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

УДК 539.125.5 Г.р. № 01201168399 Инв. № 2319/3



О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ по теме:

ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ ОБЛУЧЁННЫХ ОБРАЗЦОВ. МОДЕРНИЗАЦИЯ УСУ

МЕХАНИЗМЫ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИЯХ: РАДИАЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ НЕЙТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ И РАДИАЦИОННОГО РАЗУПОРЯДОЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ СВОЙСТВ ФИЗИЧЕСКИХ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ МАГНЕТИКОВ, СВЕРХПРОВОДНИКОВ, ПОЛУПРОВОДНИКОВ И ПЕРСПЕКТИВНЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ B ИСХОДНОМ И ОБЛУЧЕННОМ БЫСТРЫМИ НЕЙТРОНАМИ СОСТОЯНИЯХ НА УСУ «ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ВОДО-ВОДЯНОЙ АТОМНЫЙ ИВВ-2М, 01-34 (НЕЙТРОННЫЙ РЕАКТОР РЕГ.№ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН»), ИВВ-2М (НМК ИФМ)

(промежуточный)

Этап третий

Шифр 2011-1.8-518-003-045 Государственный контракт от «12» мая 2011 г. № 16.518.11.7032

Научный руководитель, чл.-корр. РАН

Б.Н.Гощицкий

« » июня 2012 г.

Екатеринбург 2012 г.

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы член-корр. РАН



Б.Н. Гощицкий (Введение, Заключение, 3)

подпись, дата

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

hr 20 06 2012

Ю.Н. Скрябин (1, Приложение А)

подпись, дата

вед. инж.

Зав. лаб.,

к.ф.-м.н.

к.ф.-м.н.

д.ф.-м.н.

к.ф.-м.н.

ст. научн. сотр.,

вед. научн. сотр.,

ст. научн. сотр.,

20.0612

И.Ф. Бергер (1.7, 2)

подпись, дата

20.06.2012

5.12



В.И. Бобровский (1, Приложение А)

С.Г. Богданов (1.3, 1.4)

В.И. Воронин

Г.В. Воронцов

(1.7, 1.8, 2)

подпись, дата

подпись, дата

Banneb

20.05.20 Э.З. Валиев (1.8)

(1.6)

подпись, дата 20,06,2012

подпись, дата

мнс

Bop 20.06 Zok

подпись, дата

ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.

20.06.12 Bonung

А.П. Вохмянин (1.10)

А.С. Грицай

(1.10)

подпись, дата

Студент-дипломник

20.06.2012

ст. научн. сотр., к.ф.-м.н. подпись, дата 20.06.2012

А.Ф.Губкин (1.5)

подпись, дата

Студент-дипломник

Daby 20.06.12

Ю.П. Давыдова (1.9)

подпись, дата

Ст. научн. сотр., А.П. Дружков 20.06.79/2 к.ф.-м.н. (1.1)подпись, дата С.Ф. Дубинин вед. научн. сотр., 20.06.12 (1.2)д.ф.-м.н. подпись, дата В.А. Казанцев ст. научн. сотр., 20.06.12 (1.5)к.ф.-м.н. подпись, дата вед. научн. сотр., А.Е. Карькин 20.05.2012 (1.6)д.ф.-м.н. подпись, дата научн. сотр., В.И. Максимов 20.06.12 . MARAA CHI AC к.ф.-м.н. (1.2)подпись, дата В.Д. Пархоменко рук. отдела do.06.12 к.ф.-м.н. (1.2, 1.7, 2)подпись, дата ст. научн. сотр., А.Н. Пирогов 20.06.2012 Scinh к.ф.-м.н. (1.3, 1.4)подпись, дата А.Е. Теплых ст. научн. сотр., 20.06.2012 к.ф.-м.н. (1.3)подпись, дата Ю.Г. Чукалкин вед. научн. сотр., 20.05.2012 (1.1, 1.3)д.ф.-м.н. подпись, дата Е.А. Шерстобитова научн. сотр., 20.06.12 к.ф.-м.н. (1.9)подпись, дата Нормоконтролер Н.А. Гоглева 2006.20122

Подпись, дата

РЕФЕРАТ

Отчет 57 с., 18 илл., 5 табл., 58 библ. ссылок, 1 Приложение.

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 4.2К – 1000К, 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 Получение новых знаний и результатов в области новых перспективных магнитных, сверхпроводящих, полупроводниковых и функциональных материалов, нанотехнологий с использованием методов активного физического радиационного воздействия быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М. А именно:

- 1.1 Получение значимых научных результатов об эволюции физико-химических и функциональных свойств перспективных электродных материалов на основе металлофосфатов лития, стимулированной легированием и структурным разупорядочением, с целью создания более дешевых новых и улучшения характеристик известных электродных материалов для химических источников тока;
- 1.2 Получение новых научных данных о магнитных особенностях полупроводниковых соединений типа A²B⁶, легированных 3d-ионами (Zn_{1-x}Fe_xSe, Zn_{1-x}Ni_xO, Zn_{1-x}Co_xS), с целью изучения возможности создания на их основе электронных приборов со спиновой поляризацией тока;
- 1.3 Получение новых научных результатов о структурном состояния и магнитных свойствах радиационно-аморфизованных сплавов Nd₂Fe₁₄B и Er₂Fe₁₄B, позволяющих улучшить характеристики постоянных магнитов на их основе;
- 1.4 Получение новых научных результатов об особенностях магнитных фазовых переходов вблизи мультикритической точки в системе соединений Tb_xEr_{1-x}Ni₅ с целью изучения потенциальной возможности их использования в устройствах для магнитной записи;
- 1.5 Получение новых результатов о магнитном состоянии и магнитотепловых свойствах в системе редкоземельных интерметаллидов R₅Pd₂ с высокой степенью фрустрации в

магнитной подсистеме, позволяющих перейти к созданию новых устройств для магнитокриогенной техники;

- 1.6 Получение новых фундаментальных научных данных о слоистых сверхпроводниках нового поколения пниктидах и халькогенидах переходных металлов на основе железа (Me)Fe(Ni,Co)AsF_xO_{1-x} (Me=La,Ce,Nd,Pr,Sm,Tb), (Me)Fe₁As₁ (Me=Li,Na,Tm), (Me)Fe₂As₂ (Me=Ba,K,Ca,Eu), FeSe(Te), сверхпроводниках с низкой концентрацией носителей заряда (Cu_xTiSe₂, алмазе, легированном бором, Nd_{2-x}Ce_xCuO_{4+δ} при x=0.14), высокотемпературных сверхпроводниках (ВТСП) на основе меди и недавно открытых сверхпроводниках (Me)_xFe_{2-δ} Se₂ (T_c = 30K, Me=K,Rb,Cs,Tl) с целью выяснения возможности создания новых сверхпроводящих материалов с улучшенными функциональными свойствами;
- 1.7 Получение новых научных данных о радиационных эффектах в ферритных и мартенситных (в том числе дисперсно-упрочненных оксидами) сталях, что позволит сделать окончательный вывод об их применении в качестве оболочек ТВЭЛов реакторов на быстрых нейтронах.

2 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 - «Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)» для получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения. Методами нейтронной дифракции:

- 2.2 Исследовать структурное состояние кандидатных для использования в атомной энергетике сталей ЭК-181 и ЧС-139 в исходном (необлученном) состоянии после термообработок различного типа в интересах Института реакторных материалов с целью выполнения Договора с концерном «Росэнергоатом», «Белоярская АЭС» №1511/12.
- 2.3 Исследовать кристаллическую и магнитную структуры соединений со структурами шпинели и оливина в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами в интересах Института химии твёрдого тела УрО РАН с целью выполнения Проекта РФФИ-Урал № 10-03-96053.
- 2.4 Определить параметры кристаллической и пористой структуры образцов ZrO₂, допированных окисью алюминия в интересах ЗАО Производственно-научная фирма (ПНФ) «Термоксид» с целью выполнения Договора № 8/09/311 /12 с ОАО «ВНИИНМ».

2.5 Исследовать атомную и магнитную структуры сложных оксидов Sr₂ZnMoO₆, определить структурные параметры и величины магнитных моментов ионов 3d-переходного металла при изменении температуры в интересах Института естественных наук ФГАОУ ВПО "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» с целью выполнения Проекта РФФИ № 11-03-00282-а

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

- Установлено, что магнитная структура LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ такая же, как у недопированного антиферромагнитного LiMnPO₄ (T_N =34.5 K). Для изучения особенностей магнитного упорядочения в LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ были выполнены магнитные измерения. Необратимости намагниченности (т.е. разница намагниченностей, измеренных в одном и том же магнитном поле в случае охлаждения образца в нулевом магнитном поле (zfc) и поле, равном измерительному (fc)) были обнаружены в магнитных полях менее ~2 kOe. Показано, что возрастание величины приложенного магнитного поля приводит к уменьшению разницы между намагниченностями при zfc и fc охлаждении образца.
- Впервые методом дифракции тепловых нейтронов показано, что структурное состояние полупроводникового кристалла Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se является пространственно неоднородным. Средний размер структурной неоднородности составляет 5.5nm, что существенно превышает величину постоянной решетки селенида цинка. Показано, что локально деформированные микрообласти имеют сферически симметричную форму, геометрические размеры которой сохраняются в интервале 78-300К.
- Методом спиннингования расплава получены быстрозакаленные сплавы (БЗС) состава R₁₂Fe₈₂B₆ (R=Nd, Er). Найдено, что при 295 К в БЗС присутствует, в основном, фаза типа Nd₂Fe₁₄B (пространственная группа *P*4₂/*mnm*). Эта фаза в сплаве Nd₁₂Fe₈₂B₆ обладает ферромагнитным типом магнитной структуры с магнитными моментами ионов Nd и Fe, ориентированными параллельно оси *c*, тогда как для БЗС Er₁₂Fe₈₂B₆ в фазе Er₂Fe₁₄B реализуется ферримагнитный тип упорядочения магнитных моментов Er и Fe параллельно базисной плоскости. В результате облучения быстрыми нейтронами флюенсом 1.2*10²⁰ н/см⁻² оба БЗС перешли из кристаллического состояния в аморфное. Ферро- и ферримагнитный типы порядков в них сохранились, но температура Кюри понизилась на 100 К в сплаве с Nd и на 200 К в сплаве с Er. Спонтанная намагниченность облученных БЗС при 5 К, примерно равна их намагниченности в кристаллическом состоянии, а их коэрцитивная сила, на два порядка меньше, чем она была до облучения.

Наблюдаемые эффекты объясняются дисперсией обменных взаимодействий Fe-Fe, возникающих как следствие дисперсии межатомных расстояний в аморфном состоянии.

- Методом упругого рассеяния поляризованных нейтронов в отличие от ранее полученных результатов установлено, что в несоизмеримой магнитной структуре монокристалла TbNi₅, возникающей ниже 23 К, ферромагнитная и модулированная компоненты магнитного момента иона тербия являются коллинеарными друг другу. Также обнаружена сильная деполяризация нейтронов, обусловленная доменной структурой ферромагнитной компоненты. Показано, что величина критического магнитного поля, которое разрушает модулированную магнитную структуру, оказывается меньше величины поля, приводящего к насыщению ферромагнитной компоненты.
- Проведено детальное исследование магнитных свойств бинарного интерметаллида Tb₅Pd₂ помощью комплексных DC магнитных измерений на поликристаллическом образце в широком интервале полей и температур. Анализ данных высокотемпературной DCвосприимчивости показал, что корреляции ближнего магнитного порядка в магнитной подсистеме Tb₅Pd₂ существуют вплоть до комнатной температуры. Показано, что магнитное состояние соединения Tb₅Pd₂ является сложным неравновесным состоянием стекольного типа с фрустрацией ФМ и АФМ обменных взаимодействий.
- Исследовано влияние облучения быстрыми нейтронами на свойства поликристаллических образцов соединения с нецентросимметричной структурой Мо₃Al₂C. Установлено, что в рамках модели обычной сверхпроводимости (с электронфононным взаимодействием в качестве источника куперовского спаривания) не удается понять наблюдаемые эффекты разупорядочения в Мо₃Al₂C. Возможно, именно нецентросимметричная структура является первопричиной необычной сверхпроводимости в этом соединении, тогда потеря дальнего кристаллического порядка приводит к уменьшению T_c. Хотя в этом случае можно было бы ожидать полного подавления сверхпроводимости, но некоторая компонента с электрон-фононным взаимодействием здесь также может присутствовать.
- Разработан метод получения сведений об анизотропных микронапряжениях в аустенитной стали ЧС68 х.д из данных по рассеянию тепловых нейтронов. Выявлено наличие большой степени текстурованности исходных оболочек ТВЭЛов. Установлено падение уровня текстурованности при облучении быстрыми нейтронами при достаточно высоких температурах из-за процессов перекристаллизации. Определена анизотропия микронапряжений и ее изменение в оболочках ТВЭЛов в процессе эксплуатации реактора. Выявлено определяющее влияние температуры облучения на структурное состояние оболочек ТВЭЛов.

