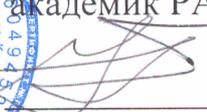


Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ  
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ  
Уральского отделения Российской академии наук

УДК 539.125.5  
Г.р. № 01201272319  
Инв. № 2405/2



УТВЕРЖДАЮ:  
Директор Института,  
академик РАН

  
В.В.Устинов

"15" марта 2013 г.

ОТЧЕТ  
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

«ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ИНДУЦИРОВАННОЙ МОДИФИКАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ И ВЫДЕЛЕНИЙ НАНОФАЗ В ПЕРСПЕКТИВНЫХ ДЛЯ ПРАКТИЧЕСКОГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ (В ИСХОДНОМ И РАЗУПОРЯДОЧЕНОМ БЫСТРЫМИ НЕЙТРОНАМИ СОСТОЯНИЯХ) НА УСУ «ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ВОДОВОДЯНОЙ АТОМНЫЙ РЕАКТОР ИВВ-2М, РЕГ. № 01-34 (НЕЙТРОННЫЙ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН)», ИВВ-2М (НМК ИФМ)»

Шифр заявки «2012-1.8-16-518-0003-030»  
(промежуточный)

Этап № 2: «Проведение теоретических и экспериментальных исследований.  
Частичная модернизация УСУ»  
(Государственный контракт от «20» июля 2012 г. № 14.518.11.7020)

Научный руководитель,  
чл.-корр. РАН



Б.Н.Гощицкий

«15» марта 2013 г.

Екатеринбург 2013 г.

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы,  
член-корр. РАН



\_\_\_\_\_

подпись, дата

Б.Н. Гощицкий  
(Введение, заключение,  
1,2, 3, 5)

Основные  
исполнители темы:  
гнс,  
д.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

Ю.Н. Скрябин  
(1, 2, 3)

Зав. лаб.,  
к.ф.-м.н.

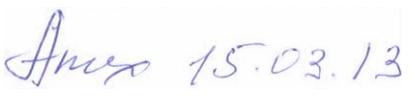


\_\_\_\_\_

подпись, дата

В.И. Бобровский  
(1, 3, 4)

студент- магистрант



\_\_\_\_\_

подпись, дата

А. А. Анохин  
(2, 2.1, 3.1)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.Г. Богданов  
(1.5, 3.2, 5.4)

вед. научн. сотр.,  
д.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

Э.З. Валиев  
(1.1)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

В.И. Воронин  
(1.2, 2.2, 3, 3.2)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

А.П. Вохмянин  
(1.4)

ст. инж.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

Ю.А. Григорьева  
(2, 2.1, 3.1)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

А.Ф.Губкин  
(1.1)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

А.П. Дружков  
(2.2)

вед. научн. сотр.,  
д.ф.-м.н.



\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.Ф. Дубинин  
(4, 4.2, 4.3)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

В.А. Казанцев  
(1.1)

подпись, дата

вед. научн. сотр.,  
д.ф.-м.н.

 15.03.13

А.Е. Карькин  
(2, 2.1, 3.1)

подпись, дата

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

К.А. Козлов  
(2.2, 3.2)

подпись, дата

инж.

 15.03.13

К.В. Курочка  
(2, 2.1, 3.1)

подпись, дата

мл. научн. сотр.

 15.03.13

Н.В. Морозова  
(1.3, 1.4)

подпись, дата

рук. отдела  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

В.Д. Пархоменко  
(2, 2.3, 3, 5, 5.1, 5.4)

подпись, дата

научн. сотр.

 15.03.13

Д.А. Перминов  
(3.2)

подпись, дата

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

А.Н. Пирогов  
(1.3, 1.4, 1.5, 3.2, 4.1,  
4.3, 5.2, 5.3, 5.4)

подпись, дата

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

А.В.Прошкин  
(1.1)

подпись, дата

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

А.Е. Теплых  
(1.2, 1.3, 1.5, 2.2, 3.2)

подпись, дата

вед. научн. сотр.,  
д.ф.-м.н.

 15.03.13

Ю.Г. Чукалкин  
(1.2, 3.2, 5.1)

подпись, дата

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.

 15.03.13

Е.А. Шерстобитова  
(1.1, 1.2)

подпись, дата

Нормоконтролер

 15.03.2013

Н.А. Гоглева

подпись, дата

## РЕФЕРАТ

Отчет 43 с., 16 рис., 2 табл., 12 источников.

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 в Институте физики металлов УрО РАН на уникальных образцах, приготовленных как в виде однофазных порошков, так и совершенных монокристаллов, с использованием потоков тепловых и быстрых нейтронов реактора ИВВ-2М (г. Заречный Свердловской области).

Цель выполнения НИР:

1. Получение новых знаний о радиационно-индуцированной модификации нанокристаллической структуры и выделений нанофаз в перспективных для практического использования конструкционных и функциональных материалах (в исходном и разупорядоченном быстрыми нейтронами состояниях). Обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением им возможности использования специализированных нейтронных методов научных исследований, разработанных для уникальной установки – атомного реактора ИВВ-2М для получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения.
2. Проведение работ по развитию и частичной модернизации УСУ.
3. Реализация форм коллективного пользования УСУ для проведения научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ.

Конкретные цели выполнения НИР:

1. Получение значимых научных результатов о магнитных, решеточных и тепловых свойствах соединений с гигантским магнитокалорическим эффектом ( $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ ,  $\text{ErCo}_2$ ,  $\text{DyCo}_2$ ,  $\text{FeRh}$  и  $\text{R}_5\text{Ge}_2\text{Si}_2$ , где R – редкоземельный элемент) для определения численных значений характеристик, необходимых для сравнения экспериментальных

- результатов с предсказаниями теории, с целью выяснения потенциальной возможности использования их для магнитоотрицателей и систем магнитного охлаждения.
2. Получение новых научных данных о кристаллографических особенностях структуры и фазовых переходов твердых электролитов на основе фосфатов, алюминатов, ферратов щелочных металлов с целью выяснения физико-химических условий появления их высокой проводимости и возможности создания на основе твердых электролитов электронных аккумуляторов.
  3. Получение новых научных результатов о влиянии концентрационного фазового перехода от соизмеримой антиферромагнитной структуры к несоизмеримой фазе на диэлектрическую степень свободы в ферротороидальных мультиферроиках системы соединений  $\text{Li}(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})\text{PO}_4$  с целью определения условий возникновения нового типа доменов, пригодных для магнитной записи.
  4. Получение новых научных результатов об особенностях магнитного фазового перехода «соизмеримая – амплитудно-модулированная магнитная структура» в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Si}_2$  и  $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Ge}_2$  с целью выяснения потенциальной возможности их использования в устройствах для магнитной записи.
  5. Получение новых результатов об особенностях атомной и надатомной структуры сорбентов для очистки жидкометаллического теплоносителя от кислорода и йода в зависимости от состава и условий термообработки с целью создания сорбентов для вывода кислорода, йода и радиоактивных инертных газов из теплоносителя первого контура АЭС.
  6. Получение новых фундаментальных научных данных о влиянии немагнитных центров электронного рассеяния (немагнитные примеси и радиационные дефекты) на сверхпроводящие свойства систем с аномальным типом куперовского спаривания с целью верификации предсказаний существующих теоретических моделей, описывающих сверхпроводящие свойства систем с аномальным типом спаривания, а также выработки рекомендаций по возможным путям улучшения сверхпроводящих свойств известных материалов и поиску новых.
  7. Получение новых научных данных о процессах образования наноразмерных выделений интерметаллидов в Fe-Ni сплавах с различным легированием, идущих при облучении, деформации и термических воздействиях и их влиянии на физико-механические свойства этих сплавов, а также взаимодействии точечных дефектов и их кластеров с наночастицами в этих материалах.

8. Предоставление научно-исследовательским организациям новых и эффективных специализированных нейтронных методов исследования фундаментальных научных и прикладных свойств вещества.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на втором этапе “Проведение теоретических и экспериментальных исследований. Частичная модернизация УСУ” были выполнены следующие работы:

1. Проведение исследований физических свойств перечисленных в пп. 3.1.1 – 3.1.7 Технического задания материалов в исходном (не облучённом) состоянии с использованием УСУ.
2. Облучение синтезированных образцов сверхпроводящих и функциональных материалов, перечисленных в пп. 3.1.6 – 3.1.7 Технического задания, быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М.
3. Проведение исследований физических свойств облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ.
4. Проведение работ по частичной модернизации УСУ.
5. Проведение исследований для организаций-пользователей с использованием УСУ.

Краткие результаты НИР:

1. Предложена модель ферромагнетика  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ , которая удовлетворительно описывает свойства этого соединения, обладающего рекордными значениями величины магнитокалорического эффекта и линейной магнитострикции, и которая может быть использована для прогноза изменения их свойств при внешних воздействиях разного рода.
2. Показано, что структурные аналоги  $\text{RbAlO}_2$ , моногаллат ( $\text{RbGaO}_2$ ) и моноферрит ( $\text{RbFeO}_2$ ) рубидия, претерпевают фазовые переходы соответственно при  $450^\circ\text{C}$  и  $535^\circ\text{C}$ . В обоих случаях изоструктурные низкотемпературные орторомбические фазы переходят в высокотемпературные кубические, при этом параметры и объем ячеек монотонно увеличиваются с ростом температуры. В ряду твердых растворов  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ ) переход из орторомбической фазы в кубическую при комнатной температуре наблюдается уже при введении 5% ванадия в подрешетку алюминия.
3. Установлено, что в соединении  $\text{LiNi}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{PO}_4$  допирование кобальтом подавляет переход из несоизмеримой фазы с волновым вектором  $\mathbf{k} = 2\pi b(0, \tau, 0)$  в соизмеримую фазу с вектором  $\mathbf{k} = 0$  при понижении температуры.

4. Показано, что магнитная структура  $\text{TbNi}_2\text{Si}_2$  описывается вектором распространения  $\mathbf{k}_1 = (0.5, 0.5, 0)$ , магнитный порядок в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  с  $0 < x < 0.4$  описывается вектором  $\mathbf{k}_2 = (0.5 - \mu, 0.5 + \nu, 0)$  и магнитное упорядочение в составах с  $x$  равным и больших 0.4 описывается вектором  $\mathbf{k}_3 = 0$ . Из расчета базисных функций следует, что базисные функции для спинов тербия и марганца являются одномерными и соответствуют амплитудно-модулированной структуре либо в базисной плоскости  $(1, 1, 0)$  и  $(1, -1, 0)$  либо вдоль оси  $c$ . В частности, для состава с  $x = 0.1$  установлено, что искомая магнитная структура есть поперечная спиновая волна с  $\mathbf{k} = (0.409, 0.579, 0)$  при 4.2 К. Магнитные моменты ионов тербия и атомов марганца ориентированы вдоль оси  $c$ .
5. Установлено, что образцы твердого раствора оксидов циркония и свинца, отожженные при температурах 150, 300 и 350°C, являются рентгеноаморфными. Показано, что процессы кристаллизации твердого раствора начинаются при 400°C. Образуется тетрагональная кристаллическая структура (пр. гр. P42/nmc). Определены параметры атомной структуры и размеры блоков когерентного рассеяния.
6. Установлено, что после облучения  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  быстрыми нейтронами поведение температуры сверхпроводящего перехода явно не согласуется с распространенным представлением о чисто электрон-фононном механизме сверхпроводимости в соединениях этого типа, предполагающим аномальный тип сверхпроводящего спаривания. Показано также, что облучение быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{LaPt}_4\text{Ge}_{12}$  приводит к быстрому подавлению сверхпроводимости.
7. Выявлены изменения структурно-фазовых состояний и физико-механических свойств чистого никеля и никеля, легированного бором и углеродом, в условиях радиационного (нейтроны и электроны) и деформационного воздействия. В качестве методов исследования использовали электронную микроскопию аннигиляцию позитронов, резистометрию, рентгеноструктурный анализ и измерение механических свойств. Проведен анализ полученных данных и сопоставление их с современными научными представлениями. В результате проведенных комплексных исследований сделаны заключения о влиянии облучения и деформации на структуру и физико-механические свойства никеля и его сплавов внедрения. Показано, что облучение быстрыми нейтронами приводит к незначительным нерегулярным изменениям параметра решётки и микронапряжений в сталях ЭЖ-181 и ЧС-139. В облучённых образцах присутствуют неоднородности двух характерных

размеров (1 – 1,5) нм и (7 – 8) нм. Различия в радиационных изменениях параметров решёток и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139, скорее всего, связаны с различным химическим составом этих сталей.

8. Для проведения резистивных и магнитных измерений в реакторе ИВВ-2М проведены облучения быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{Sc}_5\text{Ir}_4\text{Si}_{10}$  флюенсами 2 и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .
9. С целью уточнения зависимостей от флюенса быстрых нейтронов структурных (методы исследования: нейтронная и рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, дилатометрия), магнитных и электрических свойств были проведены дополнительные облучения в реакторе ИВВ-2М образцов различных геометрических размеров (форма образца определяется применяемым методом исследования) следующими флюенсами быстрых нейтронов:
  - образцы реакторных сталей  $\text{Fe}_{86}\text{Cr}_{12}\text{W}_2$  (без ДУО) и  $\text{Fe}_{80}\text{Cr}_{12}\text{W}_2\text{TiO}_5$  (ДУО) флюенсами  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы конструкционных реакторных сталей ЭК-164 и ЧС-68 флюенсами  $40(\sim 2 \cdot 10^{23}) \text{ см}^{-2}$  и  $84(\sim 4 \cdot 10^{23}) \text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы перовскитообразного мультиферроика  $\text{BiFe}_{0.95}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_3$  флюенсами быстрых нейтронов  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $1.8 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $3 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .

В Отчет также включены краткие описания исследований, выполненных для внешних пользователей УСУ.

## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	12
1 Проведение исследований физических свойств перечисленных в пп. 3.1.1 – 3.1.7 Технического задания материалов в исходном (не облучённом) состоянии с использованием УСУ	17
1.1 Соединения с гигантским магнитокалорическим эффектом	17
1.2 Твердые электролиты на основе фосфатов, алюминатов, ферратов щелочных металлов	18
1.3 Ферротороидальные мультиферроики системы соединений $\text{Li}(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})\text{PO}_4$	24
1.4 Соединения $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Si}_2$ и $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Ge}_2$	25
1.5 Сорбенты для очистки жидкометаллического теплоносителя от кислорода и йода	28
2 Облучение синтезированных образцов сверхпроводящих и функциональных материалов, перечисленных в пп. 3.1.6 – 3.1.7 Технического задания, быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М	29
2.1 Системы с аномальным типом спаривания электронов	29
2.2 Fe-Ni сплавы (перспективные реакторные стали)	29
2.3 Функциональные материалы	30
3 Проведение исследований физических свойств облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ	31
3.1 Системы с аномальным типом спаривания электронов	31
3.2 Fe-Ni сплавы (перспективные реакторные стали)	31
4 Проведение работ по частичной модернизации УСУ	33
4.1 Модернизация монохроматора дифрактометра ДЗ	33
4.2 Модернизация юстировочного устройства дифрактометра Д7б	34
4.3 Модернизация системы управления, сбора и накопления информации нейтронных дифрактометров	34
5 Проведение исследований для организаций-пользователей с использованием УСУ	38
5.1 Исследования кристаллической микроструктуры облучённых быстрыми нейтронами кандидатных для использования в атомной энергетике сталей для ОАО Институт реакторных материалов	38
5.2 Нейтронографическое исследование атомной структуры сложного оксида $\text{Sr}_2\text{Mg}_{0.25}\text{Zn}_{0.75}\text{MoO}_6$ для ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени Первого президента России Б.Н.Ельцина»	38
5.3 Исследования нанокмпозитов, образованных мультислоевым графеном и наночастицами 3d-переходных металлов, для Института неорганической химии имени А.В.Николаева Сибирского отделения РАН	39
5.4 Нейтронографическое исследование кристаллической и пористой микроструктур для ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид»	39

ЗАКЛЮЧЕНИЕ	40
Список использованных источников	43

## 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
$\lambda$	- длина волны нейтронов
СНА, $d_{ра}$	- число смещений на атом

## 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 радиационно-индуцированной модификации нанокристаллической структуры и выделений нанофаз в перспективных для практического использования конструкционных и функциональных материалах (в исходном и разупорядоченном быстрыми нейтронами 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 заявки «2012-1.8-16-518-0003-030»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы”, является Решение Конкурсной комиссии Министерства образования и науки Российской Федерации №2012-1.8-5.2-ИР1 (протокол от «02» июля 2012 г. №9), в соответствии с которым заключен государственный контракт от «20» июля 2012 г. №14.518.11.7020.

Конкретные цели выполнения НИР:

1. Получение значимых научных результатов о магнитных, решеточных и тепловых свойствах соединений с гигантским магнитокалорическим эффектом ( $(\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}))_{13}$ ,  $\text{ErCo}_2$ ,  $\text{DyCo}_2$ ,  $\text{FeRh}$  и  $\text{R}_5\text{Ge}_2\text{Si}_2$ , где R – редкоземельный элемент) для определения численных значений характеристик, необходимых для сравнения экспериментальных результатов с предсказаниями теории, с целью выяснения потенциальной возможности использования их для магнитострикторов и систем магнитного охлаждения.

2. Получение новых научных данных о кристаллографических особенностях структуры и фазовых переходов твердых электролитов на основе фосфатов, алюминатов, ферратов щелочных металлов с целью выяснения физико-химических условий появления их высокой проводимости и возможности создания на основе твердых электролитов электронных аккумуляторов.
3. Получение новых научных результатов о влиянии концентрационного фазового перехода от соизмеримой антиферромагнитной структуры к несоизмеримой фазе на диэлектрическую степень свободы в ферротороидальных мультиферроиках системы соединений  $\text{Li}(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})\text{PO}_4$  с целью определения условий возникновения нового типа доменов, пригодных для магнитной записи.
4. Получение новых научных результатов об особенностях магнитного фазового перехода «соизмеримая – амплитудно-модулированная магнитная структура» в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Si}_2$  и  $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Ge}_2$  с целью выяснения потенциальной возможности их использования в устройствах для магнитной записи.
5. Получение новых результатов об особенностях атомной и надатомной структуры сорбентов для очистки жидкометаллического теплоносителя от кислорода и йода в зависимости от состава и условий термообработки с целью создания сорбентов для вывода кислорода, йода и радиоактивных инертных газов из теплоносителя первого контура АЭС.
6. Получение новых фундаментальных научных данных о влиянии немагнитных центров электронного рассеяния (немагнитные примеси и радиационные дефекты) на сверхпроводящие свойства систем с аномальным типом куперовского спаривания с целью верификации предсказаний существующих теоретических моделей, описывающих сверхпроводящие свойства систем с аномальным типом спаривания, а также выработки рекомендаций по возможным путям улучшения сверхпроводящих свойств известных материалов и поиску новых.
7. Получение новых научных данных о процессах образования наноразмерных выделений интерметаллидов в Fe-Ni сплавах с различным легированием, идущих при облучении, деформации и термических воздействиях и их влиянии на физико-механические свойства этих сплавов, а также взаимодействии точечных дефектов и их кластеров с наночастицами в этих материалах.
8. Предоставление научно-исследовательским организациям новых и эффективных специализированных нейтронных методов исследования фундаментальных научных и прикладных свойств вещества.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на втором этапе «Проведение теоретических и экспериментальных исследований. Частичная модернизация УСУ» были выполнены следующие работы:

1. Проведение исследований физических свойств перечисленных в пп. 3.1.1 – 3.1.7 Технического задания материалов в исходном (не облучённом) состоянии с использованием УСУ.
2. Облучение синтезированных образцов сверхпроводящих и функциональных материалов, перечисленных в пп. 3.1.6 – 3.1.7 Технического задания, быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М.
3. Проведение исследований физических свойств облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ.
4. Проведение работ по частичной модернизации УСУ.
5. Проведение исследований для организаций-пользователей с использованием УСУ.

Краткие результаты НИР:

1. Предложена модель ферромагнетика  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ , которая удовлетворительно описывает свойства этого соединения, обладающего рекордными значениями величины магнитокалорического эффекта и линейной магнитострикции, и которая может быть использована для прогноза изменения их свойств при внешних воздействиях разного рода.
2. Показано, что структурные аналоги  $\text{RbAlO}_2$ , моногаллат ( $\text{RbGaO}_2$ ) и моноферрит ( $\text{RbFeO}_2$ ) рубидия, претерпевают фазовые переходы соответственно при  $450^\circ\text{C}$  и  $535^\circ\text{C}$ . В обоих случаях изоструктурные низкотемпературные орторомбические фазы переходят в высокотемпературные кубические, при этом параметры и объем ячеек монотонно увеличиваются с ростом температуры. В ряду твердых растворов  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_2\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ ) переход из орторомбической фазы в кубическую при комнатной температуре наблюдается уже при введении 5% ванадия в подрешетку алюминия.
3. Установлено, что в соединении  $\text{LiNi}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{PO}_4$  допирование кобальтом подавляет переход из несоизмеримой фазы с волновым вектором  $\mathbf{k} = 2\pi b(0, \tau, 0)$  в соизмеримую фазу с вектором  $\mathbf{k} = 0$  при понижении температуры.
4. Показано, что магнитная структура  $\text{TbNi}_2\text{Si}_2$  описывается вектором распространения  $\mathbf{k}_1 = (0.5, 0.5, 0)$ , магнитный порядок в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  с  $0 < x < 0.4$  описывается вектором  $\mathbf{k}_2 = (0.5 - \mu, 0.5 + \nu, 0)$  и магнитное упорядочение в составах с  $x$  равным и больших 0.4 описывается вектором  $\mathbf{k}_3 = 0$ . Из расчета базисных функций

следует, что базисные функции для спинов тербия и марганца являются одномерными и соответствуют амплитудно-модулированной структуре либо в базисной плоскости (1, 1, 0) и (1,-1, 0) либо вдоль оси с. В частности, для состава с  $x = 0.1$  установлено, что искомая магнитная структура есть поперечная спиновая волна с  $\mathbf{k} = (0.409, 0.579, 0)$  при 4.2 К. Магнитные моменты ионов тербия и атомов марганца ориентированы вдоль оси с.

5. Установлено, что образцы твердого раствора оксидов циркония и свинца, отожженные при температурах 150, 300 и 350<sup>o</sup>C, являются рентгеноаморфными. Показано, что процессы кристаллизации твердого раствора начинаются при 400<sup>o</sup>C. Образуется тетрагональная кристаллическая структура (пр. гр. P42/nmc). Определены параметры атомной структуры и размеры блоков когерентного рассеяния.
6. Установлено, что после облучения  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  быстрыми нейтронами поведение температуры сверхпроводящего перехода явно не согласуется с распространенным представлением о чисто электрон-фононном механизме сверхпроводимости в соединениях этого типа, предполагающим аномальный тип сверхпроводящего спаривания. Показано также, что облучение быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{LaPt}_4\text{Ge}_{12}$  приводит к быстрому подавлению сверхпроводимости.
7. Выявлены изменения структурно-фазовых состояний и физико-механических свойств чистого никеля и никеля, легированного бором и углеродом, в условиях радиационного (нейтроны и электроны) и деформационного воздействия. В качестве методов исследования использовали электронную микроскопию аннигиляцию позитронов, резистометрию, рентгеноструктурный анализ и измерение механических свойств. Проведен анализ полученных данных и сопоставление их с современными научными представлениями. В результате проведенных комплексных исследований сделаны заключения о влиянии облучения и деформации на структуру и физико-механические свойства никеля и его сплавов внедрения.

Показано, что облучение быстрыми нейтронами приводит к незначительным нерегулярным изменениям параметра решётки и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139. В облучённых образцах присутствуют неоднородности двух характерных размеров (1 – 1,5) нм и (7 – 8) нм. Различия в радиационных изменениях параметров решёток и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139, скорее всего, связаны с различным химическим составом этих сталей.

8. Для проведения резистивных и магнитных измерений в реакторе ИВВ-2М проведены облучения быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{Sc}_5\text{Ir}_4\text{Si}_{10}$  флюенсами 2 и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .
9. С целью уточнения зависимостей от флюенса быстрых нейтронов структурных (методы исследования: нейтронная и рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, дилатометрия), магнитных и электрических свойств были проведены дополнительные облучения в реакторе ИВВ-2М образцов различных геометрических размеров (форма образца определяется применяемым методом исследования) следующими флюенсами быстрых нейтронов:
- образцы реакторных сталей  $\text{Fe}_{86}\text{Cr}_{12}\text{W}_2$  (без ДУО) и  $\text{Fe}_{80}\text{Cr}_{12}\text{W}_2\text{TiO}_5$  (ДУО) флюенсами  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы конструкционных реакторных сталей ЭК-164 и ЧС-68 флюенсами 40 ( $\sim 2 \cdot 10^{23}$ )  $\text{ см}^{-2}$  и 84 ( $\sim 4 \cdot 10^{23}$ )  $\text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы перовскитообразного мультиферроика  $\text{ViFe}_{0.95}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_3$  флюенсами быстрых нейтронов  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $1.8 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $3 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .

# 1 Проведение исследований физических свойств перечисленных в пп. 3.1.1 – 3.1.7 Технического задания материалов в исходном (не облучённом) состоянии с использованием УСУ

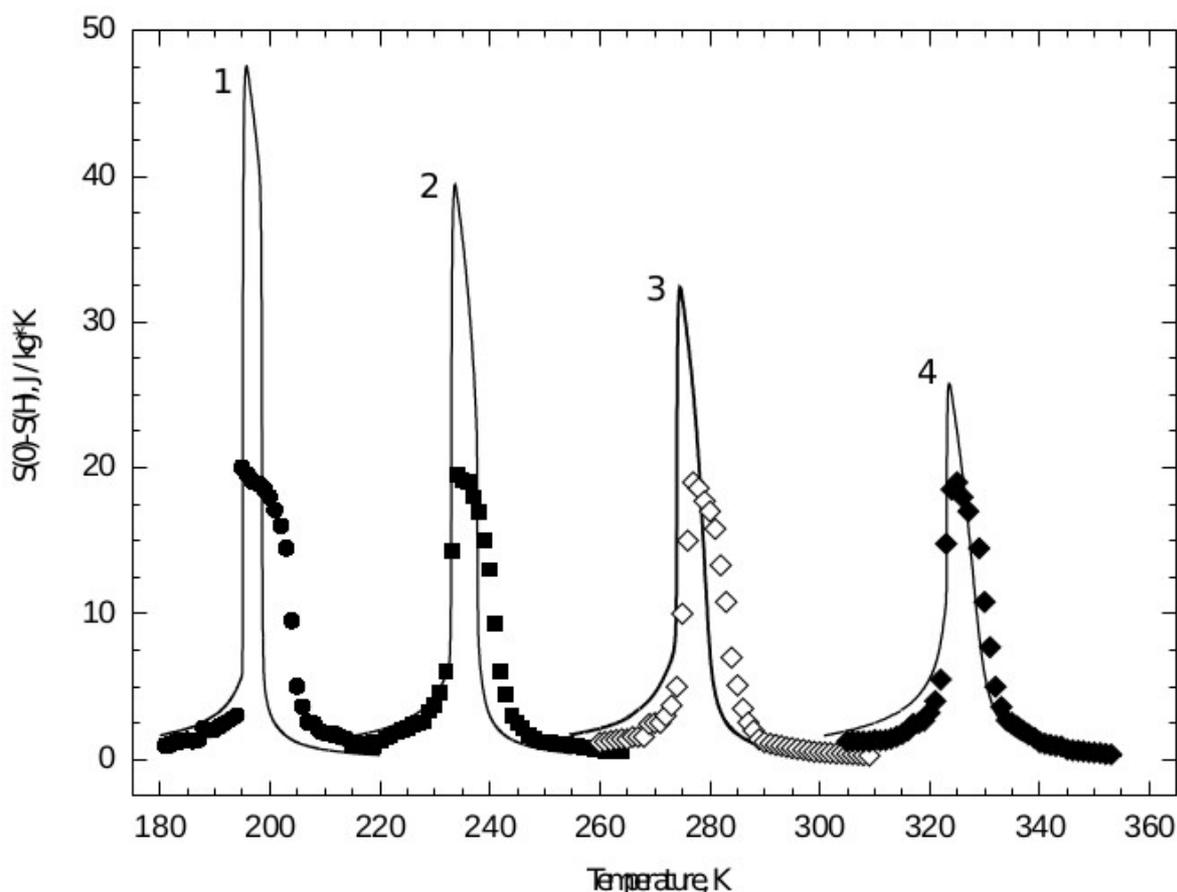
## 1.1 Соединения с гигантским магнитокалорическим эффектом

Ферромагнетик  $\text{La}(\text{Fe}_{0.86}\text{Si}_{0.14})_{13}$  (кубическая решетка, структурный тип  $\text{NaZn}_{13}$ ) испытывает магнитный фазовый переход первого, близкий ко второму роду [1]. Так как эти соединения показывают близкие к рекордным значениям величины магнитокалорического эффекта и линейной магнитострикции [2], важно знать причины такого поведения и влияние различного рода внешних воздействий на их свойства. С этой целью были проведены измерения постоянной решетки ферромагнетика  $\text{La}(\text{Fe}_{0.86}\text{Si}_{0.14})_{13}$  в зависимости от давления при комнатной температуре в интервале давлений 0 – 50 Кбар и измерения температурной зависимости постоянной решетки при давлении 0 и 11 Кбар. Результаты экспериментов проанализированы с помощью уравнений состояния для магнитной и упругой подсистем ферромагнетика, которые получены в ранее в наших работах.

Мы установили, что давление приводит к уменьшению  $T_C$ , от 210 К ( $P = 0$ ) до 174 К ( $P = 11$  Кбар), к уменьшению постоянной решетки, и к уменьшению величины самопроизвольной объёмной магнитострикции.

Кроме того, на основе модельного расчета показано, что эффект гидрирования ферромагнитных соединений  $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\text{H}_y$  удовлетворительно количественно описывается введением отрицательного давления. Расчеты проведены для соединений с  $y = 0; 0.5; 1; 1.5$ . Получено, что им соответствуют значения давления  $P = 0; -0.95$  ГПа ;  $-1.85$  ГПа;  $-2.8$  ГПа. Результаты расчета температуры Кюри, намагниченности, характеристик магнитокалорического эффекта и других величин удовлетворительно согласуются с экспериментом. В качестве примера на рисунке 1 показан результат расчета изотермического изменения энтропии соединения  $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\text{H}_y$  в магнитном поле (0 – 2) Т.

Полученные нами экспериментальные данные и расчеты показали, что предложенная нами модель ферромагнетика удовлетворительно объясняет свойства ферромагнетиков  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$  и может быть использована для прогноза изменения их свойств, при внешних воздействиях разного рода. По результатам работы отправлены в печать две статьи.



Кривые 1 – 4 соответствуют значениям  $y = 0, 0.5, 1, 1.5$  (или давлению 0, -0.95, -1.85, -2.8 ГПа). Сплошные линии – расчет, символы – экспериментальные данные из литературы.

Рисунок 1- Изотермическое изменение энтропии соединения  $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\text{H}_y$  в магнитном поле (0 – 2) Т.

## 1.2 Твердые электролиты на основе фосфатов, алюминатов, ферратов щелочных металлов

В течение отчетного периода проведены нейтронографические исследования твердых электролитов  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ , комнатная температура) и  $\text{RbFeO}_2$  и  $\text{RbGaO}_2$  в интервале температур 300 - 750°C. Рентгенофазовый анализ проводился на установке Rigaku Dmax-2200 в медном  $K_\alpha$ -излучении. Полученные результаты использовались для автоматизированного поиска по базе данных JCPDS. Нейтронографические исследования проводились с использованием мультidetекторного нейтронного дифрактометра Д7а, расположенного на горизонтальном канале реактора ИВВ-2М (г. Заречный) в угловом интервале 9 – 111° с шагом 0.1° (длина волны  $\lambda = 0.1515$  nm, угловое разрешение 0.3%). Образцы предварительно прокаливались, измельчались и помещались в запаянную кварцевую ампулу во избежание контакта с воздухом. Уточнение структурных параметров (координат, чисел заполнения атомов, размеров элементарной ячейки) было выполнено методом полнопрофильного анализа Ритвельда с использованием программы Fullprof.

Индексирование нейтронограмм соединений  $\text{RbMO}_2$  ( $M = \text{Al}, \text{Ga}, \text{Fe}$ ) при комнатной температуре показало, что структура исследуемых составов относится к орторомбической сингонии, (пространственная группа  $\text{Pbca}$ , рисунок 2) и все они изоструктурны  $\text{KAlO}_2$ .

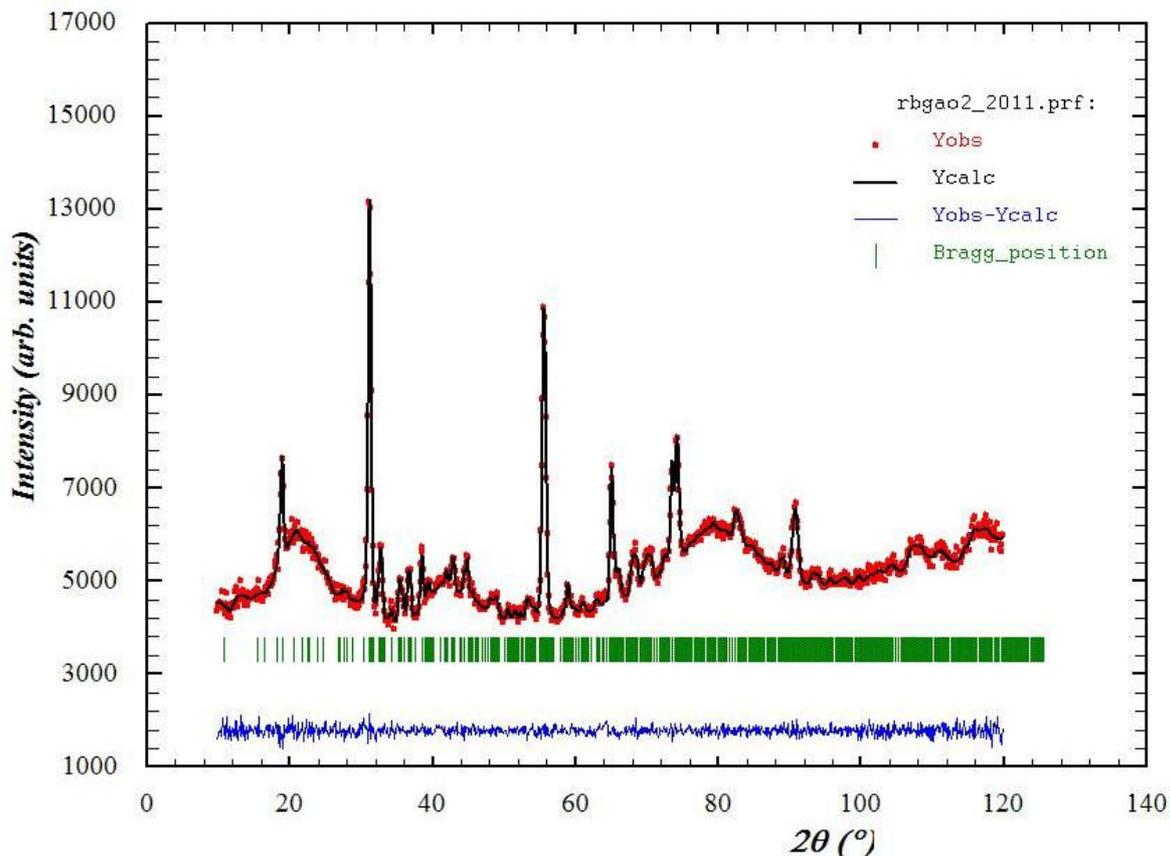


Рисунок 2 - Нейтронограмма  $\text{RbGaO}_2$  при комнатной температуре.

Поэтому при уточнении кристаллографических структурных параметров феррита, галлата и алюмината рубидия использовали известную модель структуры алюмината калия [3, 4]. Параметры элементарных ячеек закономерно увеличиваются в ряду  $\text{RbAlO}_2 - \text{RbGaO}_2 - \text{RbFeO}_2$  в результате роста ионного радиуса трехзарядного катиона (рисунок 3).

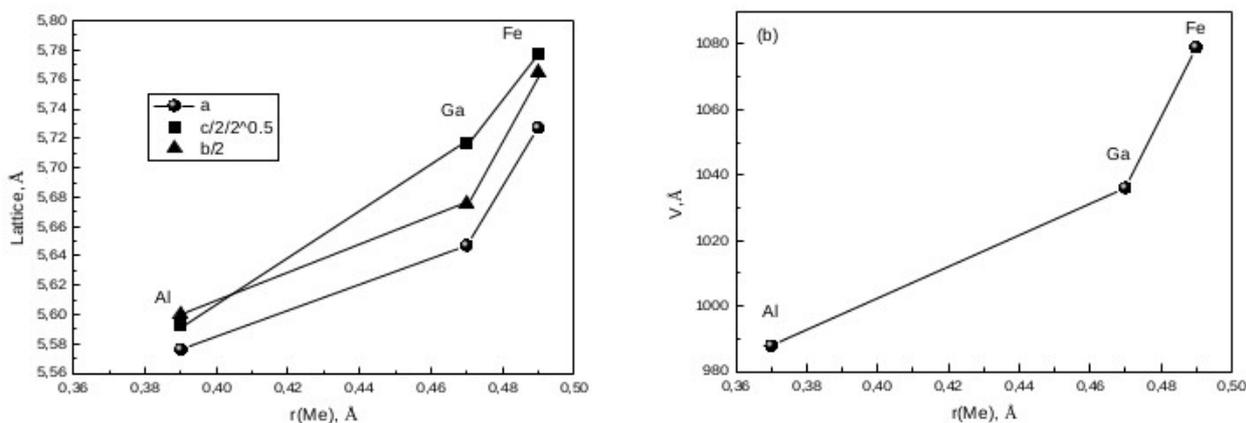
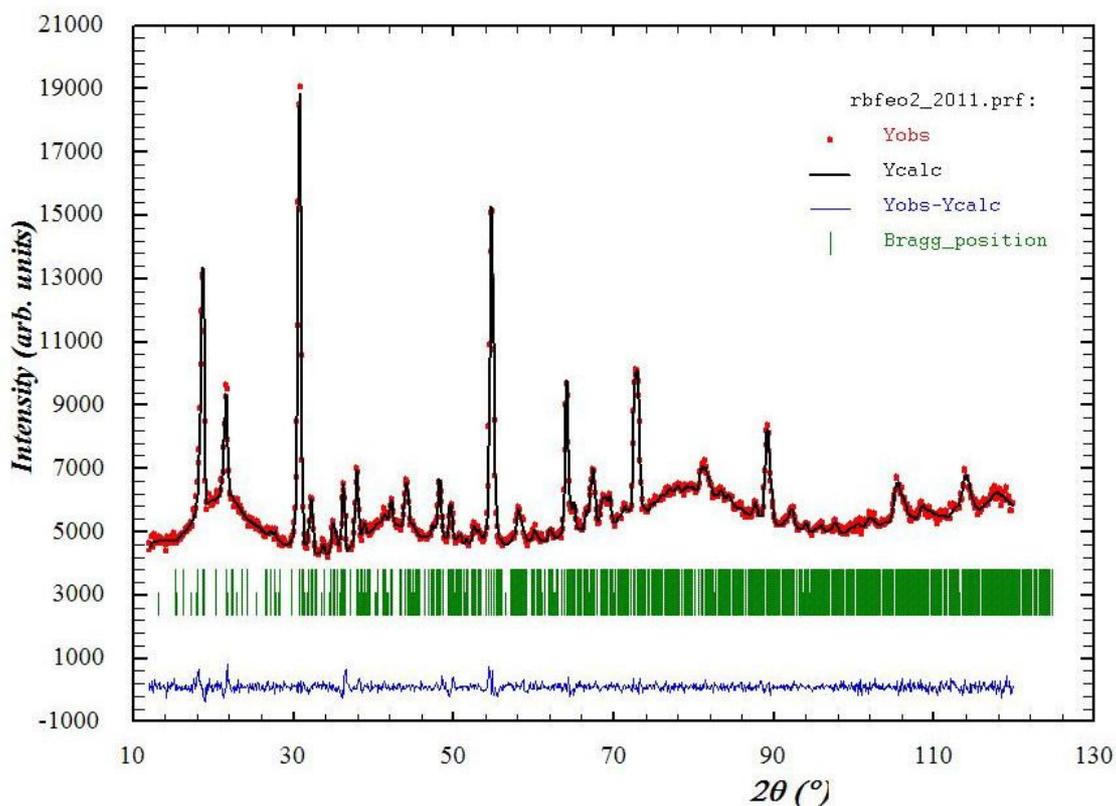


Рисунок 3 - Зависимость параметров решетки (слева) и объема (справа) элементарной ячейки от радиуса иона  $\text{M}^{3+}$ .

