates for Superconducting Compositions// FMM, 2009, vol. 107, No 2, p. 185.
 23. А. А. Титов, А. И. Меренцев, А. Е. Карькин, А. Н. Титов, В. В. Федоренко. Структура и свойства интеркалатного соединения Cu_xTiSe_2 // ФТТ, 2009, том 51, с. 217-220.
 24. 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 (принята в печать).
 25. S. G. Bogdanov, A. E. Teplykh, J.-G. Park, E. A. Sherstobitova, Yu. N. Skryabin, N. V. Kudrevatykh, N. V. Mushnikov, A. G. Popov, E. G. Gerasimov, V. P. Vyatkin, D. Yu. Vasilenko, A. N. Pirogov. Determination of texture degree in Nd-Fe-B magnets by means of neutron diffraction and magnetic measurements// Статья направлена в JMMM.
 26. 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 (принята в печать).
 27. 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// J. Phys.: Conference Series (принята в печать).
 28. С. Ф. Дубинин, В. И. Максимов, В. Д. Пархоменко. Особенности электронного и магнитного состояния бинарного соединения Y_3Co в системе твердых растворов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$ // ФТТ (принята в печать).
 29. 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 (принята в печать).
 30. 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 (принята в печать).
 31. 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 340 K// ФММ (принята в печать).

Доклады на международных и российских конференциях:

1. В.Л. Арбузов, Б.Н. Гощицкий, С.Е. Данилов, Ю.Н. Зуев, А.Е. Карькин, В.В. Сагарадзе. Радиационные дефекты и дейтерий в двухфазной аустенитно-мартенситной стали при низкотемпературном нейтронном облучении// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 17.
2. V.I.Bobrovskii. Neutron diffraction study of internal stresses in materials for nuclear reactor// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 119.
3. V.Bobrovskii, V.Kazantsev, A.Mirmelstein, N.Mushnikov, N.Proskurnina, V.Voronin, A.Podlesnyak. Spontaneous and field-induced magnetic transitions in $\text{RBaCo}_2\text{O}_{5.5}$ // VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 55.
4. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, В.В.Сагарадзе, Б.Н.Гощицкий. Влияние предварительной обработки на структурное состояние облученных быстрыми нейтронами интерметаллидов Fe-Ni-Ti// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 36.
5. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, А.Е.Карькин, Э.З.Валиев, Б.Н.Гощицкий. Низкотемпературные исследования магнитного и кристаллического состояния радиационно-разупорядоченного $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$ // VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 69.
6. А.Е.Карькин, В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, В.А.Казанцев, Ю.С.Поносов, В.Г.Ральченко, В.И.Конов, Б.Н.Гощицкий. Электронная структура CVD-алмаза, облученного быстрыми нейтронами// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 69.
7. A. Mirmelstein, E. Clementyev, O. Kerbel, Yu. Akshentsev, D. Kozlenko, V. Voronin, I. Berger, D. Chernyshov, Pressure Effects in CeNi// VIII Международный Уральский Семинар «Радиационная физика металлов и сплавов», 23 февраля- 1 марта, Снежинск, Россия, 2009, с. 55.
8. А.М. Мосин, А.В. Козлов, Е.Н. Щербаков, Ю.Г. Чукалкин, В.Л. Панченко, В.С. Шихалев, П.И. Яговитин. Влияние деформационного воздействия на изменение структуры, физических и магнитных свойств аустенитной стали типа X18H10T// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 19.
9. В.В.Сагарадзе, В.А.Шабашов, А.В.Литвинов, В.М.Колосков, В.Д.Пархоменко. Влияние нейтронного облучения на растворение и выделение интерметаллидов