- Показано, что спин-переориентационный фазовый переход в соединении Er₂Fe₁₇N_{2.18} происходит путем двух фазовых переходов второго рода. Определены численные значение параметров, характеризующих этот переход.
- Установлено, что гидрид ErFe₂H_{3.1} и дейтерид ErFe₂D_{3.1} в температурном интервале 400 К < *T* ≤ 450 К являются однофазными и обладают кубической структурой, описываемой в модели с пространственной группой F23, которая является более низкосимметричной по сравнению с группой Fd3m, использованной ранее в литературе для описания кристаллической структуры гидридов фаз Лавеса. Показано что, понижение симметрии в гидриде ErFe₂H_{3.1} и дейтериде ErFe₂D_{3.1} происходит из-за искажений междоузлий типа A₂B₂, занятых атомами дейтерия. Обнаружено, что увеличения межатомных расстояний дейтриде ErFe₂D_{3.1}, имеющем ферримагнитную структуру, приводит к ослаблению обменных взаимодействий, при этом наблюдаются две отдельные температуры магнитного упорядочения для редкоземельной и железной подрешеток.
- Методом симметрийного анализа показано, что в интерметаллическом соединении Mn3Sb допустима ориентация магнитных моментов атомов Mn вдоль любого кристаллографического направления с образованием коллинеарных или скошенных магнитных структур, полные магнитные моменты отдельных атомов Mn в элементарной кристаллической ячейке могут совпадать или различаться по величине.
- Для проведения резистивных и магнитных измерений в реакторе ИВВ-2М проведены облучения:
 - образцов LaPt₄Ge₁₂ и La₃In флюенсом 1*10²⁰ см⁻²;
 - образцов Sc₅Ir₄Si₁₀ и La₃In флюенсом 5*10¹⁹ см⁻²;
 - образца Си₃Аи флюенсом 2*10¹⁹ см⁻².
- 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 конструкционных реакторных сталей ЭК-181 и ЧС-139 флюенсом 1*10¹⁸ см⁻²;
 - образцы сверхчистого Ni легированного B, C и BC флюенсами $5*10^{18}$ см⁻² и $5*10^{19}$ см⁻²;
 - модельных сплавов $Fe_{85.8}C_{0.2}Cr_{12}W_2$ и $Fe_{77.8}C_{0.2}Cr_{12}W_2Y_2TiO_5$ флюенсами $1*10^{18}$ см⁻², $5*10^{18}$ см⁻², $1*10^{19}$ см⁻² и $5*10^{19}$ см⁻².

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	11
1 Проведение исследований физических свойств облучённых быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ в рамках реализации мероприятий ФЦП	14
1.1 Эволюция физико-химических и функциональных свойств перспективных электродных материалов на основе металлофосфатов лития, стимулированной легированием и структурным разупорядочением	14
1.2 Неоднородные деформации решетки в кристалле Zn _{0.99} Cd _{0.01} Se	16
1.3 Структурное и магнитное состояние радиационно-аморфизованных сплавов Nd ₂ Fe ₁₄ B и Er ₂ Fe ₁₄ B	21
1.4 Магнитное основное состояние монокристалла TbNi ₅	25
 1.5 Магнитное состояние и магнитотепловые свойства в системе редкоземельных интерметаллидов R₅Pd₂ 	28
1.6 Электронные свойства Fe- и Cu-содержащих высокотемпературных сверхпроводников и других сверхпроводящих систем с аномальным типом спаривания	31
1.7 Радиационные эффекты в аустенитной реакторной стали ЧС68 х.д.	34
1.8 Спин-переориентационный фазовый переход в соединении Er ₂ Fe ₁₇ N _{2.18}	37
1.9 Исследования влияния гидрирования на структуру и магнитные свойства соединений ErFe ₂ H _{3.1} и ErFe ₂ D _{3.1}	38
1.10 Симметрийный анализ магнитной структуры Mn ₃ Sb	40
2 Частичная модернизация вспомогательного оборудования УСУ	42
2.1 Универсальная высокотемпературная приставка	42
2.2 Вибрационный магнитометр	42
3 Сведения об услугах коллективного пользования	44
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	45
Список использованных источников	49
Приложение А. Программа развития УСУ на 2011-2012 гг.	54
А.1 Общая информация об УСУ	54
А.2 Основные направления развития УСУ	56
А.2.1 Разработка методик комплексных исследований состава, структуры и свойств материалов с использованием УСУ	56
А.2.2 Расширение деятельности УСУ по обеспечению и развитию исследований в форме коллективного пользования	56
А.2.3 Мероприятия по обеспечению достоверности и точности измерений, выполняемых на УСУ	57

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ФМ	- ферромагнетик
АФМ	- антиферромагнетик
БЗС	- быстрозакаленный сплав
Br	- 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 реакторе ИВВ-2М момент главными направлениями исследований на являются: радиационная физика и радиационное материаловедение, нейтронные исследования В конденсированного состояния. 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: «Механизмы структурно-фазовых изменений при радиационных воздействиях: исследование методом нейтронной дифракции и радиационного разупорядочения структурных особенностей физических свойств наномодифицированных магнетиков, сверхпроводников, полупроводников и перспективных конструкционных и функциональных материалов в исходном и облученном быстрыми нейтронами 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 заявки «2011-1.8-518-003-045»), 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 №2011-1.8-5.2-ИР1 (протокол от 25 апреля 2011 г. № 9), в соответствии с которым заключен государственный контракт от «12» мая 2011 г. № 16.518.11.7032.

Работы в рамках государственного контракта направлены на получение новых знаний и результатов в области новых перспективных магнитных, сверхпроводящих, полупроводниковых и функциональных материалов, нанотехнологий с использованием методов активного физического радиационного воздействия быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М.

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

- научные данные об эволюции физико-химических и функциональных свойств перспективных электродных материалов на основе металлофосфатов лития, стимулированной легированием и структурным разупорядочением;
- научные данные о магнитных особенностях полупроводниковых соединений типа A²B⁶, легированных 3d-ионами (Zn_{1-x}Fe_xSe, Zn_{1-x}Ni_xO, Zn_{1-x}Co_xS);
- научные данные о структурном состоянии и магнитных свойствах радиационноаморфизованных сплавов Nd₂Fe₁₄B и Er₂Fe₁₄B;
- научные данные об особенностях магнитных фазовых переходов вблизи мультикритической точки в системе соединений Tb_xEr_{1-x}Ni₅;
- научные данные о магнитном состоянии и магнитотепловых свойствах в системе редкоземельных интерметаллидов R₅Pd₂ с высокой степенью фрустрации в магнитной подсистеме;
- научные данные о свойствах слоистых сверхпроводников нового поколения халькогенидах пниктидах И переходных металлов на основе железа $(Me)Fe(Ni,Co)AsF_xO_{1-x}$ (Me=La,Ce,Nd,Pr,Sm,Tb), $(Me)Fe_1As_1$ (Me=Li,Na,Tm), (Me)Fe₂As₂ (Me=Ba,K,Ca,Eu), FeSe(Te), сверхпроводниках с низкой концентрацией носителей заряда (Cu_xTiSe₂, алмазе, легированном бором, Nd_{2-x}Ce_xCuO_{4+ δ} при x=0.14), высокотемпературных сверхпроводниках (ВТСП) на основе меди и недавно открытых сверхпроводниках (Me)_xFe_{2- δ}Se₂ (T_c ~ 30K, Me=K,Rb,Cs,Tl);
- научные данные о радиационных эффектах в ферритных или мартенситных (в том числе, дисперсно-упрочненных оксидами) сталях.

Содержание основных работ:

- 1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
- 2. Нейтронографическое изучение особенностей кристаллической и магнитной структур электродных материалов на основе металлофосфатов лития, полупроводниковых соединений типа A²B⁶, легированных 3d-ионами, радиационно-аморфизованных сплавов Nd₂Fe₁₄B и Er₂Fe₁₄B, соединений Tb_xEr_{1-x}Ni₅, редкоземельных интерметаллидов R₅Pd₂, сверхпроводящих пниктидов и халькогенидов переходных металлов на основе железа, ферритных или мартенситных (в том числе, дисперсно-упрочненных оксидами) сталях.
- 3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
- 4. Выполнение мероприятий по развитию УСУ.

- 5. Выполнение работ по обеспечению исследований и оказанию услуг сторонним организациям на УСУ.
- 6. Обработка полученных результатов.
- 7. Подготовка публикации результатов.

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

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

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на третьем этапе работ «Проведение исследований облучённых образцов. Модернизация УСУ» запланированы:

- Проведение исследований физических свойств облучённых быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ в рамках реализации мероприятий ФЦП.
- 2. Частичная модернизация вспомогательного оборудования УСУ.

По результатам проведенных научных исследований в 2012 году на 3-м этапе на 3-м этапе ГК № 16.518.11.7032 опубликовано 5 статей и подготовлено 12 докладов на конференциях.

1 Проведение исследований физических свойств облучённых быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ в рамках реализации мероприятий ФЦП

В последние годы в мире широкое развитие получили фундаментальные и прикладные исследования, посвященные изучению нового класса веществ – так называемых наноматериалов. В отличие от традиционных кристаллических материалов (металлов, сплавов, соединений) основой строения наноматериалов является не совершенная кристаллическая решетка, а усложненная (как правило, искусственно с помощью различных технологических приемов) кристаллическая структура, в которой созданы ультрамелкие образования, существенно изменяющие свойства исходного материала. Поэтому знание тонких особенностей структурного состояния наноматериалов играет ключевую роль в выяснении физических механизмов формирования их экстремальных свойств (магнитных, электронных, каталитических, сорбционных, механических и других).

В ИФМ УрО РАН на базе исследовательского атомного реактора ИВВ-2 методами рассеяния тепловых нейтронов, радиационного разупорядочения и общефизическими методами проводят наноматериалов различного состава и широкие исследования основных направлениях: кристаллическая и электронная назначения В следующих структуры, магнитное состояние, атомно-структурные превращения в конденсированных средах при интенсивных радиационных, термических и деформационных воздействиях. ИФМ УрО РАН ведёт исследования с использованием пучков быстрых и тепловых нейтронов исследовательского водо-водяного атомного реактора ИВВ-2М, который является единственным в России, на котором нейтронографическими методами исследуются высокорадиоактивные материалы, в том числе, функциональные, для использования в промышленности. Кроме того, это единственный в Урало-Сибирском регионе нейтронный центр, где проводятся основные нейтронные исследования в области физики конденсированного состояния.