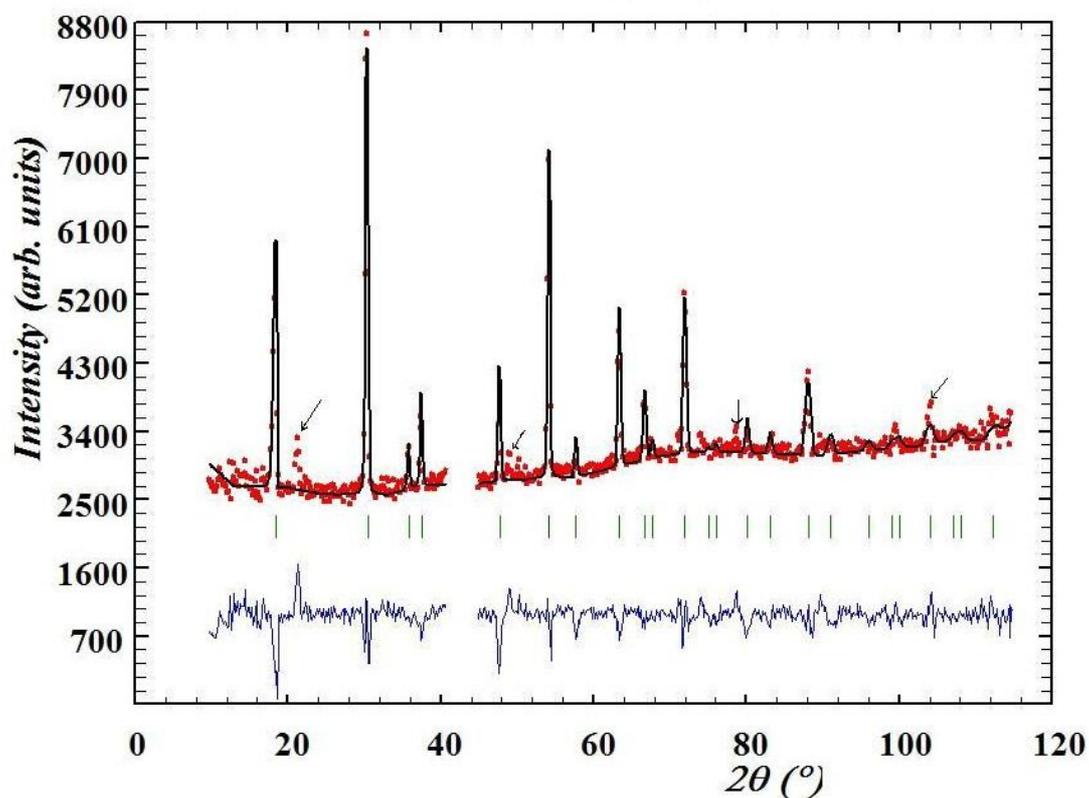
На нейтронограмме  $\text{RbFeO}_2$ , снятой при комнатной температуре, присутствует дополнительное рассеяние, связанное с наличием магнитного момента на атомах железа (рисунок 4). Используя модель антиферромагнитной структуры  $\text{KFeO}_2$ , нейтронограммы были проанализированы в двухфазной (кристаллической и магнитной) решетке.



Верхние штрихи —  $hkl$  ядерных рефлексов, нижние — магнитная фаза

Рисунок 4 - Нейтронограмма  $\text{RbFeO}_2$  при комнатной температуре.

Наблюдается хорошая сходимость между расчетом и экспериментом. При температуре эксперимента выше  $500^\circ\text{C}$  на картине рассеяния нейтронов наблюдаются качественные изменения: исчезает часть рефлексов. Индексирование показало, что указанные изменения вызваны структурным фазовым переходом из орторомбической в кубическую фазу. На рисунке 5 приведены экспериментальная и расчетная нейтронограммы  $\text{RbFeO}_2$  в кубической фазе при  $T = 570^\circ\text{C}$ .



Стрелками отмечены пики от высокотемпературной печи.

Рисунок 5 - Нейтронограмма  $\text{RbFeO}_2$  при температуре  $570^\circ\text{C}$ , кубическая фаза.

Исследование методом высокотемпературной нейтронографии всех составов показало, что структурные аналоги  $\text{RbAlO}_2$ , моногаллат и моноферит рубидия, претерпевают фазовые переходы соответственно при  $450^\circ\text{C}$  и  $535^\circ\text{C}$ . В обоих случаях изоструктурные низкотемпературные орторомбические фазы переходят в высокотемпературные кубические, при этом параметры и объем ячеек монотонно увеличиваются с ростом температуры (рисунок б).

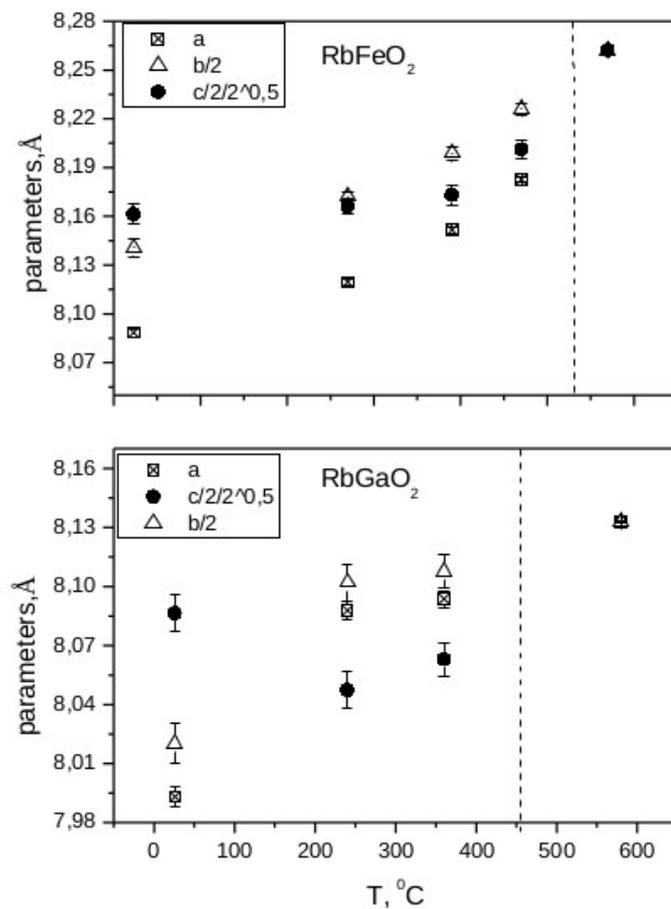


Рисунок 6 - Температурная зависимость параметров элементарной ячейки для  $\text{RbFeO}_2$  (a) и  $\text{RbGaO}_2$  (b).

В ряду твердых растворов  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ ) переход из орторомбической фазы в кубическую при комнатной температуре наблюдается уже при введении 5% ванадия в подрешетку алюминия (рисунки 7, 8).

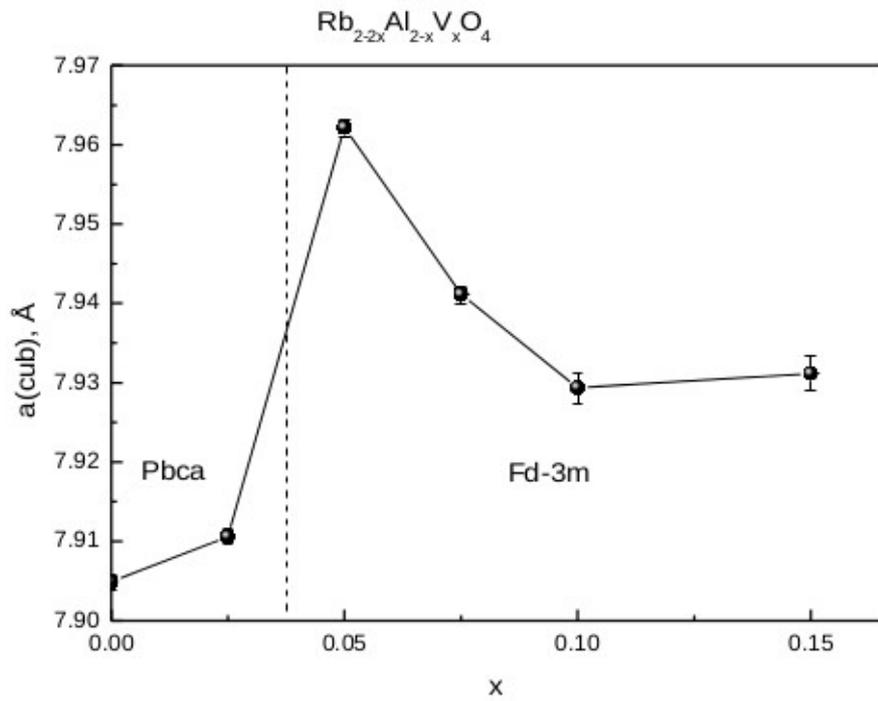


Рисунок 7- Зависимость параметров твердых растворов от состава  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ ).

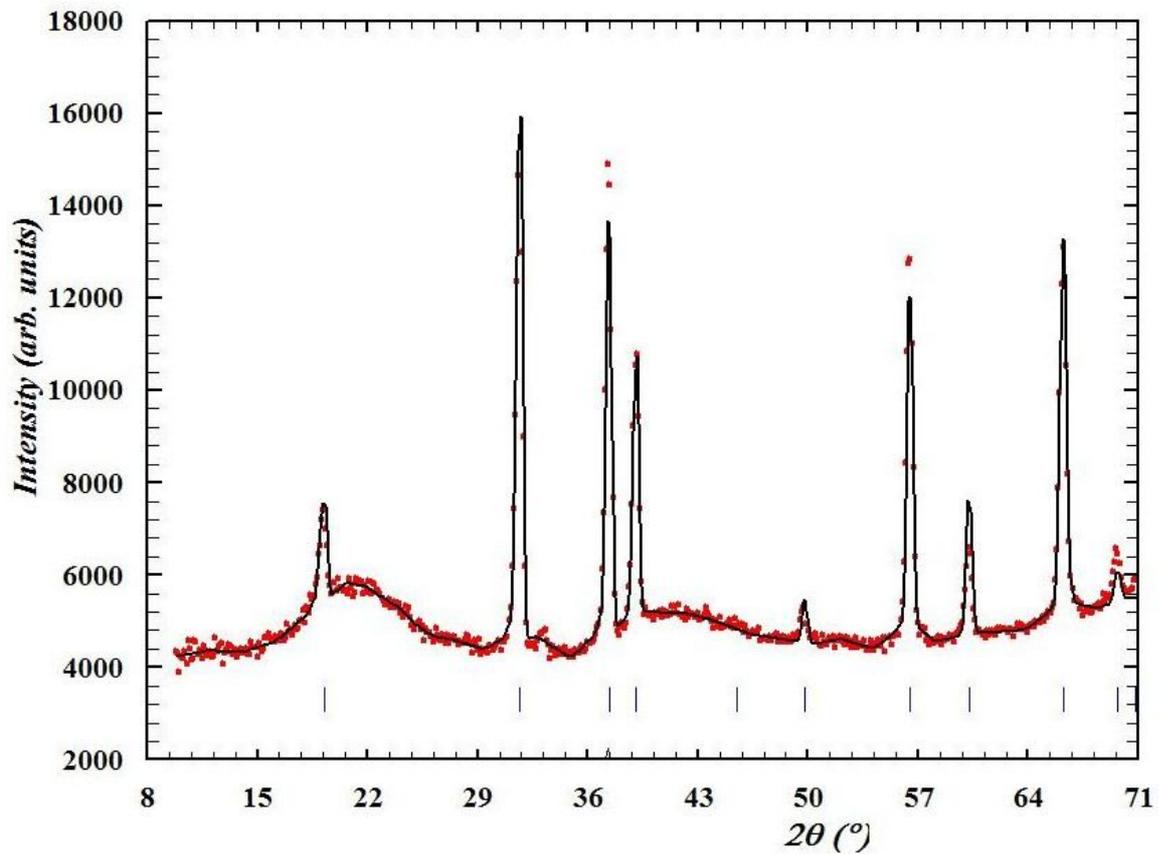


Рисунок 8 - Нейтронограмма  $\text{Rb}_{1.85}\text{Al}_{1.925}\text{V}_{0.075}\text{O}_4$  при комнатной температуре (пр.гр. Fd3m)

### 1.3 Ферроторoidalные мультиферроики системы соединений $\text{Li}(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})\text{PO}_4$

Среди сильно коррелированных магнитных систем особый интерес в последние годы вызывают системы с электронными и магнитными взаимодействиями. Среди таких систем наиболее интригующими являются высокотемпературные сверхпроводники, материалы с колоссальным магнитосопротивлением и мультиферроики [5]. Последняя группа материалов имеют магнитную и ферроэлектрическую подсистемы, которые сосуществуют в некоторой области температур. Взаимодействие между подсистемами настолько сильное, что магнитное поле индуцирует электрическую поляризацию, а приложение электрического поля вызывает изменение намагниченности [6]. Наличие магнитоэлектрического эффекта такой большой величины в этих материалах позволяет в перспективе использовать их для создания новых электронных устройств.