- Ni₃Me в сталях// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 24.
10. В.Д.Пархоменко, С.Ф.Дубинин, С.Г.Теплоухов. Влияние химического состава на аморфизацию быстрыми нейтронами сплавов на основе никелида титана// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 20.
11. Ю.Г.Чукалкин, Б.Н.Гощицкий. Превращения кристалл - аморфное твердое тело при облучении быстрыми нейтронами: закономерности и механизмы// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 72.
12. В.А.Шабашов, А.Е.Заматовский, С.В.Борисов, А.В.Литвинов, Н.Ф.Вильданова, В.И.Воронин. Моделирование наноструктурного состояния в сплаве Fe-18Cr-8Ni при ионной имплантации и сильной холодной деформации. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с.114.
13. Е.Н.Щербаков, А.М.Мосин, М.В.Евсеев, В.Л.Панченко, И.А.Портных, Н.В.Глушкова, Ю.Г.Чукалкин, А.В.Козлов. Влияние радиационного воздействия на изменение структуры, физических, механических и магнитных свойств стали X18H9// VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с.41.
14. N. Mironova-Ulmane, A. Kuzmin, J. Grabis, I. Sildos, M. Pärns, V. I. Voronin, Phonon-Magnon coupling in nanosized NiO// International Baltic Sea Conference “Functional materials and nanotechnologies 2009”, Riga, 31 march-3 april, p.61.
15. А.Н.Пирогов, Н.В.Кудреватых, С.Г.Богданов, А.Е.Теплых, А.Г.Попов, В.П.Вяткин, Д.Ю.Василенко. Нейтронографическое определение степени текстуры в постоянных магнитах на основе Nd₂Fe₁₄B// XXI Международная конференция “Новое в магнетизме и магнитных материалах” (НМММ-XXI), Москва, июнь-июль 2009.
16. Смирнова З.И., Марков В.Ф., Воронин В.И., Маскаева Л.Н., Синтез и механизм получения тонких пленок твердых растворов замещения PbSe-SnSe методом ионного обмена// XVII Международная конференция по химической термодинамике в России RCCT 2009, 29 июня - 3 июля, 2009 г. Казань, p.34.
17. E. G. Gerasimov, Yu. A. Dorofeev, A. N. Pirogov, V. S. Gaviko, N. V. Mushnikov. Magnetic phase transitions in La_{1-x}Dy_xMn₂Si₂ (0 < x < 1) compounds// International Conference on Magnetism (ICM2009), July 26-31 2009, Germany. Program and Abstract, p. 347.

18. В.И.Воронин, М.Г.Суркова, Г.Ш.Шехтман, Н.А.Анурова, В.А.Блатов. Использование рассеяния нейтронов для изучения свойств кристаллографических особенностей и механизмов формирования суперионного состояния в KAlO_2 // XII Международный, междисциплинарный симпозиум “Порядок, беспорядок и свойства оксидов” (ODPO-12), 17-22.09.2009, Ростов-на-Дону - п. Лоо, Краснодарский край. Сб. трудов, т. I, с. 157-161.
19. Е. И. Леонидова, А. А. Марков, М. В. Патракеев, И. А. Леонидов, В. Л. Кожевников, А. П. Тютюнник, В. И. Воронин, И. Ф. Бергер. Структура, кислородная нестехиометрия и электрофизические свойства манганитов $\text{Ca}_{1-x-y}\text{Sr}_x\text{La}_y\text{MnO}_{3-\delta}$ // XII Международный, междисциплинарный симпозиум “Порядок, беспорядок и свойства оксидов” (ODPO-12), 17-22.09.2009, Ростов-на-Дону - п. Лоо, Краснодарский край. Сб. трудов, т. II, с. 9-11.
20. А. Е. Карькин, J. Werner, G. Behr, Б. Н. Гощицкий. Эффекты нейтронного облучения в новом сверхпроводнике $\text{LaO}_{0.9}\text{F}_{0.1}\text{FeAs}$ // XII международный, междисциплинарный симпозиум «Порядок, беспорядок и свойства оксидов (ODPO-12), 17-22 сентября 2009 г., Ростов-на-Дону - п. Лоо, Тезисы докладов, с. 245-248.
21. Э.З.Валиев, В.А.Казанцев, Н.В.Мушников. Изменение энтропии решетки при магнитном фазовом переходе в ферромагнетиках $\text{La}(\text{Fe},\text{Si})_{13}$ // Международный, междисциплинарный симпозиум “Среды со структурным и магнитным упорядочением” Multiferoics-2 (23-28.09.2009, Ростов-на-Дону - п. Лоо, Краснодарский край), с. 20-22.
22. В. И. Воронин, А. Е. Карькин, И. Ф. Бергер, Э. З. Валиев, Б. Н. Гощицкий. Радиационное разупорядочение – как метод создания новых структурных и магнитных состояний// Международный, междисциплинарный симпозиум “Среды со структурным и магнитным упорядочением” Multiferoics-2 (23-28.09.2009, Ростов-на-Дону - п. Лоо, Краснодарский край), с. 51-54.
23. А. Е. Карькин, Т. Wolf, А. Н. Васильев, О. С. Волкова, Б. Н. Гощицкий. Влияние нейтронного облучения на свойства сверхпроводящего и нормального состояний соединения FeSe // Международный, междисциплинарный симпозиум «Среды со структурным и магнитным упорядочением» (Multiferroics-2), 23-28 сентября 2009 г. Ростов-на-Дону - п. Лоо, Тезисы докладов, с. 76-79.
24. В. П. Глазков, В. А. Соменков, Ю. Г. Чукалкин. Магнитный фазовый переход в Zn-феррите при высоких давлениях.ФТТ-2009, Актуальные проблемы физики твердого тела// Сб. докладов Международной научной конференции, 20-23 октября 2009 г., Минск, Изд-ль Вараксин А.Н., 2009, т. 1, с. 96-97.
25. А.П.Вохмянин. Симметричный анализ возможных в $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$ магнитных структур с