1.1 Эволюция физико-химических и функциональных свойств перспективных электродных материалов на основе металлофосфатов лития, стимулированной легированием и структурным разупорядочением

Легированные ванадием образцы LiMnPO₄ были синтезированы методом твердофазных реакций. Ритвелдовский совместный анализ данных нейтронных и рентгеновских дифракционных исследований позволил установить, что все ионы ванадия локализуются в тех же позициях, что и ионы фосфора. Установлено, что магнитная структура

LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ такая же, как у недопированного антиферромагнитного LiMnPO₄ (T_N =34.5 K) (рис. 1). Для изучения особенностей магнитного упорядочения в LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ были выполнены магнитные измерения [1]. Необратимость намагниченности (т.е. разница намагниченностей, измеренных в одном и том же магнитном поле в случае охлаждения образца в нулевом магнитном поле (zfc) и в поле, равном измерительному (fc)) была обнаружена в магнитных полях менее ~2 kOe (рис. 2). Показано, что возрастание величины приложенного магнитного поля приводит к уменьшению разницы между намагниченностями при zfc и fc измерениях. Эти эффекты объясняются движением доменных стенок и переходом системы в монодоменное состояние. Обнаруженая аномалия на полевой зависимости намагниченности обусловлена, по-видимому, спин-флоп переходом, наблюдаемым при ~40 kOe. Путем анализа произведения χ^*T было обнаружено возникновение магнитных неоднородностей в парамагнитной фазе LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄. Сделан вывод о том, что наблюдаемые изменения в поведении χ^*T отражают конкуренцию между ферро- и антиферромагнитными корреляциями при температурах слегка превышающих T_N .



Рис.1 Фрагмент картины нейтронной дифракции ($\lambda = 2.432$ A) при 13 К для образца LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄. Сплошные линии – расчет (1 – магнитная интенсивность, 2 – ядерная интенсивность, 3 – суммарная интенсивность). Для наглядности кривые 1 и 2 произвольно смещены по вертикали относительно кривой 3. Точки – эксперимент, вертикальные штрихи – положения брэгговских рефлексов (ядерных – верхние штрихи и магнитных рефлексов – нижние штрихи), нижняя ломаная линия – разность (эксперимент минус расчет).



Рис.2. Магнитные свойства LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄: (a) – температурные зависимости намагниченности, измеренные в различных магнитных полях при охлаждении образца в нулевом поле (zfc) и магнитном поле, равном полю измерения (fc); $T_{\rm div}$ – температура расхождения кривых, измеренных при (zfc) и (fc); $T_{\rm N}$ – температура Нееля; (b) – восприимчивость ($\chi = M^{\rm fc}/H$), измеренная при 10 К после охлаждения в различных магнитных полях; (c) – кривая намагниченности при 2 К, на вставке показана петля гистерезиса в крупном масштабе.

1.2 Неоднородные деформации решетки в кристалле Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se

В последнее время существенно возрос интерес к исследованиям легированных полупроводниковых соединений $Zn_{1-x}Me_xSe$, которые относятся к широкому классу веществ A^2B^6 . Главным образом, он связан с идеей создания электронных приборов со спиновой поляризацией тока. В этом плане нами прежде всего были исследованы соединения, в которых в качестве примесных использовались 3d-элементы [2-8] $Me^{2+} = Ni$, Cr, V, Fe, Mn, Co.

Методом дифракции тепловых нейтронов было установлено, что в широкой температурной области в первых четырех элементах этой группы имеют место два типа локальных ян-теллеровских искажений кубической кристаллической решетки: 1 – нанодеформации тригонального типа, обусловленные ионами Ni , V; 2 – искажения тетрагонального типа, индуцированные ионами Cr и Fe. Было установлено также, что элементы Mn^{2+} и Co^{2+} не относятся к классу ян-теллеровских ионов. Для того чтобы получить более полное представление о влиянии 3d- элементов на локальную структуру массивных кристаллов ZnSe в настоящей работе [9] в качестве легирующего элемента

использовался ион Cd $^{2+}$, не относящийся к системе 3d- элементов, но линейный размер которого существенно превышает габариты ионов Ni , Cr , V , Fe , Mn, Co.

Прежде чем представить результаты исследований тонкой структуры кристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$, отметим здесь информацию, касающуюся его фазового состава. В данной работе методом дифракции тепловых нейтронов была тщательно исследована реальная структура данного соединения при 300К и 78К. В самом деле, хорошо известно, что нейтроны существенно глубже относительно рентгеновских лучей проникают в глубь кристалла и несут тем самым информацию о структурном состоянии соединений в объеме массивных образцов. Именно таким образом удалось надежно установить отсутствие в $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$ посторонних фаз. Итак, наш кристалл во всем объеме соответствует структуре сфалерита с гранецентрированной кубической решеткой.

Отметим также, что конкретная величина состава в интервале достаточно низких уровней легирования, как мы установили ранее [4], не влияет на решение основного вопроса, поставленного в настоящей работе.

Представим вначале конкретные величины ионных радиусов ян-теллеровских 3dэлементов и непереходного элемента двухвалентного кадмия. Эти величины указаны в таблице 1.

Таблица 1. Ионные радиусы элементов.

Элемент	Ni ²⁺	Fe ²⁺	V^{2+}	Cr^{2+}	Cd^{2+}
Радиус, А [9]	0.79	0,80	0.81	0.83	0.99

Как видно из таблицы, ионный радиус Cd²⁺ существенно превышает соответствующие габариты 3d – элементов. Логично в этой связи предположить, что ионы кадмия должны деформировать кубическую кристаллическую решетку соединения ZnSe. Выявление отличительных особенностей этих деформаций от изученных нами ранее типах локальных искажений ГЦК решетки ZnSe, легированных ян-теллеровскими 3d – ионами, и составляет основную цель данной работы.

Напомним последовательность определения типа локальных наноразмерных деформаций в кристаллах данного класса. Прежде всего, необходимо выделить на дифракционной картине эффекты диффузного рассеяния при 300К, обусловленные легированием кристалла ZnSe ионами двухвалентного кадмия. Отметим здесь, что предполагаемые эффекты диффузного рассеяния нейтронов должны наблюдаться на картинах нейтронного рассеяния в окрестности всех узлов обратной решетки кристалла Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se. Далее требуется определить характерные размеры структурных неоднородностей вдоль симметричных кристаллографических направлений. Затем сопоставить эти величины с ранее известными

значениями в кристаллах ZnSe легированных ян-теллеровскими 3d-ионами и уже после этого установить влияние легирующего элемента Cd²⁺ на локальные деформации исходной кубической решетки.

Из общих соображений логично предположить, что смещения ионов в кристаллической решетке относительно Cd²⁺ могут осуществляться как вдоль, так и поперек радиального направления. Или, другими словами, смещения ионов вблизи примесного центра могут иметь продольную ($\mathbf{u}_{//}$) и поперечную (\mathbf{u}_{\perp}) компоненту. В нашем эксперименте хорошее угловое разрешение удалось обеспечить только для корректного выделения на дифракционной картине эффектов диффузного рассеяния, обусловленных \mathbf{u}_{\perp} . Именно эти эффекты рассеяния будем обозначать на наших рисунках сплошными кривыми. На картинах рассеяния будем выделять два физических параметра – полуширину Δq_{obs} и высоту *h* диффузного максимума. Величины наблюдаемой Δq_{obs} и инструментальной Δq_{inst} полуширин позволяют получить истинную полуширину $\Delta q = (\Delta q_{obs}^2 - \Delta q_{inst}^2)^{1/2}$, связанную со средним размером структурной неоднородности соотношением $L = 2\pi / \Delta q$.

Высота диффузного максимума пропорциональна квадрату средней амплитуды смещений ионов в пределах одной неоднородности и общему числу неоднородных образований в кристалле [8].

Перейдем теперь к обсуждению экспериментальной ситуации в кристалле Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se. Наиболее характерные картины нейтронной дифракции наблюдаются на плоскости (001) обратной решетки данного кристалла.



Рис. 3 Картина обратной решетки ГЦК монокристалла на плоскости (001)

На рис.3 представлено взаимное расположение узлов обратной решетки при данной ориентации кристалла. На рис.4а, 4b приведены соответственно дифракционные картины измеренные между узлами (040) - (400) и (200) – (400). Как мы уже отмечали выше, эти

нейтронограммы включают в себя только брэгговские рефлексы гранецентрированной кубической решетки. Эти брэгговские рефлексы имеют гауссову форму с малой полушириной в пространстве переданного импульса $\Delta q_{inst} = 0.009 \text{ A}^{-1}$. Хорошее инструментальное разрешение в измеренном диапазоне волновых векторов определяется относительно малой величиной разориентации блоков мозаики в исследуемом кристалле (около 10 минут).



Рис.4 Картины нейтронной дифракции монокристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$, измеренные при 300К вдоль направления <2 –1 0> (а) и <100> (b).

Перейдем теперь к обсуждению тонких дифракционных эффектов, а именно эффектов диффузного рассеяния нейтронов. Эти результаты представлены на рис.5 и 6. На рис.5 темными кружками представлена картина рассеяния, измеренная при 300К в окрестности узла (220) вдоль кристаллографического направления <110> . Основание брэгговского рефлекса на этом рисунке показано пунктирными линиями. Диффузный максимум, обозначенный на рисунке сплошной кривой, получен вычитанием инструментальной интенсивности брэгговского пика из экспериментально зарегистрированной интенсивности рассеяния. Погрешность профильного анализа дифракционной картины на рис.5 не превышает 2%. Отметим, что на картине рассеяния нелегированного кристалла ZnSe диффузный максимум отсутствует [3]. Из величины полуширины диффузного максимума

находим средний размер искаженной нанообласти вдоль направления <110>. Он составляет 5.5nm. На рис.6 сплошной кривой приведена картина диффузного рассеяния, измеренная около узла (400) обратной решетки кристалла вдоль направления <010>. Размер искаженной микрообласти в пределах погрешности эксперимента также составляет 5.5nm.



Рис.5 Картины нейтронной дифракции монокристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$ около узла обратной решетки (220) вдоль кристаллографического направления <1 -1 0>, измеренные при 300К (•) и 78К (х).

Рис.6 Картины нейтронной дифракции монокристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$ около узла обратной решетки (400) вдоль кристаллографического направления <010>, измеренные при 300К (•) и 78К (х).

Это означает, что локальные деформации кристаллической решетки кристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$ на плоскости обратной решетки (001) являются изотропными. Этот факт, по нашему мнению, является принципиальным, поскольку нанодеформации кристалла ZnSe легированного 3d – элементами являются в данной плоскости обратной решетки анизотропными [2-6]. Представляют также большой интерес температурные зависимости эффектов диффузного рассеяния в исследуемом в данной работе кристалле. На рис.5 и 6

косыми крестиками указаны результаты измерений при температуре 78К. Как видно из этих рисунков, эффекты диффузного рассеяния нейтронов в пределах погрешности нашего эксперимента не зависят от температуры. Напомним здесь, что в случае легирования кристалла ZnSe элементами *Ni*, *V*, *Cr*, *Fe* эффекты диффузного рассеяния по мере понижения температуры становятся более компактными в пространстве переданного импульса, то есть размеры деформированных микрообластей в соединениях данного класса существенно возрастают в области низких температур [2-6].

Таким образом, эффекты диффузного рассеяния тепловых нейтронов в соединении цинкселен, легированном ионами кадмия с большим линейным размером и ионами Ni^{2+} , V^{2+} , Cr^{2+} , Fe^{2+} , существенно отличаются.

Впервые в данной работе методом дифракции тепловых нейтронов получены сведения о структурном состоянии полупроводникового кристалла $Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se$. Обнаружено, что структурное состояние данного кристалла является пространственно неоднородным. При этом средний размер структурной неоднородности составляет 5.5nm, то есть существенно превышает величину постоянной решетки селенида цинка.

Основным результатом данной работы следует считать установление топологических особенностей наноразмерных образований в исследованном соединении. Показано, что локально деформированные микрообласти имеют сферически симметричную форму, геометрические размеры которой сохраняются в интервале 78К -300К.

Результаты эксперимента обсуждаются совместно с ранее полученной информацией на соединениях цинк-селен легированных 3d-элементами – Ni^{2+} , V^{2+} , Cr^{2+} , Fe^{2+} .