Литиевые ортофосфаты  $\text{LiTPO}_4$ , где  $T = \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Co}$  или  $\text{Ni}$  являются изоструктурными представителями мультиферроиков, имеющих значительный магнитоэлектрический эффект ниже температуры Нееля [7, 8]. Хотя свойства этих соединений изучаются уже длительное время, тем не менее, микроскопические механизмы, приводящие к большой величине магнитоэлектрического эффекта, до сих пор не установлены. В этой группе ортофосфатов  $\text{LiNiPO}_4$  выделяется наличием магнитного перехода из соизмеримой антиферромагнитной фазы в несоизмеримую фазу.

В рамках нашего проекта мы синтезировали допированный кобальтом  $\text{Li}(\text{Ni}_{0.9}\text{Co}_{0.1})\text{PO}_4$  и недопированный  $\text{LiNiPO}_4$  ортофосфат. Мы провели рентгеноструктурные измерения. Согласно результатам этих измерений оба образца относятся к семейству литиевых ортофосфатов с оливин кристаллической структурой (пространственная группа  $\text{Pnma}$ ). Имеющиеся в литературе нейтронографические данные показывают, что ортофосфаты  $\text{LiNiPO}_4$  и  $\text{LiCoPO}_4$  проявляют свойства промежуточные между свойствами, характерными для двумерных и трехмерных магнитных систем. Как видно из рисунка 9, на котором представлены полученные нами температурные зависимости восприимчивости, допированный и недопированный образцы имеют практически одинаковую температуру Нееля. В тоже время величины восприимчивости заметно различаются. Это позволяет предположить, что допирование кобальтом подавляет переход из несоизмеримой фазы с волновым вектором  $k = 2\pi b(0, \tau, 0)$ , в соизмеримую фазу с  $k = 0$  при понижении температуры. Механизм этого перехода пока не ясен. Одна из попыток его объяснения [9] связывает этот эффект с переходом от системы гейзенберговского (XY)-типа к модели изингового типа.

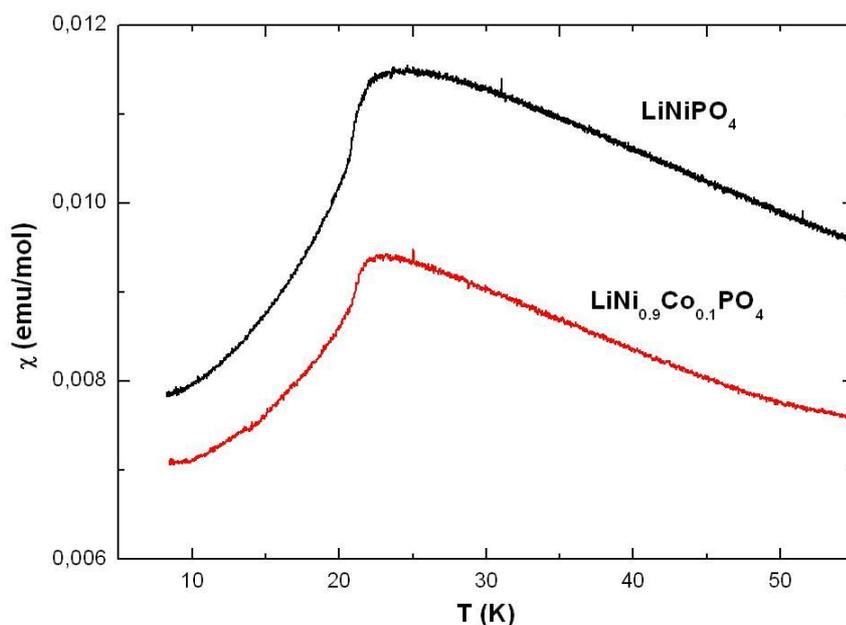


Рисунок 9 - Температурные зависимости восприимчивости  $\text{LiNiPO}_4$  и  $\text{LiNi}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{PO}_4$ .

#### 1.4 Соединения $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Si}_2$ и $\text{Tb}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_2\text{Ge}_2$

Несоизмеримые структуры образуют две группы: геликоидальные и модулированные структуры. К последним относится, интерметаллид  $\text{TbNi}_2\text{Si}_2$  [10, 11, 12]. Соединение  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$  имеет соизмеримую структуру, описываемую вектором  $k = 0$ . Поэтому, при некоторой критической концентрации в системе соединений  $\text{Tb}(\text{Mn}_{1-x}\text{Ni}_x)_2\text{Si}_2$  будет происходить концентрационный фазовый переход от соизмеримой структуры к модулированной структуре. Модулированные магнитные структуры в отличие от геликоидальных структур не могут существовать при очень низких температурах. Согласно ряду теоретических работ амплитудно-модулированная структура должна переходить при некой критической температуре в соизмеримую или геликоидальную. Чтобы получить новые данные и пролить свет на проблему нестабильности амплитудно-модулированных структур, проведены магнитные и нейтронографические измерения на соединениях системы  $\text{Tb}(\text{Mn}_{1-x}\text{Ni}_x)_2\text{Si}_2$  в широком интервале температур. Проведены рентгено-и нейтронографические измерения на соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  с  $x = 0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6$ , и 1.0. На рисунке 10 приведены концентрационные зависимости параметров решетки  $a$  и  $c$ .

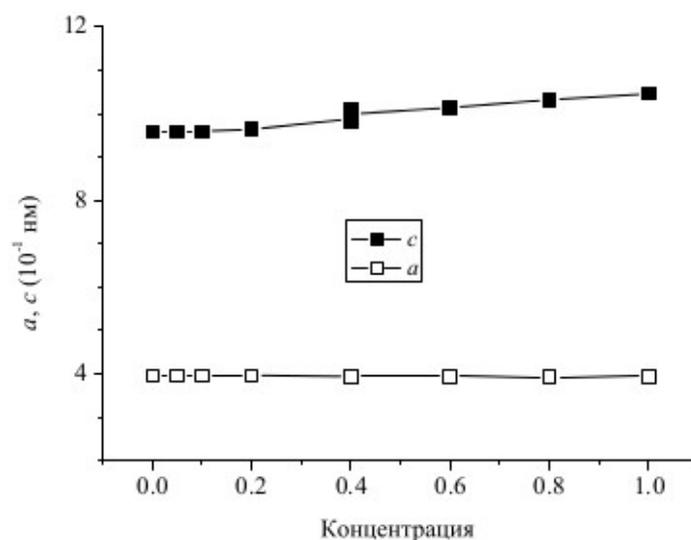


Рисунок 10 - Концентрационные зависимости параметров решетки a и c.

Видно, что с ростом концентрации x параметр c увеличивается довольно значительно, тогда как параметр a немного уменьшается. В качестве примера, на рисунке 11 представлены экспериментальная и расчетная нейтронограммы соединения с  $x = 0.05$  при 293 К.

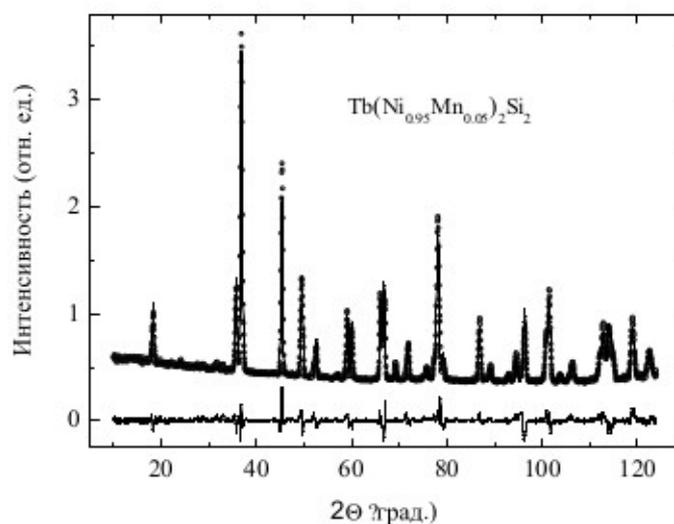


Рисунок 11 - Экспериментальная и расчетная нейтронограммы соединения с  $x = 0.05$  при 293К

Расчетная нейтронограмма получена при следующих значениях структурных параметров: пространственная группа  $P 4/mmm$ ,  $a = 3.9657(2) \cdot 10^{-1}$  нм,  $c = 9.5860(5) \cdot 10^{-1}$  нм, ионы Tb занимают позицию  $2a:(0,0,0)$ , атомы Ni и Mn –  $4d:(0, 0.5, 0.25)$ , а атомы Si –  $4e:(0, 0, 0.373(1))$ , фактор сходимости  $R_f = 7.1\%$ ,  $\chi^2 = 16.2$ . Нейтронограммы остальных соединений отличаются от приведенной интенсивностями рефлексов, что связано с различием знаков амплитуд когерентного рассеяния нейтронов ядрами никеля и марганца. Однако из расчета

нейтронограм получено, что тетрагональная кристаллическая структура типа  $\text{ThCr}_2\text{Si}_2$  сохраняется во всем интервале концентраций.

Результаты магнитных измерений соединений  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  показывают, что приложение внешнего поля при 2 К индуцирует метамагнитные переходы. В качестве примера на рисунке 12 приведена кривая намагничивания для  $\text{Tb}(\text{Ni}_{0.4}\text{Mn}_{0.6})_2\text{Si}_2$  при 2 К.

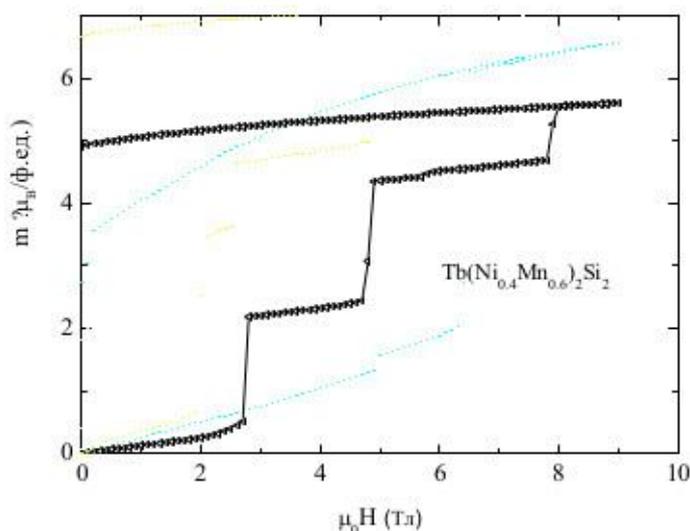


Рисунок 12 - Кривая намагничивания для  $\text{Tb}(\text{Ni}_{0.4}\text{Mn}_{0.6})_2\text{Si}_2$  при 2 К

Видно, что в полях, примерно, 3, 5 и 8 Тл намагниченность скачком возрастает свидетельствуя о магнитном переходе.

Индексирование нейтронограмм, измеренных при 4.2 К (см. рисунок 13), позволяет сделать вывод, что магнитная структура  $\text{TbNi}_2\text{Si}_2$  описывается вектором распространения  $\mathbf{k}_1 = (0.5, 0.5, 0)$ , магнитный порядок в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  с  $0 < x < 0.4$  описывается вектором  $\mathbf{k}_2 = (0.5 - \mu, 0.5 + \nu, 0)$  и магнитное упорядочение в составах с  $x$  равным и больших 0.4 описывается вектором  $\mathbf{k}_3 = 0$ .