- волновым вектором $k = \mu b_3$ // ФТТ-2009. Актуальные проблемы физики твердого тела. Сб. докладов Международной научной конференции 20-23 октября 2009 г., Минск, Изд-ль Вараксин А.Н., 2009, т. 1, с. 134-136.
26. В.И.Максимов, С.В.Дубинин, В.Д.Пархоменко. Нейтронографическое исследование особенностей атомной структуры и магнитного состояния монокристалла Y_3Co // XLIII Зимняя школа ПИЯФ, Репино Лен. обл., март 2009
27. А.Н.Пирогов, С.Г.Богданов, Ю.А.Дорофеев, Ю.Н.Скрябин, А.Е.Теплых, Н.В.Кудреватых, С.В.Андреев, А.Н.Богаткин. Структурное состояние быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$ ($R = Nd, Y$)// III Всероссийская конференция по наноматериалам (Нано-2009), Екатеринбург, апрель 2009. Тезисы докладов. Уральское изд-во, Екатеринбург, с. 367-368.
28. С.Г.Богданов, Ю.А.Дорофеев, А.Н.Пирогов, Ю.Н.Скрябин, А.Е.Теплых, Л.М.Шарыгин. Атомная и субатомная структура твердых растворов оксида циркония и кальция. Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов// Нано-Био-Инфо-Когнитивные технологии (РСНЭ-НБИК 2009), Москва, Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, РНЦ Курчатовский институт, 16-21 ноября 2009 г.
29. В.П.Глазков, В.А.Соменков, Ю.Г.Чукалкин. Магнитный фазовый переход в Zn -феррите при высоких давлениях. Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов// Нано-Био-Инфо-Когнитивные технологии (РСНЭ-НБИК 2009), Москва, Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, РНЦ Курчатовский институт, 16-21 ноября 2009 г.
30. Е.Н. Щербаков, А.М. Мосин, М.В. Евсеев, В.Л. Панченко, И.А. Портных, С.А. Аверин, Л.П. Синельников, А.В. Козлов, Ю.Г. Чукалкин// Тезисы доклада на V Российскую научно-техническую конференцию «Физические свойства металлов и сплавов», Екатеринбург, ноябрь 2009.
31. И.Г.Бродова, В.В.Астафьев, Т.И.Яблонских, В.А.Казанцев. Многокомпонентные композиты на $Al-Si$ основе// Первые Московские чтения по проблемам прочности материалов, 1-3 декабря 2009 г., Москва.