1.3 Структурное и магнитное состояние радиационно-аморфизованных сплавов Nd₂Fe₁₄B и Er₂Fe₁₄B

Постоянные магниты, производимые из сплавов системы Nd-Fe-B с обогащенным на 5-10% содержанием Nd относительно стехиометрии фазы Nd₂Fe₁₄B обладают рекордными величинами максимального энергетического произведения ((BH)_{max}> 50 MГсЭ [10,11]). Такие значения (BH)_{max} достигается благодаря высокой одноосной магнитно-кристаллической анизотропии и относительно большой величине намагниченности микрозерен фазы Nd₂Fe₁₄B. В тоже же время, удельная намагниченность материала этих магнитов [12], пока значительно уступает таковой для металлического железа. Если учесть, что ион неодима имеет магнитный момент сравнимый с моментом атома железа, но ионный радиус неодима почти в три раза больше радиуса железа, а кроме того, атомы бора немагнитные, то следует ожидать, что намагниченность единицы объема фазы Nd₂Fe₁₄B почти на 30% меньше чем у железа. Одна из идей увеличения намагниченности материала постоянных магнитов на основе сплавов Nd-Fe-B заключается в создании композитного материала, состоящего из

нанозерен обменносвязанных магнитотвердой (высокоанизотропной) и магнитомягкой (с спонтанной фаз [12]. В большой намагниченностью) настоящее время такие наноструктурированные обменносвязанные сплавы в товарных количествах получают только методом быстрой закалки. Однако, они имеют существенный недостаток [13] - изотропное распределение осей легкого намагничивания нанозернен фазы Nd₂Fe₁₄B, что приводит в итоге к низкой величине остаточной индукции (B_r) магнитов на их основе (B_r \leq B_y/2). В [14] была предпринята попытка получения анизотропного порошка из БЗС путем выделения из него дроблением областей (частиц порошка) с наличием в них текстуры нанозерен фазы Nd₂Fe₁₄B. Однако степень их текстуры в сформированных таким способом порошковых ансамблях была невысокой.

Представляется, что более высокую степень текстуры можно реализовать путем получения материала Nd-Fe-B первоначально в полностью аморфном состоянии и последующей его обработкой посредством специальных физических воздействий, вызывающих однонаправленный когерентный рост нанозерен фазы Nd₂Fe₁₄B. В этой связи, актуальным является поиск новых способов аморфизации таких сплавов, изучение возникшего структурного состояния и исследование их магнитных свойств.

Согласно рентгенографическим данным [15, 16, 17] аморфное состояние материалов на основе Nd-Fe-B можно получить быстрой закалкой их расплава, интенсивной пластической деформацией кручением массивных образцов, облучением потоком электронов и т.д. Возможно, что аморфное состояние в сплаве Nd-Fe-B авторам [15, 16, 17] действительно удалось реализовать, но следует отметить, что рентгенографические измерения дают информацию о структуре лишь поверхностного слоя из-за слабой проницаемости рентгеновских лучей вглубь частиц фазы Nd₂Fe₁₄B. Более надежные данные о наличии аморфного состояния в исследуемом образце могут быть получены из нейтронографических исследований.

В настоящей работе [18] аморфное состояние БЗС $Nd_{12}Fe_{82}B_6$ и $Er_{12}Fe_{82}B_6$ реализовано с помощью облучения быстрыми нейтронами. Присутствующие в БЗС фазы $Nd_2Fe_{14}B$ и $Er_2Fe_{14}B$ различаются типами магнитного порядка: первый интерметаллид – ферромагнетик, тогда как во втором интерметаллиде реализуется ферримагнитное упорядочение магнитных моментов ионов эрбия и железа. Поэтому, изучая данные сплавы можно выяснить влияние аморфизации на магнитные свойства материалов R-Fe-B в зависимости от типа магнитного порядка.

Слитки сплавов R₁₂Fe₈₂B₆ (R=Nd, Er) были получены индукционной плавкой соответствующих компонент в тиглях из плавленого кварца под защитой газовой среды (высокочистый аргон) в количестве 50 г. Затем сплав подвергался процедуре спинингования в установке для получения быстрозакаленных сплавов.

Рис.7 Схема установки для получения быстрозакаленных сплавов

Куски кристаллического сплава массой, около 20 г помещаются в тигель с соплом, диаметр отверстия которого 0.8 мм. В нижней части тигля расположен нагреватель, позволяющий расплавлять сплав и перегревать его на 573 К выше температуры плавления (около 1473 К). Контроль температуры (с точностью не хуже $\pm 1.0\%$) расплава осуществляется с помощью вольфрам-рениевой термопары. Расплав выдавливается на внутреннюю поверхность барабана, вращающуюся с линейной скоростью закалочной поверхности (V_s) до 40 м/сек. Весь металлургический процесс проводится в защитной атмосфере аргона.

БЗС $R_{12}Fe_{82}B_6$ (где R=Nd, Er) были получены при $V_s = 20$ м/сек и по внешнему виду представляли собой куски (флейксы) металлической ленты толщиной 30-50 мкм, шириной 2-5 мм и длиной до 4 см. Последние были размолоты в порошок для проведения магнитных и нейтронографических измерений.

Для достижения аморфного состояния порошки БЗС $R_{12}Fe_{82}B_6$ облучали флюенсом быстрых ($E_{eff} \ge 1$ МэВ) нейтронов $1.2 \cdot 10^{20}$ н/см² при температурах не выше 340 К в герметичных алюминиевых ампулах в водной полости реактора ИВВ-2М (Заречный, Россия).

Магнитные измерения выполнены на вибромагнитометре в интервале температур (5 – 300) К, в полях до 2 Тл. Погрешность в определении величин намагниченности ± 1.5%, а температуры не хуже ± 1 К.

Нейтронографические исследования структурного состояния БЗС до и после облучения нейтронами были проведены при комнатной (295 К) температуре на дифрактометре Д-2, смонтированном на одном из горизонтальных каналов реактора ИВВ-2М. Длина волны падающих нейтронов (λ) была равна 1.803·10⁻¹ нм. Зависимости интенсивности малоуглового рассеяния нейтронов от переданного импульса были получены с помощью дифрактометра поляризованных нейтронов Д-6 (реактор ИВВ-2М). Средняя длина волны нейтронов составляла 4.8·10⁻¹ нм, разрешение - $\Delta\lambda/\lambda=30\%$. Расчет нейтронограмм выполнен с помощью программного пакета Fullprof.

Методом спиннингования расплава получены БЗС Nd₁₂Fe₈₂B₆ и Er₁₂Fe₈₂B₆. С помощью измерений намагниченности и дифракции нейтронов изучены структурное и магнитное состояния этих сплавов до и после облучения быстрыми нейтронами. До облучения БЗС Nd₁₂Fe₈₂B₆ и Er₁₂Fe₈₂B₆ имели, главным образом, кристаллическую фазу со структурой типа $Nd_2Fe_{14}B$ (пространственная группа группа $P4_2/mnm$). Определенные нами значения структурных и магнитных параметров для этих БЗС близки к приведенным в литературе для сплавов, полученных традиционным методом. Из расчета зависимостей сечения рассеяния нейтронов от переданного импульса в приближении модели случайного распределения вещества однородной плотности получено, что частицы БЗС Nd₁₂Fe₈₂B₆ имеют два характерных размера: малые частицы с размером $l_1 = 40 \cdot 10^{-1}$ нм и большие частицы с размером $l_2 = 100 \cdot 10^{-1}$ нм. В БЗС $Er_{12}Fe_{82}B_6$ также имеются большие частицы $l = 110 \cdot 10^{-1}$ нм, и, по-видимому, есть частицы с полидисперсным распределением по размерам. Облучение БЗС $Nd_{12}Fe_{82}B_6$ и $Er_{12}Fe_{82}B_6$ быстрыми нейтронами флюенсом $1.2 \cdot 10^{20}$ н/см² сопровождается переходом от кристаллического состояния к полностью аморфному состоянию. При 5 К величины намагниченности аморфных БЗС $Nd_{12}Fe_{82}B_6$ и $Er_{12}Fe_{82}B_6$, измеренные в поле 2 Тл, близки к соответствующим значениям намагниченности образцов в кристаллическом состоянии, но коэрцитивная сила уменьшается, почти, на два порядка. Аморфизация БЗС приводит к сильному понижению температуры Кюри: величина $T_{\rm C}$ в аморфном Nd₁₂Fe₈₂B ниже, чем в кристаллическом образце на 100 К. Еще более значительное (на 200 К) падение $T_{\rm C}$ наблюдается в ${\rm Er}_{12}{\rm Fe}_{82}{\rm B}_{6}$. Эффект уменьшения величины $T_{\rm C}$ при аморфизации можно объяснить наличием в облученных сплавах антиферромагнитных Fe-Fe взаимодействий.

1.4 Магнитное основное состояние монокристалла TbNi5

Интерметаллические соединения RNi₅, где R — редкоземельные ионы, показывают ряд интересных физических свойств. Например, LaNi₅, известный своей способностью поглощать водород и образовывать гидрид LaNi₅H_{6.7}, широко изучается на предмет практического использования [19]. В ряде соединений RNi₅ обнаружен сильный магнитокалорический эффект [20]. Соединение ErNi₅ имеет ферромагнитное основное состояние с метамагнитным поведением, возникающим от от частичного расщепления уровней Ег-иона в кристаллическом поле [21].

С магнитной точки зрения, ряды RNi₅ представляют возможность исследования взаимосвязи трех различных эффектов: спин-орбитальной связи, обменного взаимодействия и расщепления уровней в кристаллическом электрическом поле [22]. Характерным представителем такого ряда является TbNi₅ [23]. Это соединение интенсивно изучалось разными экспериментальными методами: магнитными [24, 25], тепловыми [26], рентгеновским [27], мюонной спектроскопией [28], ядерным магнитным резонансом [23], нейтронной дифракцией [29, 30, 31]. Результаты этих исследований находились в хорошем согласии с простой моделью ферромагнитной структуры, возникающей ниже Тр = 23 К. Необходимо подчеркнуть, что большинство этих измерений проводилось либо в сильном магнитном поле при низких температурах, либо в нулевом поле в парамагнитном состоянии. Однако, изучение АС-восприимчивости и данных по намагниченности [32, 33], выполненных при малых магнитных полях, показали, что магнитное состояние TbNi₅ может быть более сложным, чем простая ферромагнитная структура, предполагавшаяся ранее. Было что TbNi₅ упорядочивается в геликоидальную структуру внутри предположено, антиферромагнитных доменов между 16.5 и 23 К, если приложенное магнитное поле меньше чем 0.45 кЭ. Кроме того, предполагалось, что эти домены разделены тонкими ферромагнитными доменными границами. Ниже 16.5 К или при магнитных полях выше 0.45 κЭ восстанавливается ферромагнитное состояние. Ранее дифракции методом поляризованных нейтронов на поли- и монокристаллических образцах TbNi₅ нами [34, 35] наряду с брэгговскими пиками были обнаружены магнитные сателлиты. Магнитное упорядочение в TbNi₅ было описано в виде вееро-подобной несоизмеримой структуры с волновым вектором $\mathbf{k} = 2\pi/c(0, 0, 0.019)$ для температур, лежащих в интервале между Tp = 23 К и T_f = 10 К. Ниже 10 К это соединение претерпевает другой магнитный фазовый переход из несоизмеримой в так называемую «lock-in» фазу. В упорядоченной фазе магнитные моменты иона Тb имеют две (ферромагнитную, величиной 4.9 магнетона Бора, и модулированную, величиной 8.2 магнетона Бора) взаимно ортогональные компоненты, лежащие в базисной плоскости гексагональной структуры CaCu₅-типа (пространственная группа Р 6/mmm).

Величина магнитных моментов атомов Ni найдена меньшей 0.2 магнетона Бора. Недавно [36] была предложена круговая спиральная структура с ферромагнитной компонентой момента иона Tb, направленной вдоль а-оси и модулированной компонентой в bc-плоскости. Следует заметить, что в этой новой модели результирующий полный момент иона Tb в отличие от вееро-подобной структуры не лежит в базисной плоскости. Чтобы разрешить сложившееся противоречие об основном состоянии соединения TbNi₅, были выполнены эксперименты с нейтронной дифракцией поляризованных нейтронов [37]. Были измерены температурная зависимость интенсивности и поляризации для брэгговских ферромагнитных рефлексов и сателлитов от 1.8 до 34 К монокристалла TbNi₅ как в случае рассеяния поляризованных нейтронов без переворота спина (off), так и в случае рассеяния с переворотом спина (on) (рис.8 и рис.9). Определены их полевые зависимости при температурах 2.2 и 10.8 К (рис.10).