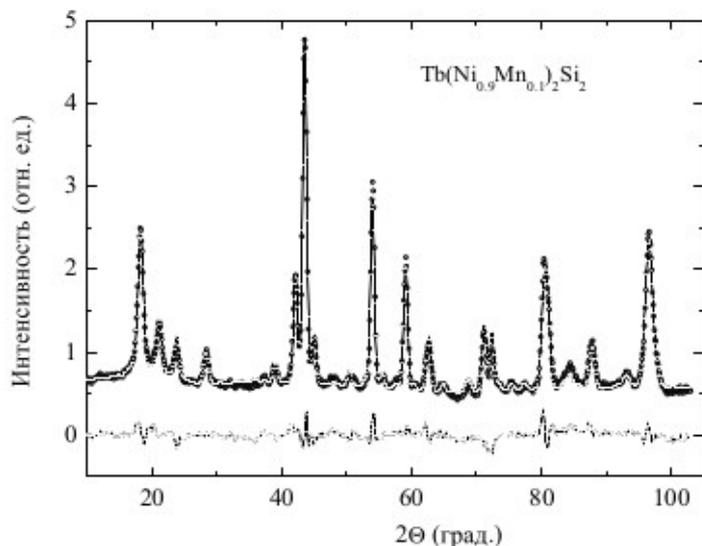


Рисунок 13 - Экспериментальная (точки) и расчетная (линия) нейтронограмма состава с  $x = 0.1$  при 4.2 К. Внизу разность между расчетом и экспериментальными данными

Из расчета базисных функций следует, что базисные функции для спинов тербия и марганца являются одномерными и соответствуют амплитудно-модулированной структуре либо в базисной плоскости  $(1,1,0)$  и  $(1,-1,0)$  либо вдоль оси  $c$ . В частности, для состава с  $x = 0.1$  (см. рисунок 13) мы получили, что искомая магнитная структура есть поперечная спиновая волна с  $k = (0.409, 0.579, 0)$  при 4.2 К. Магнитные моменты ионов тербия и атомов марганца ориентированы вдоль оси  $c$ .

### 1.5 Сорбенты для очистки жидкометаллического теплоносителя от кислорода и йода

Золь-гель методом синтезированы образцы твердого раствора оксидов циркония и свинца. Образцы сорбента на основе этой системы представляют собой механически прочные сферические гранулы размером примерно 0,5 мм. Проведен отжиг образцов при температурах 150, 300, 350 и 400°C в течение 18 часов. Выполнены рентгеноструктурные измерения. Получено, что образцы, отожженные при температурах 150, 300 и 350°C, являются рентгеноаморфными. Процессы кристаллизации твердого раствора начинаются при 400°C. Образуется тетрагональная кристаллическая структура (пр. гр. P42/nmc). Определены параметры атомной структуры и размеры блоков когерентного рассеяния.

**2 Облучение синтезированных образцов сверхпроводящих и функциональных материалов, перечисленных в пп. 3.1.6 – 3.1.7 Технического задания, быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М**

**2.1 Системы с аномальным типом спаривания электронов**

Проведено облучение быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{Sc}_3\text{Ir}_4\text{Si}_{10}$  флюенсами  $2$  и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .

**2.2 Fe-Ni сплавы (перспективные реакторные стали)**

Проведено облучение быстрыми нейтронами следующих материалов для исследований их свойств разными методами (Таблица 1, Таблица 2):

Таблица 1 - Дисперсно упрочнённые реакторные стали

Сталь $\text{Fe}_{86}\text{Cr}_{12}\text{W}_2$ (без ДУО)				
Метод исследования	Флюенс быстрых нейтронов, $\text{см}^{-2}$			
	$1 \cdot 10^{18}$	$5 \cdot 10^{18}$	$1 \cdot 10^{19}$	$5 \cdot 10^{18}$
Э. сопротивление	1 образец	1 образец	1 образец	1 образец
Эл. микроскопия	-	-	3 образца	-
Рентг. дифракция	-	1 образец	1 образец	1 образец

Сталь $\text{Fe}_{80}\text{Cr}_{12}\text{W}_2\text{TiO}_5$ ( ДУО)				
Метод исследования	Флюенс быстрых нейтронов, $\text{см}^{-2}$			
	$1 \cdot 10^{18}$	$5 \cdot 10^{18}$	$1 \cdot 10^{19}$	$5 \cdot 10^{18}$
Э. сопротивление	1 образец	1 образец	1 образец	1 образец
Эл. микроскопия	-	-	3 образца	-
Рентг. дифракция	-	1 образец	1 образец	1 образец

Таблица 2 - Конструкционные реакторные стали

Сталь ЭК164 ( $\text{Fe}_{71}\text{Ni}_{19}\text{Cr}_{16}\text{Mo}_{2,5}\text{Mn}_{1,5}$ )				
Метод исследования	Флюенс быстрых нейтронов, <i>сна</i> ( $\text{см}^{-2}$ )			
	40 ( $\sim 2 \cdot 10^{23}$ ) Низкая температура ( $\sim 350 \text{ }^\circ\text{C}$ )	84 ( $\sim 4 \cdot 10^{23}$ ) Высокая температура ( $\sim 600\text{-}750 \text{ }^\circ\text{C}$ )	40 ( $\sim 2 \cdot 10^{23}$ ) Высокая температура ( $\sim 600\text{-}750 \text{ }^\circ\text{C}$ )	
Нейтр. дифракция	1 образец	1 образец	1 образец	
Малоугловое рассеяние нейтронов	1 образец	1 образец	1 образец	

Сталь ЧС68 ( $\text{Fe}_{75}\text{Ni}_{15}\text{Cr}_{16}\text{Mo}_{2,5}\text{Mn}_{1,5}$ )				
Метод исследования	Флюенс быстрых нейтронов, <i>сна</i> ( $\text{см}^{-2}$ )			
	40 ( $\sim 2 \cdot 10^{23}$ ) Низкая температура ( $\sim 350 \text{ }^\circ\text{C}$ )	84 ( $\sim 4 \cdot 10^{23}$ ) Высокая температура ( $\sim 600\text{-}750 \text{ }^\circ\text{C}$ )	40 ( $\sim 2 \cdot 10^{23}$ ) Высокая температура ( $\sim 600\text{-}750 \text{ }^\circ\text{C}$ )	
Нейтр. дифракция	1 образец	1 образец	1 образец	
Малоугловое рассеяние нейтронов	1 образец	1 образец	1 образец	

### 2.3 Функциональные материалы

Облучен перовскитообразный мультиферроик  $\text{BiFe}_{0.95}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_3$  следующими флюенсами ( $\Phi$ ) быстрых ( $E_{\text{eff}} \geq 1$  Мэв) нейтронов:

1.  $\Phi = 1 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,
2.  $\Phi = 1.8 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,
3.  $\Phi = 3 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,
4.  $\Phi = 5 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .

С целью аттестации качества образцов данного состава и определения структурных параметров проведены рентген-дифракционные исследования при комнатной температуре.

### **3 Проведение исследований физических свойств облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ**

#### **3.1 Системы с аномальным типом спаривания электронов**

Исследовано поведение электросопротивления  $\rho(T)$ , температуры сверхпроводящего перехода  $T_c$  и второго критического поля  $H_{c2}(T)$  при облучении тепловыми нейтронами и последующем высокотемпературном изохронном отжиге в интервале температур  $T_{\text{ann}} = 100 - 1000^\circ\text{C}$  поликристаллического образца  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ . Обнаружено, что облучение  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  флюенсом  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  приводит к подавлению сверхпроводимости. Полученное разупорядоченное состояние является обратимым, т.е. исходные величины  $\rho(T)$ ,  $T_c$  и  $H_{c2}(T)$  практически полностью восстанавливаются при отжиге до  $T_{\text{ann}} = 1000^\circ\text{C}$ . Для образца в сверхпроводящем состоянии ( $T_c = 5.5 - 14.5 \text{ К}$ ) наблюдается квадратичная зависимость  $\rho(T) = \rho_0 + a_2 T^2$ , при этом коэффициент  $a_2$  (пропорциональный квадрату электронной массы  $m^*$ ) практически не меняется. Вид зависимости  $T_c$  от  $\rho_0$  можно интерпретировать как подавление двух сверхпроводящих щелей  $\Delta_1$  и  $\Delta_2$ ,  $\Delta_1 \sim \Delta_2$ , а скорость деградации  $\Delta_1$  в  $\sim 3$  раза больше, чем  $\Delta_2$ . Зависимости  $dH_{c2}/dT$  от  $\rho_0$  и  $T_c$  можно описать соотношениями для сверхпроводника в промежуточном пределе (длина когерентности  $\xi_0$  — порядка длины свободного пробега электрона  $l_{tr}$ ) в предположении приблизительно постоянной плотности электронных состояний на уровне Ферми  $N(E_F)$ . Наблюдаемое поведение  $T_c$  при облучении  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  явно не согласуется с распространенным мнением о чисто электрон-фононном механизме сверхпроводимости в соединениях этого типа, предполагая аномальный тип сверхпроводящего спаривания.

Проведено исследование свойств сверхпроводящего и нормального состояний поликристаллических образцов  $\text{LaPt}_4\text{Ge}_{12}$ , облученных флюенсами быстрых нейтронов 2, 5 и  $10 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ . Показано, что облучение приводит к быстрому подавлению сверхпроводимости.

#### **3.2 Fe-Ni сплавы (перспективные реакторные стали)**

В чистом никеле, содержащем деформационную микроструктуру, как при электронном, так и при нейтронном облучениях в районе комнатных температур, выявлена сепарация радиационных дефектов, заключающаяся в том, что значительная часть генерированных облучением собственных межузельных атомов попадает при миграции на дислокационные стоки и не участвует в рекомбинации с вакансиями. В результате этого происходит накопление вакансий, концентрация которых может превышать их концентрацию в отожженном никеле почти вдвое. Сепарация радиационных дефектов зависит от степени

деформации и коррелирует с мощностью стоков. Характер роста электросопротивления при электронном и нейтронном облучениях в районе комнатных температур в зависимости от количества генерированных дефектов одинаков и укладывается на единые зависимости как для отожженного, так и для деформированного никеля.

Проведены исследования структурных, магнитных, тепловых (КТЛР) и электрических свойств сталей ЭК-181 и ЧС-139, облучённых флюенсами быстрых нейтронов ( $E_n \geq 0,1$  МэВ,  $\Phi = (1 - 5) * 10^{19}$  см<sup>-2</sup>) и электронов ( $E_e = 5$  МэВ,  $\Phi = (1 - 5) * 10^{18}$  см<sup>-2</sup>). До облучения массивные образцы для нейтронографических (дифракция, малоугловое рассеяние тепловых нейтронов), магнитных (намагниченность насыщения, коэрцитивная сила) и дилатометрических исследований были термообработаны по режимам ТТО, КТО, КТО-1 и ИСХ в ОАО ВНИИНМ, а фольги для рентгеновских, электрических и ТЭМ исследований — в ИФМ УрО РАН (по согласованным с ОАО ВНИИНМ режимам).

Облучение быстрыми нейтронами приводит к незначительным нерегулярным изменениям параметра решётки и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139. В облучённых образцах присутствуют неоднородности двух характерных размеров (1 - 1,5) нм и (7 - 8) нм. Различия в радиационных изменениях параметров решёток и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139, скорее всего, связаны с различным химическим составом этих сталей.

Термообработка и облучение быстрыми нейтронами практически не влияют на величину намагниченности насыщения образцов, однако приводит к увеличению коэрцитивной силы образцов сталей от ~7% до ~56% в зависимости от термообработки и флюенса быстрых нейтронов.

В стали ЭК-181 в районе температур 300 - 340 К как при электронном, так и при нейтронном облучениях при всех типах термообработок осуществляется процесс радиационно-индуцированного расслоения твердого раствора. В случае термообработки КТО-1 происходят фазовые превращения, как при электронном, так и при нейтронном облучениях.

## 4 Проведение работ по частичной модернизации УСУ

### 4.1 Модернизация монохроматора дифрактометра ДЗ

Нейтронный дифрактометр ДЗ используется в основном для исследования магнитных структур, при этом необходима большая длина волны нейтронов  $\lambda = 2,44 \text{ \AA}$ , которая обеспечивается монокристаллами 1 и 2 (рисунок 14).

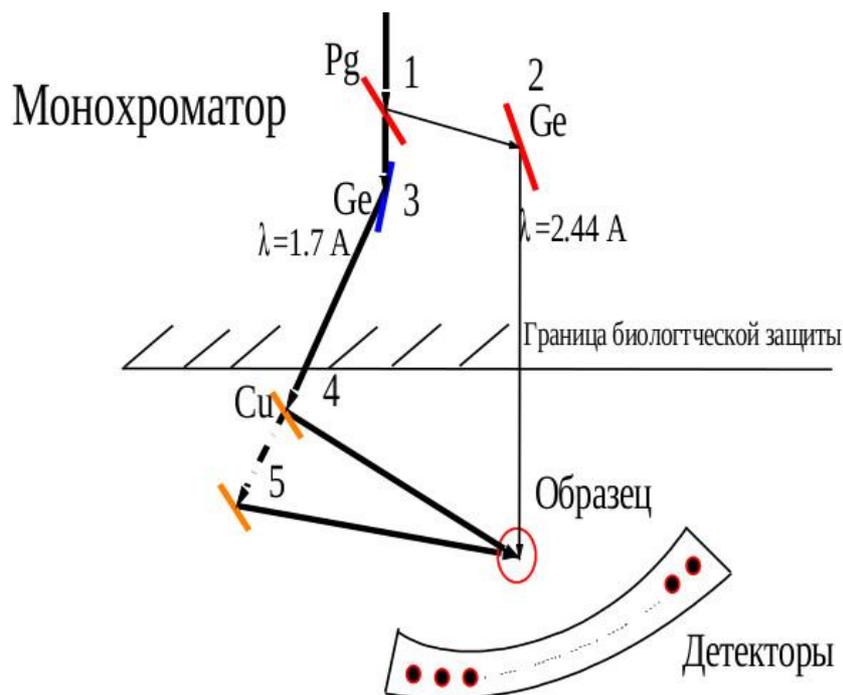


Рисунок 14 - Дифрактометр ДЗ.