2010 год

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 nanoroads// Sol. St. Commun., 2010, v. 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// J. of Physics: Conference Series 200, 2010, 032018-4
3. Т.И.Арбузова, В.И.Воронин, Б.А.Гижевский, С.В.Наумов, В.Л.Арбузов, Неоднородное парамагнитное состояние нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\square}$, полученной методом ударно-волнового нагружения// ФТТ, 2010, т. 52, вып. 6, с. 1143-1151.
4. 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. 1-9.
5. 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.
6. 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.
7. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, Ю.Н.Горностырëв, В.Н.Урцев, А.Р.Кузнецов, А.В.Шмаков. Состав цементита в зависимости от температуры: нейтронография *in-situ* и результаты *ab-initio* расчетов// Письма в ЖЭТФ, 2010, т. 91, вып. 3, с. 154-157.
8. 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.
9. 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.
10. С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, В.И.Максимов, В.Д.Пархоменко, В.А.Казанцев. Структурное и магнитное состояние низколегированного кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{V}_x\text{Te}$ // ФТТ, 2010, т. 52, в. 8, с. 1486- 1491.
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. В.Д.Пархоменко, С.Ф.Дубинин, В.И.Максимов. Структурное состояние радиационно-модифицированного монокристалла $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ в области низких температур// ФТТ, 2010, т. 52, в. 10, с. 2028-2030.
 14. 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.
 15. 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.
 16. Ю.Г. Чукалкин, А.Е. Теплых, А.Н. Пирогов, Д.Г. Келлерман. Магнетизм манганита $LiMn_2O_4$ в структурно упорядоченном и разупорядоченном состояниях// Физика твёрдого тела, 2010, (принята в печать).
 17. В.И.Воронин, М.Г.Суркова, Г.Ш.Шехтман, Н.А.Анурова, В.А.Блатов. Механизм проводимости моноалюмината калия в низкотемпературной кристаллической форме// Неорганические материалы, 2010, т. 46, № 10, с. 1–8.
 18. 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, 2010, т. 109, вып.3, стр. 326-335.
 19. 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, 2010, т.110, в. 4, стр. 411-419.
 20. Смирнова З.И., Маскаева Л.Н., Воронин В.И., Марков В.Ф. Гидрохимический синтез пленок халькогенидов металлов. Часть 5. Синтез тонких пленок твердых растворов $Pb(1-x)Sn(x)Se$ ионообменным замещением// Бутлеровские сообщения, 2010, т.21, №7, стр.29-33.

Направлены в печать:

10. 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 340 К// ФММ.
11. 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.

12. Сагарадзе В.В., Гощицкий Б.Н., Воронин В.И., Бергер И.Ф., Волкова Е.Г. Изменение структуры и микроискажений решетки при карбидном старении стали 40Х4Г18Ф2 с ГЦК решеткой// ФММ.

Доклады на международных и российских конференциях:

IV Euro-Asian Symposium on Magnetism: Nanospintronics. EASTMAG – 2010, June 28 – July 2 2010, Ekaterinburg, Russia. In: IV Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism”: Nanospintronics (EASTMAG – 2010).

1. N.Mironova-Ulmane, A.Kuzmin, J.Grabis, I.Sildos, V.I.Voronin, I.F.Berger, V.A.Kazantsev. Structural and magnetic properties of nickel-oxide nanopowders. p. 49.
2. N.V.Baranov, N.V.Selezneva, V.G.Pleshchev, N.V.Mushnikov, V.I.Maksimov. Magnetic structure and properties of intercalated compound $\text{Fe}_{0.5}\text{TiSe}_2$. p. 80.
3. E.A.Sherstobitova, A.F.Gubkin, A.V.Korolev, N.V.Baranov. Frustrated magnetic state in the Tb_5Pd_2 . p. 81.
4. A.E.Teplykh, Yu.G.Chukalkin, S.G.Bogdanov, V.A. Kazantsev, Yu.N.Skryabin, N.V.Kudrevatykh, A.G.Popov, V.P.Vyatkin, A.Pirogov, Determination of texture degree of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnets by means of neutron diffraction. p. 83.
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. p. 161.
6. A.N.Pirogov, S.G.Bogdanov, E.V.Rozenfeld. Spin-reorientation transition in rare-earth intermetallic compounds. p. 283.
7. A.F.Gubkin, A.Podlesnyak, N.V.Baranov. Single-crystal neutron diffraction study of magnetic structure and magnetization process in Er_3Co . p. 285.
8. Yu.G.Chukalkin, A.E.Teplykh. Magnetic states of $\text{Y}_3\text{Fe}_{5-x}\text{Sc}_x\text{O}_{12}$ garnets. p. 368.