Обнаружено, что сателлиты и брэгговский рефлекс показывают одинаковую температурную зависимость поляризации, что позволяет предположить существование в образце одной однородной магнитной фазы при данной температуре. В зависимости от температуры существует два магнитных фазовых перехода: переход второго рода из парамагнитного состояния в несоизмеримую фазу при температуре 23 К и переход первого рода из несоизмеримой фазы в «lock-in»-фазу при 10 К. Последний переход характеризуется резким изменением рассеяния без переворота спина для модулированной компоненты магнитного момента иона Тb и рассеяния с переворотом спина для брэгговских рефлексов. Отметим, что происходит резкое изменение в поляризации для ферромагнитного пика и сателлитов в температурном интервале (10 — 8) в процессе охлаждения. Возможно, что это возникает от некоторого рода магнитных неоднородностей таких как магнитные домены.

Основной результат этой работы заключается в том, что ферромагнитная и модулированная компоненты магнитного момента иона Тb являются коллинеарными друг другу и вектору поляризации нейтронов при всех температурах. Более того, интенсивность ферромагнитного пика, измеренная без переворота спина, возрастает в полях 5 — 6 кЭ прежде чем достигнет насыщения, хотя сателлиты полностью подавляются магнитным полем, большем чем 3.5 кЭ. При резком выключении поля в ферромагнитном состоянии поляризация брэгговских пиков сохраняет почти то же самое значение.

Рис.8. Температурная зависимость интенсивности (010) пика для рассеяния без переворота спина (off) и с переворотом спина (on) (a) и (b). Температурная зависимость поляризации для рефлекса (010) при охлаждении и нагревании (c).

Рис.9. Температурные зависимости интенсивностей (010)- и (010)+ сателлитов для рассеяния без переворота спина (off) и с переворотом спина (on) (a) и (b). Температурная зависимость поляризации для (010)- и (010)+ сателлитов при охлаждении и нагревании (c).

Рис.10. Ω – 2Θ сканы рефлекса (010) при различных полях слева при 2.2 К и справа при 10.8 К для рассеяния без переворота спина (off) и с переворотом спина (on).

1.5 Магнитное состояние и магнитотепловые свойства в системе редкоземельных интерметаллидов R_5Pd_2

Рентгенофазовый анализ при комнатной температуре показал, что порошковый образец соединения Tb_5Pd_2 оказывается однофазным в пределах чувствительности данного метода и кристаллизуется гранецентрированную кубическую В решётку, описываемую пространственной группой Fd-3m. Уточнения кристаллической структуры соединения Tb₅Pd₂ методом Ритвельда при помощи программного пакета FullPorf Studio показало, что хорошее описание экспериментального профиля дается моделью, опубликованной в работе [38]. Редкоземельные ионы в позиции 48f при значении координаты x=0.8125 образуют сеть идеальных октаэдров с общими вершинами, описанных вокруг позиции 16d в решётке типа пирохлора (рис.11 и рис.12). Уменьшение координаты x < 0.8125 незначительно искажает редкоземельный октаэдр. Ионы тербия занимают позицию 32е с фактором заселенности 1/2. Ионы палладия статистически перемешаны с ионам тербия в другой позиции 32е. Уточнение

факторов заселённости для ионов палладия и редкоземельных ионов показало, что стехиометрия образцов близка к 5:2 и составляет Tb_{5.13}Pd₂.

Рис. 11. Кристаллическая структура соединения Tb₅Pd₂

На рис. 13 показаны ZFC-FC кривые магнитной восприимчивости, измеренные на поликристаллическом образце Tb₅Pd₂. На кривых восприимчивости охлажденного в нулевом магнитном поле образца (ZFC-кривая) четко острый максимум при температуре T_{fl} =60.3K в полях ниже 1 kOe. В ранних исследованиях магнитных свойств соединений R₅Pd₂ считалось, что максимумы на ZFC кривых при температуре T_G связаны с установлением дальнего антиферромагнитного порядка при температуре Нееля [39]. Однако, увеличение внешнего магнитного поля приводит к уширению максимума и его сдвигу в область низких температур, что является характерным признаком систем типа спиновое стекло [40]. Также на ZFC-кривой видна небольшая аномалия вблизи температуры T_{f2} =25K, которую авторы работы [39] связывали со спин-переориентационным фазовым переходом в АФМ фазе. Все FC-кривые демонстрируют максимум при T_{f1} и становятся слабо зависимыми от

температуры при дальнейшем охлаждении ниже T_{fl}. Подобное поведение FC-кривых наблюдалось в системах однодоменных частиц с диполь-дипольным взаимодействием [41, 42] и некоторых спин-стекольных системах [43]. Из рисунка 13 видно, что ZFC и FC кривые демонстрируют существенный гистерезис выше и ниже температуры T_{fl} , что указывает на наличие необратимых процессов в магнитной подсистеме Tb₅Pd₂. Гистерезис ZFC-FC кривых обычно является характерной чертой стекольных систем [39, 44, 45] и систем однодоменных частиц [46]. Необходимо отметить, что подобный гистерезис также характерен для высокоанизотропных ферромагнетиков, соединений с конкурирующими ферро- и антиферромагнитными взаимодействиями И В некоторых поликристаллических антиферромагнетиках со случайной ориентацией кристаллитов [47-50].

Рис. 13. ZFC-FC кривые магнитной восприимчивости, измеренные на поликристаллических образцах Tb_5Pd_2

Расчёт эффективного магнитного момента μ_{eff} и постоянной Вейса θ_{CW} был сделан из линейной аппроксимация высокотемпературной части обратной восприимчивости $\chi^{-1}(T)$ при температуре *T*>250K (рис.14). Эффективный магнитный момент, рассчитанный на основании определённой при аппроксимации постоянной Кюри *C*, составил $\mu_{eff}^{Tb} = 10.5 \mu_B$. Данное значения превышают теоретические значения для свободных Tb^{3+} иона $\mu_{eff}^{Tb^{3+}} = 9.7 \mu_B$ Положительная константа Вейса θ_{CW} =80.9K говорит о наличие конкурирующих ферро- и антиферромагнитных взаимодействий в магнитной подсистеме Tb₅Pd₂.

Рис. 14. Магнитная восприимчивость измеренная на поликристаллическом образце Tb₅Pd₂ в поле 1 kOe в широком интервале температур.

Таким образом, данные измерений температурных зависимостей DC-восприимчивости говорят о реализации сложного неравновесного магнитного состояния в системе с конкурирующими ФМ и АФМ обменными взаимодействиями. Фрустрация обменных связей приводит к возникновению корреляций ближнего магнитного порядка, сохраняющихся вплоть до комнатной температуры.

1.6 Электронные свойства Fe- и Cu-содержащих высокотемпературных сверхпроводников и других сверхпроводящих систем с аномальным типом спаривания

структурного электросопротивления Проведено исследование состояния, $\rho(T),$ коэффициента Холла $R_{\rm H}(T)$, температуры сверхпроводящего перехода $T_{\rm c}$ и наклона второго критического поля $-dH_{c2}/dT$ поликристаллических образцов соединения с нецентросимметричной структурой Мо₃Al₂C, облученных быстрыми нейтронами флюенсами $\Phi = 2, 4, 10$ и 25*10¹⁹ см⁻² и отожженных в интервале температур 100 – 900°С.

Рентгенографические исследования показали (рис. 15), что облучение приводит к быстрому уменьшению интенсивностей основных структурных рефлексов (аморфизации), практически полностью исчезающих при облучении флюенсом $\Phi = 25*10^{19}$ см⁻². Согласно величине $\rho(T) \approx 150$ мкОм*см и ее слабой температурной зависимости, исходные образцы являются сильно разупорядоченными, что согласуется с незначительным (порядка 10-15%) увеличением ρ при облучении. Также относительно небольшими оказываются изменения

зонных параметров: концентрации носителей заряда (характеризуемой величиной $R_{\rm H}$) и плотности электронных состояний на уровне Ферми ($-dH_{c2}/dT$). Тем не менее, облучение приводит к значительному уменьшению $T_{\rm c}$ (с 9.5 К в исходном состоянии до 2.8 К после облучения флюенсом $\Phi = 25*10^{19}$ см⁻²), что является совершенно неожиданным для сверхпроводников с электрон-фононным взаимодействием.

Действительно, согласно известной теореме Андерсона, процессы немагнитного рассеяния (связанные с немагнитными примесями или радиационными дефектами) приводят лишь к эффективному усреднению сверхпроводящей щелевой функции, так что в однозонном сверхпроводнике со щелью, имеющей симметрию *s*-типа, *T*_c не меняется при разупорядочении.

Рис. 15. Интенсивности двух первых рефлексов в исходном и облученных флюенсами 4 и $10*10^{19}$ см⁻² поликристаллических образцах Mo₃Al₂C.

Теорема Андерсона справедлива для относительно малого беспорядка, при котором еще не происходят значительные изменения зонной структуры, приводящие, например, к значительным изменениям плотности электронных состояний вследствие «размытия» тонкой структуры электронного спектра (как, например, в облученных соединениях типа A-15) или эффектам, связанным с электронной локализацией. Кроме того, в многозонных сверхпроводниках в случаях несовпадающих по величине щелей на разных листах поверхности Ферми, с симметрий щели, отличной от *s*-типа, эффекты усреднения сверхпроводящей щелевой функции также могут приводить к уменьшению *T*_c, однако эти эффекты существенны также при относительно малом беспорядке, когда длина свободного пробега электрона больше сверхпроводящей длины когерентности. В нашем случае сильно разупорядоченного состояния исходных образцов Мо₃Al₂C все эти эффекты должны быть

несущественными. Относительно небольшая величина $\rho \approx 200$ мкОм*см показывает, что эффекты локализации здесь также несущественны.

При высокотемпературном отжиге исходные параметры облученных образцов практически полностью восстанавливаются при $T_{ann} \ge 650^{\circ}$ С (Рис. 16). Однако основные изменения T_c происходят в узком интервале температур 530-570°С, связанным, вероятно, с обратным переходом из аморфного в кристаллическое состояние. В этой области температур величина потери дальнего кристаллического порядка также не показывает существенных корреляций с величинами ρ и –d H_{c2} /dT.

Рис. 16. Температура сверхпроводящего перехода T_c , электросопротивление ρ и наклон второго критического поля $-dH_{c2}/dT$ поликристаллических образцов Mo₃Al₂C, облученных быстрыми нейтронами как функция температуры отжига T_{ann} . Цифрами обозначен флюенс Φ в единицах 10^{19} см⁻².

Для сверхпроводников с электрон-фононным взаимодействием нет видимых причин существенных изменений *T*_c при переходе из кристаллического в аморфное состояние, так

как ни константа электрон-фононной связи, ни величина средних фононных частот, как показывают многочисленные экспериментальные данные и численные расчеты, не претерпевают существенных изменений при таком переходе.

модели обычной сверхпроводимости (с электрон-фононным Итак. в рамках взаимодействием в качестве источника куперовского спаривания) не удается понять разупорядочения В Mo_3Al_2C . наблюдаемые эффекты Возможно, именно нецентросимметричная структура является первопричиной необычной сверхпроводимости в этом соединении, тогда потеря дальнего кристаллического порядка приводит к уменьшению $T_{\rm c}$. Хотя в этом случае можно было бы ожидать полного подавления сверхпроводимости, но некоторая компонента с электрон-фононным взаимодействием здесь также может присутствовать.

1.7 Радиационные эффекты в аустенитной реакторной стали ЧС68 х.д.

Исследованы образцы оболочечной аустенитной стали ЧС68 х.д. двух партий:

- партия 609, оболочка ТВЭЛ производства ОАО "Машиностроительный завод (МСЗ)";
- партия 738, оболочка ТВЭЛ производства «Первоуральский новотрубный завод (ПНТЗ)».

Химические составы сталей даны в Таблице 1.

Таблица 1. Химический состав трубных заготовок из стали ЧС-68 х.д.