Для расширения функциональных возможностей дифрактометра была разработана схема установки кристаллов 3, 4, 5, которые позволят вывести еще одну длину волны нейтронов  $\lambda = 1,7 \text{ \AA}$  на то же положение образца. Это позволит (перекрывая один из пучков) оперативно изменять длину волны нейтронов без дополнительной юстировки дифрактометра. Для этой цели были приобретены (в том числе за счет других источников финансирования) линейные трансляторы 8MT295-540-2.5 и 8MT167-25LS, блок вращения 8MR190-2-28, гониометры 8MG99-80 и 8MG99-50, контроллеры 8SMC1-USBh-B2-2 и 8SMC1-USBh-B2-3, обеспечивающие дистанционное перемещение кристаллов в нужных диапазонах с необходимой точностью. В настоящее время оборудование находится в стадии освоения.

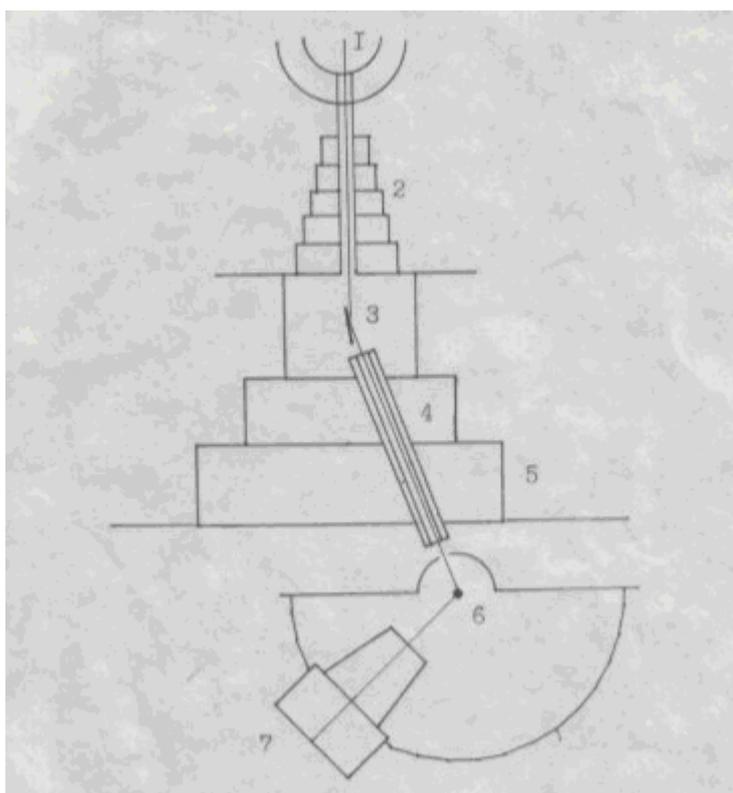
## 4.2 Модернизация юстировочного устройства дифрактометра Д76

Нейтронный дифрактометр для исследования монокристаллов не был укомплектован юстировочным устройством с дистанционным управлением достаточной точности, что существенно затрудняло процесс юстировки и приводило в результате к довольно большим простоям экспериментальной установки. Для устранения этого недостатка были приобретены (в том числе за счет других источников финансирования) блок вращения 8MR190-2-28, гониометры 8MG99-80 и 8MG99-50, контроллер 8SMC1-USBh-B2-3 обеспечивающие дистанционное угловое перемещение кристаллов с точностью не менее 1/16 секунд. В настоящее время оборудование находится в стадии освоения.

## 4.3 Модернизация системы управления, сбора и накопления информации нейтронных дифрактометров

Принцип действия дифрактометра основан на регистрации количества рассеянных нейтронов (в единицу времени в определенном телесном угле) при интерференции рассеянных монохроматических нейтронов от исследуемых образцов. Нейтроны из активной зоны реактора выводятся на кристалл монохроматор. После отражения от него монохроматические нейтроны через систему коллиматоров, попадают на образец.

Принципиальная схема дифрактометра изображена на рисунке 15.



1- активная зона реактора, 2 – шибберное устройство, 3-монохроматор, 4-коллиматор, 5-биологическая защита, 6-образец, 7-блок детекторов

Рисунок 15 - Принципиальная схема дифрактометра.

Дифрактометр состоит из четырех основных функциональных систем:

- системы формирования монохроматического пучка нейтронов (блок кристалла-монохроматора);
- системы задания и контроля угловых положений блока детекторов и стола образца;
- системы регистрации рассеянных нейтронов;
- системы накопления, предварительной обработки и вывода информации.

Существующие системы сбора и накопления информации и системы автоматического управления нейтронными дифрактометрами Д2, Д3, Д6 и Д7б выполнены на основе устаревшего стандарта «КАМАК». Это существенно снижает надежность эксплуатации оборудования, так как ресурс работы модулей «КАМАК» давно исчерпан, а новые модули не выпускаются.

На втором этапе выполнения Государственного контракта проанализированы пути модернизации системы сбора и накопления информации и программ управления нейтронными дифрактометрами. Разработаны технические требования к контроллерам, которые должны связать оборудование нейтронных дифрактометров и управляющих ЭВМ, и к программам управления, сбора и накопления информации.

Разрабатываемые контроллеры должны соответствовать следующим техническим требованиям.

#### 1. Блок детекторов.

Блок нейтронных детекторов состоит из 30 счетчиков СНМ-17, расположенных в защите блока детекторов на расстоянии в один угловой градус друг от друга относительно оси образца. Сигналы с детекторов усиливаются предусилителями до уровня примерно 150 – 3000 мВ и поступают на дискриминаторы, которые отсекают шумы и помехи и формируют прямоугольный отрицательный импульс, уровни ТТЛ, амплитудой 5В,  $t \sim 1-15$  мксек. Максимальная частота следования импульсов 120 КГц, распределение статистическое. Для слежения за потоком нейтронов имеется мониторный канал, в котором используется низко эффективный детектор нейтронов, сигналы с которого так же усиливаются предусилителем, дискриминируются и поступают в виде отрицательных ТТЛ сигналов амплитудой 5 вольт,  $t \sim 1-15$  мксек. Максимальная частота следования импульсов до 100 КГц.

#### 2. Узлы перемещения

Угловое перемещение позиционеров (блока детекторов и стола образца) относительно оси образца осуществляется шаговым двигателем FL86STH в комплекте с программируемым блоком управления SMSD-4.2.

#### 3. Блоки отсчета

Угловые положения позиционеров задаются с помощью датчиков абсолютного отсчета (точность Б20 секунд), установленных на оси поворота блока детекторов и стола образца. Датчик абсолютного отсчета состоит из вращающегося трансформатора и преобразователя его положения в 16-ти разрядный двоичный код. Преобразователь фазоимпульсного кода — в дальнейшем «ПФК».

Сигналы с ПФК имеют уровни ТТЛ:

Сигнал логического «0»: 0 – 0,4 В

Сигнал логической «1»: 2,4 – 5,5 В.

Этот параллельный 16-ти разрядный двоичный код сопровождается сигналом «Готовность», когда ПФК готов к выдаче информации об угле. Информация на выходе появится при подаче на блок сигнала «Считывание».

Сигналы с ПФК имеют следующие значения:

Амплитуда сигнала логического «0»: 0 – 0,4 В

Амплитуда сигнала логической «1»: 2,4 – 5,5 В.

Преобразователь работает в автоматическом режиме. Цикл измерения равен 600 мкс.

Сигнал «готов» имеет положительный импульс 2,4 – 5,5 В длительностью 4 – 8 мкс, частотой 1830 Гц. По заднему фронту этого сигнала можно вырабатывать сигнал «считывание» 4,5 – 5,0 В и длительностью 4 – 8 мкс.

#### 4. Накопление и отображение информации

После установки позиционеров в заданные угловые положения, которые определяются программой измерения, включается система набора информации. Продолжительность измерения задается либо набором заданного числа импульсов мониторным каналом (имп.), либо временем измерения (сек.). Информация с каждого детектора сохраняется в специальном файле после каждого изменения угловых положений. Файл в табличном виде должен содержать информацию об угловом положении каждого детектора и количестве зарегистрированных нейтронов.

Блок-схема управления дифрактометром представлена на рисунке 16.

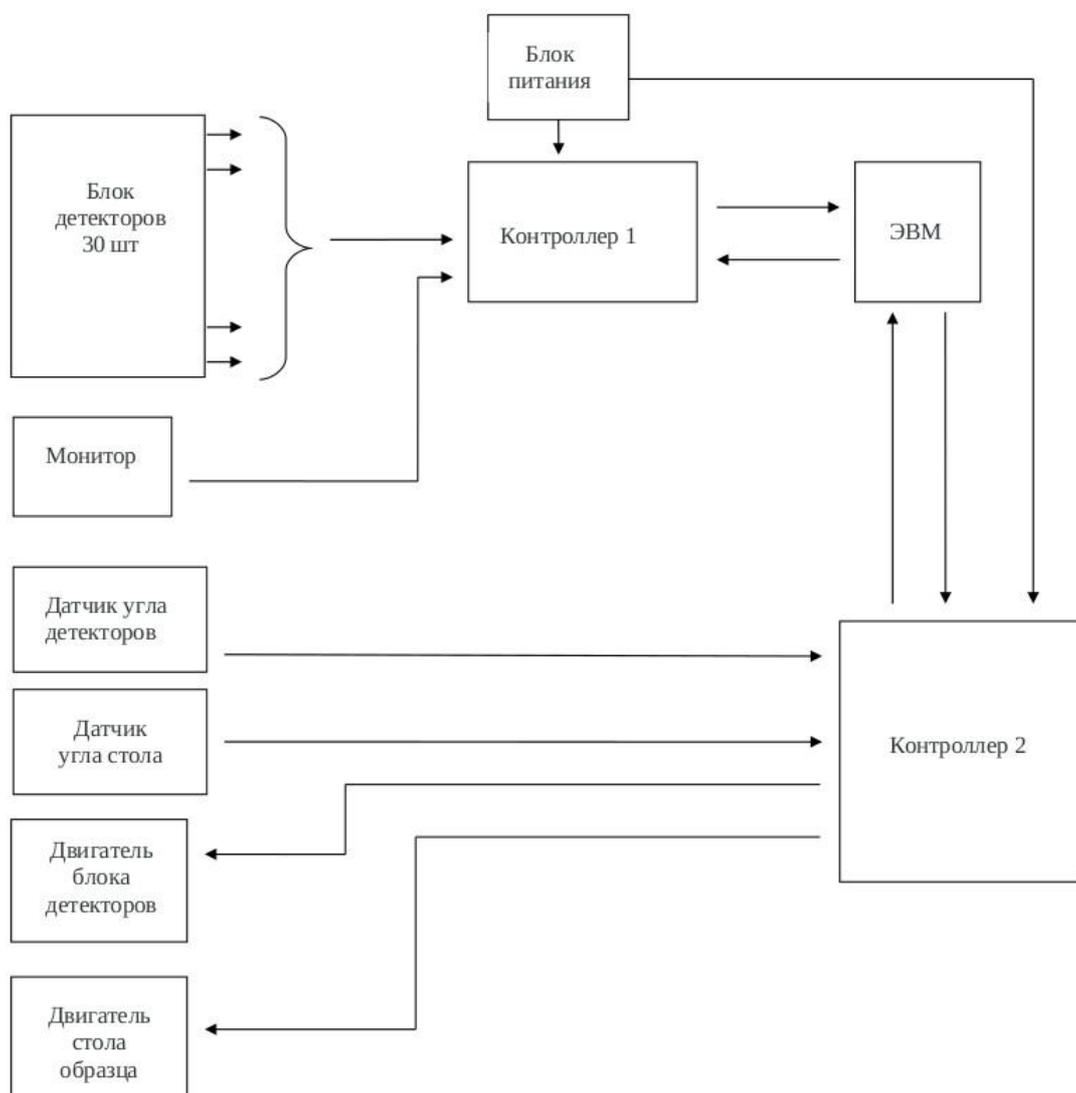


Рисунок 16: Блок-схема управления дифрактометром.

## 5 Проведение исследований для организаций-пользователей с использованием УСУ

### 5.1 Исследования кристаллической микроструктуры облучённых быстрыми нейтронами кандидатных для использования в атомной энергетике сталей для ОАО Институт реакторных материалов

Исследован эффект малоуглового рассеяния тепловых нейтронов (ЭМУР) на образцах конструкционных реакторных сталей ЭК-164 и ЧС-68 до и после облучения быстрыми нейтронами. В исходном состоянии ЭМУР практически отсутствует, при флюенсе 84 *сна* эффект увеличивается примерно в 5 и 10 раз относительно 40 *сна* для сталей ЭК-164 и ЧС-68, соответственно.

При 40 *сна* выделения в образце стали ЭК-164 характеризуются моноразмерными частицами размером около 16 нм с концентрацией порядка 0,5%. При 84 *сна* обнаружены полидисперсные частицы со степенным распределением по размерам. Минимальный размер составляет 4 нм, максимальный – 38 нм, средний – 5,2 нм, концентрация – 0,5%.