XXI Совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния (РНИКС-2010), Москва, ноябрь 2010

1. С.Ф. Дубинин, В.И. Максимов, В.И. Соколов, В.Д. Пархоменко. Структура и магнетизм низколегированных моноклинных кристаллов $(\text{Ga}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Se}_3$.
2. В.И.Максимов, С.Ф.Дубинин, В.Д.Пархоменко. Локально-деформированные состояния кристаллической решетки двойных полупроводников ZnSe и ZnTe легированных ионами ванадия.
3. В.Д. Пархоменко, С.Ф. Дубинин, В.И. Максимов. Структурное состояние

радиационно-модифицированного монокристалла $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$.

4. А.Е.Теплых, Ю.Г.Чукалкин, С.Г.Богданов, В.А.Казанцев, А.Н.Пирогов, Ю.Н.Скрябин, Н.В.Кудреватых, А.Г.Попов, В.П.Вяткин. Определение степени структуры постоянных магнитов $Nd_2Fe_{14}B$ из нейтронографических данных.
5. С.Г.Богданов, А.Н.Пирогов, Ю.Н.Скрябин, А.Е.Теплых, Л.М.Шарыгин. Атомная и субатомная структура композитов С-М (М = Cu, Fe).
6. Ю.Г.Чукалкин, А.Е.Теплых, А.Н.Пирогов, Ю.Н.Скрябин, Н.В.Кудреватых. Магнетизм аморфных интерметаллидов $R_2Fe_{14}B$ (R = Nd, Er)
7. И.Ф.Бергер, Э.З.Валиев, В.И.Воронин, В.А.Казанцев. Магнитные, магнитокалорические и решеточные свойства ферромагнетиков $La(Fe_xSi_{1-x})_{13}$.

48 EHPRC International Conference (Sweden), 25-29 July 2010

1. Vladimir V. Shchennikov, Vladimir I. Voronin, Ivan F. Berger, Yuriy N. Lopatin, Mary A. Shvecova, Yulia V. Tepikina. High-pressure testing of iron ore.

VII Международная научная конференция и VII Всероссийская школа-конференция молодых ученых "Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах", Египет, 2-12 октября 2010 г.

1. В.И. Воронин, И.Ф. Бергер, В.В. Сагарадзе, Б.Н. Гощицкий. Термически и радиационно-индуцированные изменения в модельных и конструкционных сталях.

Workshop on the subject of "Promising structural materials for commercial and research nuclear reactors", National Institute for Nuclear Physics (INFN), Frascati, Italy, 27 Sept. – 01 Oct., 2010.

1. V. Sagaradze, B. Goshchitskii. Recent activities and results in the research area of structural and mechanical properties of steels with a high-structural response.

Всего за период действия Госконтракта опубликована 51 статья и сделано 49 докладов на российских и международных конференциях и семинарах.

Приложение Б
рекомендуемое

Организации-пользователи УСУ ИВВ-2М на этапах выполнения Государственного контракта от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119

Таблица 10. Перечень организаций-пользователей УСУ ИВВ-2М на этапах выполнения Государственного контракта

Номер этапа	Организации – пользователи
1	<ul style="list-style-type: none">. Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург. Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург,. Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,. Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург
2	<ul style="list-style-type: none">. Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,. Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,. Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,. Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург,. Уральский Государственный университет им. А.М.Горького, Екатеринбург,. ОАО “Институт реакторных материалов”, г. Заречный.
3	<ul style="list-style-type: none">. Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,. Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,. Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург,. Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск
4	<ul style="list-style-type: none">. Уральский государственный университет им. А. М. Горького», Екатеринбург,. ОАО “Институт реакторных материалов”, г. Заречный,. ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид», г. Заречный.

Общий список организаций-пользователей за время выполнения контракта:

1. Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург
2. Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург,
3. Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,
4. Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,
5. Уральский Государственный университет им. А.М.Горького, Екатеринбург,
6. ОАО “Институт реакторных материалов”, г. Заречный,
7. Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск,
8. ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид», г. Заречный.