	Результаты контроля		
Параметр			
	ПНТЗ	MC3	
	Партия 738	Партия 609	
Химический состав, % вес			
- углерод	0,06	0,06	
- марганец	1,50	1,36	
- кремний	0,50	0,49	
- cepa	0,003	0,007	
- фосфор	0,012	0,009	
- хром	16,3	16,20	
- никель	14,4	14,91	
- молибден	2,20	2,35	
- титан	0,28	0,36	
- ванадий	0,10	0,20	
- алюминий	0,02	0,04	
- бор	0,003	0,003	
- азот	0,014	0,008	
- кобальт	0,010	0,01	

Для исследования исходного структурного состояния сталей из длинной трубки были вырезаны 2 образца партии 609 (N1 и N2) разнесенных по длине, и один образец партии 738 (N3). ТВЭЛы с оболочками из этих партий сталей эксплуатировали в реакторе БН-600 в

составе ТВС № 18 17 4565 02 в течение 558,4 эффективных суток. Для исследования структурного состояния облучённой стали партии 738 из оболочки ТВЭЛа были вырезаны также 2 образца длиной 30 мм: один № 660801 из нижней части, другой № 660416 из центральной части. Это позволило выявить влияние температуры облучения Т_{эксп} и плотности потока нейтронов Ф на физико-механические свойства стали. Параметры облучения:

- образец № 660801 Т_{эксп}=370 °С, Ф=3 сна (смещений на атом);
- образец № 660416 Т_{эксп}=525 °С, Ф=76 сна

Исходное состояние

В таблице 2 приведены результаты нейтронографического анализа исходного (до облучения) состояния обеих сталей.

Таблица 2. Параметр решетки *а*, величины микродеформаций вдоль кристаллографиических направлений $\Delta d/d$ и размер областей когерентного рассеяния *L*.

	N1 (609)	N2 (609)	N3(738)
<i>a</i> , A	3.59795(8)	3.59835(8)	3.58934(26)
$\Delta d/d*10^{-4}$ (hkl)			
111	10.8	11.1	9.84
200	22.3	24.3	29.52
220	13.6	14.4	14.76
311	19.2	20.7	24.15
222	10.8	11.1	9.84
400	22.3	24.3	29.52
$<\Delta d/d*10^{-4}>$	16.5(4)	17.7(5)	19.6(9)
L(OKP), A	>10000	>10000	637(8)

Из таблицы видно, что максимальные микродеформации возникают в направлениях типа (200), средние в (220) и минимальные в (111). Для вычисления соответствующих микронапряжений необходимо знать величины модулей упругости Юнга в этих направлениях для исследованных сталей. Для анализа напряжений использовали данные работы [51], в которой были выполнены измерения анизотропии модуля упругости в аустенитной стали AISI308. Необходимо отметить, что все образцы подверглись деформации прокатки, т.е. находятся в напряжению состоянии. Для сравнения с литературными данными запишем выражение напряжения через микродеформации: $\sigma = E_i^* \Delta d_i/d_i$. Здесь σ - среднее напряжение, E_i - модуль Юнга вдоль определенного направления, $\Delta d_i/d_i$ - микродеформация вдоль данного направления. Результаты сравнения представлены в таблице 3.

Таблица 3. Отношение величины микродеформации вдоль направления (111) к направлениям (100) и (110) в исследованных образцах и рассчитанное с использованием литературных величин модулей Юнга.

	111/100	111/110
Образец №1	0,48	0,77
<u>№</u> 2	0,49	0,79
<u>№</u> 3	0,33	0,67
Литература*	0,36	0,69

* Модули Юнга вдоль <100>, <110> и <111> направлений равны, соответственно, 102, 196 и 285 ГПа [1].

Как видно, качественно результаты согласуются с литературными. Отклонения не так велики и, возможно, одной из причин является другой состав сталей, т.к. экспериментальные значения близки друг к другу.

Облучение в реакторе в течение 558.4 суток

В таблице 4 приведены результаты нейтронографического анализа состояния стали

738, облучённой разными флюенсами быстрых нейтронов при разных температурах.

Таблица 4. Параметр решетки *а*, величины микродеформаций вдоль кристаллографи-ческих направлений $\Delta d/d$ и размер областей когерентного рассеяния *L*.

Образец стали	Ф=0	Ф=3 сна (Т=370 °С)	Ф=76 сна (Т=525 °С)
738			
<i>a</i> , A	3.58934(26)	3.59017(20)	3.58763(25)
$\Delta d/d*10^{-4}$ (hkl)			
111	9.15	12.81	9.84
200	27.45	38.43	29.52
220	13.72	19.21	14.76
311	22.46	31.44	24.15
222	9.15	12.81	9.84
400	27.45	38.43	29.52
$<\Delta d/d*10^{-4}>$	18.2(6)	25.5(9)	19.6(9)
<i>L</i> (ОКР), А	637(8)	514(11)	408(12)

Анализ данных Таблицы 4 показывает, что основные изменения в распределении микронапряжений в объеме материала и их величин происходят после облучения при 370 °C. Используя результаты работы [52] и считая, что величины модуля Юнга не меняются после облучения, были определены микронапряжения вдоль основных кристаллографических направлений в решетке после внутриреакторного воздействия (Таблица 5).

Таблица 5. Величины микронапряжений в облученных образцах.

Образец стали 738	Ф=0	Ф=3 сна (Т=370 °С)	Ф=76 сна (Т=525 °С)
σ, ΓΠa (hkl)			
111	0.26	0.37	0.28
200	0.28	0.39	0.30
220	0.27	0.38	0.29

Максимальное напряжение наблюдается при 3 сна, что несколько неожиданно. В тоже время, хорошо известно, что уровень радиационных повреждений зависит от нескольких параметров, таких как плотность потока бомбардирующих частиц, их энергии и температуры облучения. Предполагая, что энергия нейтронов одинакова и учитывая большую примерно в 25 раз плотность потока нейтронов при наборе флюенса в 76 сна, можно сделать вывод о наибольшем влиянии на конечное состояние материала температуры облучения.

Таким образом, в ходе изучения радиационных эффектов в аустенитной реакторной стали ЧС68 х.д. получены следующие результаты:

- Разработан метод получения сведений об анизотропных микронапряжениях в материалах из данных по рассеянию тепловых нейтронов.
- Выявлено наличие большой степени текстурованности исходных оболочек ТВЭЛов.
- Установлено падение уровня текстурованности при облучении быстрыми ней-тронами при достаточно высоких температурах из-за процессов перекристаллизации.
- Определена анизотропия микронапряжений и ее изменение в оболочках ТВЭЛов в процессе эксплуатации реактора.
- Выявлено определяющее влияние температуры облучения на структурное состояние оболочек ТВЭЛов.

1.8 Спин-переориентационный фазовый переход в соединении Er₂Fe₁₇N_{2.18}

За отчетный период завершена работа [53] по изучению фазового перехода спиновой переориентации в соединении Er₂Fe₁₇N_{2.18}. На основе полученных нами ранее экспериментальных дана теоретическая интерпретация перехода спиновой переориентации и определены численные значения и температурные зависимости первых констант магнитной анизотропии подрешеток атомов Er и Fe. Определены направления намагниченности подрешеток относительно кристаллографических осей. Рассчитана температурная зависимость интенсивности магнитного нейтронного рефлекса, характеризующего спин-переориентационный переход (СПП) по экспериментальным данным нейтрон-дифракционных измерений. Проведено сравнение результатов расчета с экспериментом. Определены численные значения величин обменных взаимодействий,

которые необходимы для расчета температурных зависимостей намагниченности подрешеток и первых констант анизотропии в подрешетках железа и эрбия соединения Er₂Fe₁₇N_{2.18}. Дано доказательство того, что СПП в этом соединении происходит путем двух фазовых переходов второго рода. Рассчитана температурная зависимость углов между направлениями спинов и осями кристалла, полученная в точной и приближенной моделях этого перехода. Уточнены численные значения параметров характеризующих СПП. Показано, что одновременное использование метода теории молекулярного поля и модельных представлений о СПП позволило обойтись без использования подгоночных параметров, всю необходимую для расчетов информацию можно получить из экспериментальных данных.

1.9 Исследования влияния гидрирования на структуру и магнитные свойства соединений ErFe₂H_{3.1} и ErFe₂D_{3.1}

В настоящей работе [54] при помощи нейтронографических и магнитных измерений было проведено исследование влияния гидрирования (дейтерирования) на кристаллическую структуру и магнитные свойства $ErFe_2H_{3.1}$ и $ErFe_2D_{3.1}$. Нейтронографическое исследование было проведено в широком температурном интервале в режиме охлаждения образца от 450 К до 12 К и обратном нагреве до 450 К на высокоразрешающем порошковом дифрактометре с длиной волны 1.834 ангстрем. Температурные зависимости намагниченности были сняты в ZFC и FC режимах на порошковых образцах во внешнем магнитном поле величиной 200 Ое (MPMS, Quantum Design magnetic properties measurement system).

Было установлено, что гидрид $ErFe_2H_{3.1}$ и дейтерид $ErFe_2D_{3.1}$ в температурном интервале 400 K < $T \le 450$ K являются однофазными и обладают кубической структурой, описываемой в модели с пространственной группой *F23*. Данная пространственная группа является более низкосимметричной по сравнению с пространственной группой *Fd3m*, использованной ранее для описания кристаллической структуры гидридов фаз Лавеса [55, 56]. Было показано что, понижение симметрии в гидриде $ErFe_2H_{3.1}$ и дейтериде $ErFe_2D_{3.1}$ происходит из-за искажений междоузлий типа A_2B_2 , занятых атомами дейтерия.

Так как нейтронограммы гидрида $ErFe_2H_{3.1}$ имели большой фон от некогерентного рассеяния водорода дальнейший анализ данных при низкой температуре проводился только на образце с дейтерием $ErFe_2D_{3.1}$. При охлаждение до $T \le 400$ К в дейтериде $ErFe_2D_{3.1}$ наблюдался фазовый распад (см. рис. 17) на обедненную дейтерием кубическую α -фазу (x < 3.2 at/f.u.) и более богатую дейтерием орторомбическую β -фазу (x > 3.2 at/f.u.). При $T \le 325$ К из обогащенной дейтерием орторомбической β -фазы образовались две ромбоэдрических δ -фазы. При $T \le 285$ К в ромбоэдрических δ -фазах наблюдались моноклинные искажения (γ -фаза). Обратный нагрев $ErFe_2D_{3.1}$ до 450 К приводит к полному восстановлению однофазной

кубической структуры. Фазовый распад на фазы с разным содержанием атомов дейтерия в ErFe₂D_{3.1} связан с диффузией атомов дейтерия по междоузлиям A₂B₂ типа. Анализ координат атомов дейтерия и факторов заполнения кристаллографических позиций показал их упорядочение при охлаждении образца по более низкосимметричным позициям с большими факторами заполнения.

Рис.17. Содержание кубической α-фазы, орторомбической β-фазы, ромбоэдрической δ-фазы и моноклинной γ-фазы в ErFe₂D_{3.1} в зависимости от температуры.

В магнитном отношении дейтерид $ErFe_2D_{3.1}$ является ферримагнетиком. Было обнаружено, что увеличения межатомных расстояний в дейтриде $ErFe_2D_{3.1}$ приводит к ослаблению обменных взаимодействий при этом наблюдаются две отдельные температуры магнитного упорядочения для редкоземельной и железной подрешеток. Как можно видеть из рис. 18 при охлаждении до 320 К упорядочивается магнитная подрешетка атомов железа, при дальнейшем понижении температуры до 220 К упорядочивается магнитная подрешетка атомов железа, при магнитных моментов в дейтериде $ErFe_2D_{3.1}$ при 12 К достигала: $\mu_{Fe} = 2.3\mu_B$ для атомов Fe, и $\mu_{Er} = 6.5\mu_B$ для атомов эрбия. При низкой температуре в дейтериде $ErFe_2D_{3.1}$ была обнаружена большая магнитокристаллическая анизотропия.