В образце ЧС-68 при 40 *сна* выявлены две моды: неоднородности размером 5 нм и полидисперсные частицы со степенным распределением по размерам (минимальный размер – 4 нм, средний – 7,8 нм, концентрация тех и других неоднородностей не превышает 0,1%). При 84 *сна* в этом образце обнаружено степенное распределение неоднородностей по размерам (минимальный размер – 4 нм, максимальный – 52 нм, средний – 5,2 нм, концентрация – 0,3%).

### 5.2 Нейтронографическое исследование атомной структуры сложного оксида $\text{Sr}_2\text{Mg}_{0.25}\text{Zn}_{0.75}\text{MoO}_6$ для ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени Первого президента России Б.Н.Ельцина»

Проведено нейтронографическое исследование кристаллической структуры и фазового состава сложного оксида со структурой двойного перовскита  $\text{Sr}_2\text{Mg}_{0.25}\text{Zn}_{0.75}\text{MoO}_6$ . Определены структурные параметры тетрагональной фазы, изоморфной  $\text{Sr}_2\text{ZnMoO}_6$ . Результаты этих измерений показывают, что допирование цинком вызывает увеличение угла Mo - O - Mo. Можно ожидать, что увеличение угла будет сопровождается ростом ширины энергетической зоны, являющейся одним из основных параметров, характеризующих передачу заряда от ионов металла к ионам кислорода. Используя полученные структурные параметры, рассчитана величина фактора толерантности, он равен 0.98.

### **5.3 Исследования нанокompозитов, образованных мультислоевым графеном и наночастицами 3d-переходных металлов, для Института неорганической химии имени А.В.Николаева Сибирского отделения РАН**

Проведены измерения малоуглового рассеяния нейтронов на нанокompозитах, образованных мультислоевым графеном и наночастицами 3d-переходных металлов: железо, кобальт, никель. Установлено, что распределение наночастиц 3d-переходных металлов по размерам описывается степенным законом. Поляризация нейтронного пучка изменяется под влиянием внешнего магнитного поля. Это свидетельствует о дальнем магнитном порядке в наночастицах.

### **5.4 Нейтронографическое исследование кристаллической и пористой микроструктур для ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид»**

Золь-гель методом синтезированы образцы твердого раствора оксидов циркония и свинца. Образцы сорбента на основе этой системы представляют собой механически прочные сферические гранулы размером примерно 0,5 мм. Проведен отжиг образцов при температурах 150, 300, 350 и 400°C в течение 18 часов. Выполнены рентгеноструктурные измерения. Установлено, что образцы, отожженные при температурах 150, 300 и 350°C, являются рентгеноаморфными. Процессы кристаллизации твердого раствора начинаются при 400°C. Образуется тетрагональная кристаллическая структура (пр. гр.  $P4_2/nmc$ ). Из анализа рентгенограмм следует, что ионы циркония занимают позицию 2a с координатами (0.75, 0.25, 0.75), а ионы кислорода – позицию 4d с координатами (0.25, 0.25, z), где  $z \cong 0.025$ . Ионы свинца статистически распределены в позиции 2a. Параметры элементарной ячейки составляют  $a \cong 0,358$  нм,  $c \cong 0,515$  нм. В ячейке содержится две формульные единицы ( $Z = 2$ ). Пики на рентгенограмме образца, отожженного при 400°C, уширены. Размеры блоков когерентного рассеяния составляют  $L \cong 13$  нм.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы первого этапа в рамках НИР по теме: “Исследование радиационно-индуцированной модификации нанокристаллической структуры и выделений нанофаз в перспективных для практического использования конструкционных и функциональных материалах (в исходном и разупорядоченном быстрыми нейтронами 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 заявки «2012-1.8-16-518-0003-030»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы”, является Решение Конкурсной комиссии Министерства образования и науки Российской Федерации №2012-1.8-5.2-ИР1 (протокол от «02» июля 2012 года №9), в соответствии с которым заключен государственный контракт от «20» июля 2012 г. №14.518.11.7020.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на втором этапе “Проведение теоретических и экспериментальных исследований. Частичная модернизация УСУ” были выполнены следующие работы:

1. Проведение исследований физических свойств перечисленных в пп. 3.1.1 – 3.1.7 Технического задания материалов в исходном (не облучённом) состоянии с использованием УСУ.
2. Облучение синтезированных образцов сверхпроводящих и функциональных материалов, перечисленных в пп. 3.1.6 – 3.1.7 Технического задания, быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М.
3. Проведение исследований физических свойств облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ.
4. Проведение работ по частичной модернизации УСУ.
5. Проведение исследований для организаций-пользователей с использованием УСУ.

Краткие результаты комплексного изучения наномодифицированных магнетиков, сверхпроводников, полупроводников и перспективных конструкционных и функциональных материалов в исходном и облученном быстрыми нейтронами состояниях:

1. Предложена модель ферромагнетика  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$ , которая удовлетворительно описывает свойства этого соединения, обладающего рекордными значениями величины магнитокалорического эффекта и линейной магнитострикции, и которая может быть использована для прогноза изменения их свойств при внешних воздействиях разного рода.

2. Показано, что структурные аналоги  $\text{RbAlO}_2$ , моногаллат ( $\text{RbGaO}_2$ ) и моноферит ( $\text{RbFeO}_2$ ) рубидия, претерпевают фазовые переходы соответственно при  $450^\circ\text{C}$  и  $535^\circ\text{C}$ . В обоих случаях изоструктурные низкотемпературные орторомбические фазы переходят в высокотемпературные кубические, при этом параметры и объем ячеек монотонно увеличиваются с ростом температуры. В ряду твердых растворов  $\text{Rb}_{2-2x}\text{Al}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$  ( $x = 0 - 0.20$ ) переход из орторомбической фазы в кубическую при комнатной температуре наблюдается уже при введении 5% ванадия в подрешетку алюминия.
3. Установлено, что в соединении  $\text{LiNi}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{PO}_4$  допирование кобальтом подавляет переход из несоизмеримой фазы с волновым вектором  $\mathbf{k} = 2\pi b(0, \tau, 0)$  в соизмеримую фазу с вектором  $\mathbf{k} = 0$  при понижении температуры.
4. Показано, что магнитная структура  $\text{TbNi}_2\text{Si}_2$  описывается вектором распространения  $\mathbf{k}_1 = (0.5, 0.5, 0)$ , магнитный порядок в соединениях  $\text{Tb}(\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_x)_2\text{Si}_2$  с  $0 < x < 0.4$  описывается вектором  $\mathbf{k}_2 = (0.5 - \mu, 0.5 + \nu, 0)$  и магнитное упорядочение в составах с  $x$  равным и большим 0.4 описывается вектором  $\mathbf{k}_3 = 0$ . Из расчета базисных функций следует, что базисные функции для спинов тербия и марганца являются одномерными и соответствуют амплитудно-модулированной структуре либо в базисной плоскости  $(1, 1, 0)$  и  $(1, -1, 0)$  либо вдоль оси  $c$ . В частности, для состава с  $x = 0.1$  установлено, что искомая магнитная структура есть поперечная спиновая волна с  $\mathbf{k} = (0.409, 0.579, 0)$  при  $4.2 \text{ K}$ . Магнитные моменты ионов тербия и атомов марганца ориентированы вдоль оси  $c$ .
5. Установлено, что образцы твердого раствора оксидов циркония и свинца, отожденные при температурах  $150, 300$  и  $3500^\circ\text{C}$ , являются рентгеноаморфными. Показано, что процессы кристаллизации твердого раствора начинаются при  $4000^\circ\text{C}$ . Образуется тетрагональная кристаллическая структура (пр. гр.  $\text{P42/nmc}$ ). Определены параметры атомной структуры и размеры блоков когерентного рассеяния.
6. Установлено, что после облучения  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  быстрыми нейтронами поведение температуры сверхпроводящего перехода явно не согласуется с распространенным представлением о чисто электрон-фононном механизме сверхпроводимости в соединениях этого типа, предполагающим аномальный тип сверхпроводящего спаривания. Показано также, что облучение быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{LaPt}_4\text{Ge}_{12}$  приводит к быстрому подавлению сверхпроводимости.
7. В чистом никеле, содержащем деформационную микроструктуру, как при электронном, так и при нейтронном облучениях в районе комнатных температур, выявлена сепарация радиационных дефектов, заключающаяся в том, что значительная часть генерированных облучением собственных межузельных атомов попадает при миграции на дислокационные стоки и не участвует в рекомбинации с вакансиями. В результате этого

происходит накопление вакансий, концентрация которых может превышать их концентрацию в отожженном никеле почти вдвое. Сепарация радиационных дефектов зависит от степени деформации и коррелирует с мощностью стоков. Характер роста электросопротивления при электронном и нейтронном облучениях в районе комнатных температур в зависимости от количества генерированных дефектов одинаков и укладывается на единые зависимости как для отожженного, так и для деформированного никеля.

Показано, что облучение быстрыми нейтронами приводит к незначительным нерегулярным изменениям параметра решётки и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139. В облучённых образцах присутствуют неоднородности двух характерных размеров (1 – 1,5) нм и (7 – 8) нм. Различия в радиационных изменениях параметров решёток и микронапряжений в сталях ЭК-181 и ЧС-139, скорее всего, связаны с различным химическим составом этих сталей.

8. Для проведения резистивных и магнитных измерений в реакторе ИВВ-2М проведены облучения быстрыми нейтронами поликристаллических образцов  $\text{Sc}_5\text{Ir}_4\text{Si}_{10}$  флюенсами  $2$  и  $5 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .
9. С целью уточнения зависимостей от флюенса быстрых нейтронов структурных (методы исследования: нейтронная и рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, дилатометрия), магнитных и электрических свойств были проведены дополнительные облучения в реакторе ИВВ-2М образцов различных геометрических размеров (форма образца определяется применяемым методом исследования) следующими флюенсами быстрых нейтронов:
  - образцы реакторных сталей  $\text{Fe}_{86}\text{Cr}_{12}\text{W}_2$  (без ДУО) и  $\text{Fe}_{80}\text{Cr}_{12}\text{W}_2\text{TiO}_5$  (ДУО) флюенсами  $1 * 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $5 * 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и  $1 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы конструкционных реакторных сталей ЭК-164 и ЧС-68 флюенсами  $40(\sim 2 * 10^{23}) \text{ см}^{-2}$  и  $84(\sim 4 * 10^{23}) \text{ см}^{-2}$ ;
  - образцы перовскитообразного мультиферроика  $\text{BiFe}_{0.95}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_3$  флюенсами быстрых нейтронов  $1 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $1.8 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ ,  $3 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$  и  $5 * 10^{19} \text{ см}^{-2}$ .

### Список использованных источников

1. Fujita, S. Fujieda, K. Fukamishi, H. Mitamura, T. Goto. Itinerant-electron metamagnetic transition and large magnetovolume effects in  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$  compounds// *Phys. Rev. B*, 2001, v. 65, 014410.
2. Fujita, S. Fujieda, Y. Hasegawa, K. Fukamishi. Itinerant-electron metamagnetic transition and large magnetocaloric effects in  $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$  compounds and their hydrides// *Phys. Rev. B*, 2003, v. 67, 104416.
3. Е.И. Бурмакин, В.И. Воронин, Л.З. Ахтямова, И.Ф. Бергер, Г.Ш. Шехтман. Кристаллическая структура и электропроводность моноалюмината калия// *Электрохимия*, 2004, т. 40, №6, с. 707-713.
4. Е.И. Бурмакин, В.И. Воронин, Л.З. Ахтямова, И.Ф. Бергер, Г.Ш. Шехтман. Кристаллическая структура и электропроводность твердых электролитов системы  $\text{KAlO}_2\text{-TiO}_2$ // *Электрохимия*, 2005, т. 41, №7, с. 878-883.
5. S.-W. Cheong, M. Mostovoy. Multiferroics: a magnetic twist for ferroelectricity// *Nature Mater.*, 2007, v. 6, p. 14.
6. W. Eerenstein, N. D. Mathur, J. F. Scott. Multiferroic and magnetoelectric materials// *Nature. London*, 2006, v. 442, p. 759-765.
7. M. Mercier, Ph.D. thesis, Universite de Grenoble, (1969).
8. J.-P. Rivera, H. Schmid. Search for the piezomagnetolectric effect in  $\text{LiCoPO}_4$ // *Ferroelectrics*, 1994, v. 161, p. 91-98.
9. D. Vaknin, J. L. Zarestky, J.-P. Rivera, H. Schmidt. Commensurate-incommensurate magnetic phase transition in magnetoelectric single crystal  $\text{LiNiPO}_4$ // *Phys. Rev. Lett.*, 2004, v. 92, 207201.
10. R. Welter, G. Venturini, E. Ressouche, B. Malaman. Magnetic properties of  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$ , determined by susceptibility measurements and neutron diffraction study// *J. All. Comp.*, 1994, v. 210, p. 273-277.
11. M. Kolenda, J. Leciejewicz, A. Szutula, N. Stusser, Z. Tomkowicz. Magnetic transition in  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$ // *J. All. Comp.*, 1996, v. 241, p. L1-L3.
12. T. Shigeoka, N. Iwata, H. Fujii, T. Okamoto. Magnetic characteristics of  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$ // *J. Magn. Magn. Mat.*, 1986, v. 54-57, p. 1343-1344.