Рис.18. Температурная зависимость величины парамагнитного рассеяния I_n , магнитных моментов на редкоземельной μ_{Er} и железной μ_{Fe} подрешетках

1.10 Симметрийный анализ магнитной структуры Mn₃Sb

В работе [57] представлены результаты нейтронографических исследований магнитной структуры Mn_3Sb в интервале температур 77 – 300К. Кристаллическая структура интерметаллического соединения Mn_3Sb описывается пространственной группой (*P m* - 3 m) [1]. Элементарная кристаллическая ячейка относится к кубической сингонии. Атомы Sb расположены в позиции *Ia* с координатами (0 0 0). Магнитоактивными являются атомы Mn, занимающие *3c*-позиции с координатами 1(0.5 0.5 0), 2(0.5 0 0.5) и 3(0 0.5 0.5). Атомы Sb, расположенные в *Ia*-позиции, мы не рассматриваем, так как магнитный момент на атомах Sb отсутствует. Авторы [57] пришли к выводу, что магнитную структуру Mn_3Sb можно охарактеризовать как ферримагнитную, в которой магнитные моменты атомов Mn направлены перпендикулярно базисной плоскости. При этом величина магнитного момента одного базисного атома отличается от величины магнитного момента двух других. Последнее обстоятельство наводит на мысль о необходимости выполнить симметрийный анализ магнитных структур, возможных в Mn_3Sb , чтобы установить допустимость или недопустимость различия величи магнитных моментов атомов одного типа.

К сожалению, в [57] практически полностью отсутствует симметрийный анализ предложенной модели магнитной структуры. Для оценки степени достоверности ранее опубликованных результатов определения магнитной структуры Mn₃Sb выполнен симметрийный анализ возможных магнитных структур [58]. Приведены и обсуждены

результаты расчета базисных функций неприводимых представлений пространственной группы ($P \ m - 3 \ m$), входящих в состав магнитного представления с волновым вектором $\mathbf{k}_{12} = 0$, для атомов Mn, расположенных в 3c- позициях. Показано, что в этом интерметаллическом соединении допустима ориентация магнитных моментов атомов Mn вдоль любого кристаллографического направления с образованием коллинеарных или скошенных магнитных структур. Полные магнитные моменты отдельных атомов Mn в элементарной кристаллической ячейке могут совпадать или различаться по величине.

2 Частичная модернизация вспомогательного оборудования реактора УСУ

В ходе выполнения работ на третьем этапе проведена частичная модернизация вспомогательного оборудования УСУ в соответствии с Программой развития УСУ на 2011-2012 гг.

2.1 Универсальная высокотемпературная приставка

Разработана и изготовлена высокотемпературная приставка, предназначенная для прецизионных (с точностью поддержания температуры ±1К. в интервале 300-1200 К) измерений температур структурных фазовых переходов и структурных превращений, связанных с отжигом радиационных и иных дефектов и т.п. Основным преимуществом разрабатываемой приставки является применение в качестве температурных экранов ванадиевой фольги, что позволит избежать паразитных дифракционных эффектов (сечение когерентного нейтронного рассеяния практически равно нулю) и, тем самым, существенно повысить экспериментальную точность.

2.2 Вибрационный магнитометр

В составе УСУ в течение ряда лет успешно эксплуатируется вибрационный магнитометр (ВИБР) собственной разработки. Установка предназначена для измерения удельной намагниченности твердых веществ (кристаллов и порошков), в том числе, радиоактивных. Характерной особенностью установки является наличие системы регистрации и обработки данных на базе РС. Результаты измерений сохраняются в файле, где фиксируются: № измерения и измеряемые величины: температура образца, напряженность магнитного поля и намагниченность исследуемого образца, а также обработанные РС результаты – температура (в градусах Кельвина), напряженность магнитного поля (в Кэ), удельная намагниченность (в гс см 3 /г) и обратная восприимчивость (в г/см 3). Рабочий диапазон магнитных полей ВИБР до ± 20 Кэ. Изменение величины магнитного поля электромагнита (H) осуществляется по программе, набранной вручную на командно- исполнительном устройстве КИУ-2. Максимальное число дискретных значений напряжённости магнитного поля при таком цифровом управлении – 100, т.е. минимальный шаг при изменении магнитного поля равен ~ 200 э. Величина магнитного поля регистрируется следующим образом. Последовательно с обмоткой электромагнита включено контрольное сопротивление величиной 0.056 Ом. Напряжение с контрольного сопротивления (U_c) подаётся на цифровой вольтметр B7-34A и далее на PC, который по графику $H = f(U_c)$ определяет величину напряжённости магнитного поля. Существенным недостатком этой системы является некорректность измерений в области небольших (менее 500 э) магнитных полей, так как остаточное поле электромагнита (при нулевом токе), в зависимости от предыстории, может достигать 50 э, а минимальный шаг ~ 200 э. С целью устранения этого недостатка будет выполнена модернизация установки.

В процессе модернизации выполнено следующее.

- Для измерения малых значений магнитного поля, в интервале ± 670 э, на полюса электромагнита установлены датчики Холла SS490 серии. Разработаны и изготовлены схемы питания и контроля. Проведены калибровочные измерения. Модернизирована программа обработки данных PC с учетом показаний датчиков Холла.
- Разработана, изготовлена и установлена схема питания электромагнита, позволяющая при использовании командно- исполнительного устройства КИУ-2 получить минимальный шаг по магнитному полю ~ 5 э.

Программа развития УСУ приведена в Приложении А.

3 Сведения об услугах коллективного пользования

В 2012 году на 3-м этапе ГК № 16.518.11.7032 на пяти специализированных нейтронных дифрактометрах, двух облучательных каналах, установленных на пучках быстрых и тепловых нейтронов атомного реактора ИВВ-2М, трёх общефизических экспериментальных установок для исследования решёточных и электронных свойств высоко радиоактивных образцов, доступных для внешних пользователей, оказывались услуги в проведении нейтронных исследований кристаллических и магнитных структур, фазовых переходов и возбуждений, гальваномагнитных свойств металлов, сплавов и соединений, в том числе, облученных быстрыми нейтронами. При этом НМК ИФМ УрО РАН осуществлял инженерно-техническое обеспечение работ.

Услуги коллективного пользования на 3-м этапе предоставлялись следующим организациям УрО РАН в рамках Соглашений, заключенных с ними:

- Институту химии твердого тела УрО РАН;
- ОАО «Институт атомных реакторов» Росатома;
- ЗАО ПНФ «Термоксид»;
- Институту естественных наук ФГАОУ ВПО "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина.

В соответствии с Программой развития УСУ на 2011-2012 гг. на 3-м этапе Государственного контракта № 16.518.11.7032 заключено Соглашение о безвозмездном научном и техническом сотрудничестве в области нейтронных исследований конденсированного состояния с Филиалом ОАО «Концерн Росэнергоатом» «Белоярская атомная станция» с целью увеличения числа пользователей УСУ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Краткие выводы

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы третьего этапа в рамках НИР по теме: «Механизмы структурно-фазовых изменений при радиационных воздействиях: исследование методом нейтронной дифракции и радиационного разупорядочения структурных особенностей физических свойств наномодифицированных магнетиков, сверхпроводников, полупроводников и перспективных конструкционных и функциональных материалов в исходном и облученном быстрыми нейтронами 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 заявки «2011-1.8-518-003-045»), 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 №2011-1.8-5.2-ИР1 (протокол от 25 апреля 2011 г. № 9), в соответствии с которым заключен государственный контракт от «12» мая 2011 г. № 16.518.11.7032.

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом на третьем этапе работ «Проведение исследований облучённых образцов. Модернизация УСУ» запланировано провести:

- Исследования физических свойств облучённых быстрыми нейтронами и гамма-квантами реактора ИВВ-2М материалов с использованием УСУ в рамках реализации мероприятий ФЦП.
- 2 Частичную модернизацию вспомогательного оборудования УСУ.

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

• Установлено, что магнитная структура LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ такая же, как у недопированного антиферромагнитного LiMnPO₄ (T_N =34.5 K). Для изучения особенностей магнитного упорядочения в LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄ были выполнены магнитные измерения. Необратимости намагниченности (т.е. разница намагниченностей, измеренных в одном и том же магнитном поле в случае охлаждения образца в нулевом магнитном поле (zfc) и поле, равном измерительному (fc)) были обнаружены в магнитных полях менее ~2 kOe.

Показано, что возрастание величины приложенного магнитного поля приводит к уменьшению разницы между намагниченностями при zfc и fc охлаждении образца.

- Впервые методом дифракции тепловых нейтронов показано, что структурное состояние полупроводникового кристалла Zn_{0.99}Cd_{0.01}Se является пространственно неоднородным. Средний размер структурной неоднородности составляет 5.5nm, что существенно превышает величину постоянной решетки селенида цинка. Показано, что локально деформированные микрообласти имеют сферически симметричную форму, геометрические размеры которой сохраняются в интервале 78-300К.
- Методом спиннингования расплава получены быстрозакаленные сплавы (БЗС) состава R₁₂Fe₈₂B₆ (R=Nd, Er). Найдено, что при 295 К в БЗС присутствует, в основном, фаза типа Nd₂Fe₁₄B (пространственная группа P4₂/mnm). Эта фаза в сплаве Nd₁₂Fe₈₂B₆ обладает ферромагнитным типом магнитной структуры с магнитными моментами ионов Nd и Fe, ориентированными параллельно оси *c*, тогда как для БЗС Er₁₂Fe₈₂B₆ в фазе Er₂Fe₁₄B реализуется ферримагнитный тип упорядочения магнитных моментов Er и Fe параллельно базисной плоскости. В результате облучения быстрыми нейтронами флюенсом 1.2*10²⁰ н/см⁻² оба БЗС перешли из кристаллического состояния в аморфное. Ферро- и ферримагнитный типы порядков в них сохранились, но температура Кюри понизилась на 100 К в сплаве с Nd и на 200 К в сплаве с Er. Спонтанная намагниченность облученных БЗС при 5 К, примерно равна их намагниченности в кристаллическом состоянии, а их коэрцитивная сила, на два порядка меньше, чем она была до облучения. Наблюдаемые эффекты объясняются дисперсией обменных взаимодействий Fe-Fe, возникающих как следствие дисперсии межатомных расстояний в аморфном состоянии.
- Методом упругого рассеяния поляризованных нейтронов в отличие от ранее полученных результатов установлено, что в несоизмеримой магнитной структуре монокристалла TbNi5, возникающей ниже 23 К, ферромагнитная и модулированная компоненты магнитного момента иона тербия являются коллинеарными друг другу. Также обнаружена сильная деполяризация нейтронов, обусловленная доменной структурой ферромагнитной компоненты. Показано, что величина критического магнитного поля, которое разрушает модулированную магнитную структуру, оказывается меньше величины поля, приводящего к насыщению ферромагнитной компоненты.
- Проведено детальное исследование магнитных свойств бинарного интерметаллида Tb₅Pd₂ помощью комплексных DC магнитных измерений на поликристаллическом образце в широком интервале полей и температур. Анализ данных высокотемпературной DCвосприимчивости показал, что корреляции ближнего магнитного порядка в магнитной подсистеме Tb₅Pd₂ существуют вплоть до комнатной температуры. Показано, что

магнитное состояние соединения Tb₅Pd₂ является сложным неравновесным состоянием стекольного типа с фрустрацией ФМ и АФМ обменных взаимодействий.

- Исследовано влияние облучения быстрыми нейтронами свойства на • поликристаллических образцов соединения с нецентросимметричной структурой Мо₃Al₂C. Установлено, что в рамках модели обычной сверхпроводимости (с электронфононным взаимодействием в качестве источника куперовского спаривания) не удается понять наблюдаемые эффекты разупорядочения в Мо₃Al₂C. Возможно, именно нецентросимметричная является первопричиной необычной структура сверхпроводимости в этом соединении, тогда потеря дальнего кристаллического порядка приводит к уменьшению Т_с. Хотя в этом случае можно было бы ожидать полного подавления сверхпроводимости, но некоторая компонента с электрон-фононным взаимодействием здесь также может присутствовать.
- Разработан метод получения сведений об анизотропных микронапряжениях в аустенитной стали ЧС68 х.д из данных по рассеянию тепловых нейтронов. Выявлено наличие большой степени текстурованности исходных оболочек ТВЭЛов. Установлено падение уровня текстурованности при облучении быстрыми нейтронами при достаточно высоких температурах из-за процессов перекристаллизации. Определена анизотропия микронапряжений и ее изменение в оболочках ТВЭЛов в процессе эксплуатации реактора. Выявлено определяющее влияние температуры облучения на структурное состояние оболочек ТВЭЛов.
- Показано, что спин-переориентационный фазовый переход в соединении Er₂Fe₁₇N_{2.18} происходит путем двух фазовых переходов второго рода. Определены численные значение параметров, характеризующих этот переход.
- Установлено, что гидрид ErFe₂H_{3.1} и дейтерид ErFe₂D_{3.1} в температурном интервале 400 К < *T* ≤ 450 К являются однофазными и обладают кубической структурой, описываемой в модели с пространственной группой F23, которая является более низкосимметричной по сравнению с группой Fd3m, использованной ранее в литературе для описания кристаллической структуры гидридов фаз Лавеса. Показано что, понижение симметрии в гидриде ErFe₂H_{3.1} и дейтериде ErFe₂D_{3.1} происходит из-за искажений междоузлий типа A₂B₂, занятых атомами дейтерия. Обнаружено, что увеличения межатомных расстояний дейтриде ErFe₂D_{3.1}, имеющем ферримагнитную структуру, приводит к ослаблению обменных взаимодействий, при этом наблюдаются две отдельные температуры магнитного упорядочения для редкоземельной и железной подрешеток.
- Методом симметрийного анализа показано, что в интерметаллическом соединении Mn3Sb допустима ориентация магнитных моментов атомов Mn вдоль любого

кристаллографического направления с образованием коллинеарных или скошенных магнитных структур, полные магнитные моменты отдельных атомов Mn в элементарной кристаллической ячейке могут совпадать или различаться по величине.

- Для проведения резистивных и магнитных измерений в реакторе ИВВ-2М проведены облучения:
 - образцов LaPt₄Ge₁₂ и La₃In флюенсом 1*10²⁰ см⁻²;
 - образцов Sc₅Ir₄Si₁₀ и La₃In флюенсом 5*10¹⁹ см⁻²;
 - образца Си₃Аи флюенсом 2*10¹⁹ см⁻².
- 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 конструкционных реакторных сталей ЭК-181 и ЧС-139 флюенсом 1*10¹⁸ см⁻²;
 - образцы сверхчистого Ni легированного B, C и BC флюенсами 5*10¹⁸ см⁻² и 5*10¹⁹ см⁻²;
 - модельных сплавов $Fe_{85.8}C_{0.2}Cr_{12}W_2$ и $Fe_{77.8}C_{0.2}Cr_{12}W_2Y_2TiO_5$ флюенсами $1*10^{18}$ см⁻², $5*10^{18}$ см⁻², $1*10^{19}$ см⁻² и $5*10^{19}$ см⁻².

По результатам проведенных научных исследований в 2012 году на 3-м этапе ГК №16.518.11.7032 опубликовано 5 статей и подготовлено 12 докладов на конференции.

Список использованных источников

- D.G.Kellerman, Yu.G.Chukalkin, N.A.Mukhina, V.S.Gorshkov, A.S.Semenova, A.E.Teplykh. Some aspects of antiferromagnetic ordering in LiMnP_{0.85}V_{0.15}O₄: Neutron diffraction and dcmagnetization studies// JMMM, 2012, принята к печати.
- В.И.Соколов, С.Ф.Дубинин, С.Г.Теплоухов, В.Д.Пархоменко, Н.Б.Груздев. Нестабильность решетки, вызванная 3d-примесями в полупроводниках II-VI.// ФТТ, 2005, т. 47, с. 1494.
- 3 С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, С.Г.Теплоухов, В.Д.Пархоменко, Н.Б.Груздев. Неоднородные искажения в кристалле Zn1-х Crx Se // ФТТ, 2006, т. 48, с. 2151.
- 4 С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, С.Г.Теплоухов, В.Д.Пархоменко, В.В.Гудков, А.Т.Лончаков, И.В.Жестовских, Н.Б.Груздев. Наноразмерные деформации решетки в кристалле ZnSe, легированном 3d-элементами// ФТТ, 2007, т. 49, с. 1177.
- 5 С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, А.В.Королев, С.Г.Теплоухов, Ю.Г.Чукалкин, В.Д.Пархоменко, Н.Б.Груздев. Магнитное состояние массивного кристалла Zn1-х Crx Se (x = 0.045)// ФТТ, 2008, т. 50, с. 1042.
- 6 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, т. 51, с. 1905.
- 7 С.Ф.Дубинин, В.И.Максимов, В.Д.Пархоменко, В.И.Соколов, А.Н.Баранов, П.С.Соколов, Ю.А.Дорофеев. Тонкая структура и магнетизм кубического оксидного соединения Ni0.3 Zn0.7 O// ФТТ, 2011, т. 53, с. 1292.
- 8 В.И.Максимов, С.Ф.Дубинин, В.Д.Пархоменко, Т.П.Суркова. Динамические деформации кристаллической решетки сфалерита в соединении Zn1-х Cox Se (x = 0.01)// ФТТ, 2011, т. 53, с. 2093.
- 9 В.И.Максимов, С.Ф.Дубинин, Т.П.Суркова, В.Д.Пархоменко. Неоднородные деформации решетки в кристалле Zn0.99Cd0.01Se ФТТ, 2012, т. 54, с. 1053.
- 10 E.Burzo. Permanent magnets based on R-Fe-B and R-Fe-C alloys. // Rep. Prog. Phys. 1998. V.
 61. P. 1099 1266.
- K.H.J.Buschow. New developments in hard magnetic materials. // Rep. Prog. Phys. 1991. V. 54.
 P. 1123 1213.
- S.D.Bader. Colloquium: Opportunities in nanomagnetism. // Rev. Mod. Phys. 2006. V. 78. P. 1-15.
- 13 G.P.Meisner, V.Panchanathan. Study of desordered hydrogen decrepitated anisotropic Nd₂Fe₁₄B powder using x-ray diffraction. // J. Appl. Phys. 1994. V. 76. P. 6259-6261.

- 14 S.V. Andreev, N.V. Kudrevatykh, V.I.Pushkarsky, P.E.Markin, N.K.Zaikov, E.N.Tarasov. Magnetic hysteresis properties of melt-spun Nd-Fe-B alloys prepared by centrifugal method. // J. Magn. Magn. Mater. 1998. V. 187. P. 83-87.
- 15 В.С.Гавико, А.Г.Попов, А.С.Ермоленко, Н.Н.Щеголева, В.В.Столяров, Д.В.Гундеров. Распад интерметаллида Nd₂Fe₁₄B в результате интенсивной пластической деформации сдвига под давлением. // ФММ. 2001. Т. 92. 2. С. 58-66.
- 16 А.Г.Попов, В.С.Гавико, Н.Н.Щеголева, Л.А.Шредер, В.В.Столяров, Д.В.Гундеров, Х.Ю.Жан, В.Ли, Л.Л.Ли. Интенсивная пластическая деформация быстрозакаленного сплава Nd₉Fe₈₅B₆.// ФММ. 2007. Т. 104, No.3, C. 251-260.
- 17 A. Nino, T.Nagase, Y.Umakoshi. Electron irradiation induced crystallization and amorphization in Fe₇₇Nd_{4.5}B_{18.5} metallic glass.// Mater. Sci. Engin. 2007. V. A 449-451. P. 1115-1118.
- 18 А.Е.Теплых, Ю.Г.Чукалкин, С.Г.Богданов, Ю.Н.Скрябин, Н.В.Кудреватых, С.В.Андреев, А.С.Волегов, А.И.Козлов, Е.Чой, А.Н.Пирогов. Радиационно-аморфизованное состояние быстрозакаленных сплавов R12 Fe82 B6 (R = Nd, Er).// ФММ, 2012, т. 113, в. 6.
- 19 H.Senoh, N.Takeichi, H.T.Takeshita, H.Tanaka, T.Kiyobaashi, N.Kuriyama. Hydrogenation Properties of RNi₅ (R: Rare Earth) Intermetallic Compounds with Multi Pressure Plateaux// Mater. Transact., 2003, v. 44, p. 1663.
- 20 P.J.Ranke, M.A.Mota, D.F.Grangeia, A.Magnus, G.Carvalho, F.C.G.Gandra, A.A.Coelho, A.Caldas, N.A.Oliveira, S.Gama. Magnetocaloric effect in the RNi₅ (R=Pr, Nd, Gd, Tb, Dy, Ho, Er) series// Phys. Rev. B, 2004, v. 70, 134428.
- 21 D.Gignoux, D.Schmitt. Metamagnetism and complex magnetic phase diagrams of rare earth intermetallics// J. All. Comp., 1995, v. 225, p. 423.
- 22 P.A.Algarabel, L.Morellon, M.R.Ibarra, D.Schmit, D.Gignoux, A.Tari. Magnetocrystalline anisotropy in some RENi5 intermetallics// J. Appl. Phys. 73, 6054 (1993).
- 23 C.Carboni, D.Gignoux, Y.Li, J.W.Ross, A.Tari. The field dependence of the hyperfine splitting of terbium in TbNi5// J. Phys.: Cond. Mater. 8, 1763 (1996).
- 24 D.Gignoux, A.Nait-Saada, de la Bathie R. Perrier. Magnetic properties of TbNi₅ and HoNi₅ single crystals// J. Physique Coll., 1979, v. 40, p. C5-188.
- 25 G.E.Grechnev, V.A.Desnenko, A.S.Panfilov, I.V.Svechkarev, P.E.Brommer, J. J. M.Franse, F.E.Kayzel. Pressure effect on electronic structure and magnetic properties of RNi₅// Physica B, 1997, v. 237-238, p. 532.
- 26 P.Svoboda, J.Vejpravova, N.-T.H.Kim-Ngan, F.Kaysel. Specific heat study of selected RNi₅// J.
 Magn. Mater., 2004, v. 272-276, p. 595.

- 27 R.M.Galera, A.Rogalev. Hard x-ray magnetic circular dichroism in GdNi5 and TbNi5 single crystals// J. Appl. Phys. 85, 4889 (1999).
- 28 P.Dalmas de Reotier, A.Yaouanc, P.C.M.Gubbens, D.Gignoux, B.Gorges, D.Schmitt, O.Hartmann, R.Wapping, A.Weidinger. Effect of the Tb³⁺ crystal field on the positive muon precession frequency in TbNi₅// J. Magn. Magn. Mater., 1992, v. 104-107, p. 1267.
- 29 R.Lemaire, D.Paccard. Structure magnetique du compose intermetallique TbNi5// C. R. Acad. Sci. Paris., 1970, v. 270, p. 1131.
- 30 E.A.Goremychkin, E.Muhle, P.G.Ivanitski, V.T.Krotenko, M.V.Pasechkin, V.V.Slisenko, A.A.Vasilkevich, B.Lippold, O.D.Chistyakov, E.M.Savitski. Crystal Electric Field Splitting in TbNi5 and ErNi5 Studied by Inelastic Neutron Scattering// Phys. Status Solidi b, 1984, v. 121, p. 623.
- 31 D.Gignoux, J.J.Rhyne. Spin excitations in TbNi₅ by inelastic neutron scattering// J. Magn.
 Magn. Mater., 1986, v. 54-57, p. 1179.
- 32 V.M.T.S. Barthem, E.A.M. de Gama. The magnetism of TbNi5 at low fields.// J. Phys.: Condens. Mater. 9, 7609 (1997).
- 33 V.M.T.S.Barthem, H.S.Amorim, D.Schmitt, D.Gignoux. Magnetic ordering in the TbNi₅ hexagonal compound// J. Magn. Magn. Mater., 2000, v. 208, p. 97.
- 34 S.Lee, A.N.Pirogov, J.-G.Park, I.P.Swainson, Yu.A.Dorofeev, A.E.Teplykh, A.S.Ermolenko, E.G.Gerasimov, A.A.Podlesnyak. New magnetic structure study of TbNi5: Evidence of incommensurate structure // Europhys. Lett., 2003, v. 63, p. 350.
- 35 S.Lee, A.A.Podlesnyak, K.Prokes, V.V.Sikolenko, A.S.Ermolenko, E.G.Gerasimov, Yu.A.Dorofeev, A.P.Vokhmyanin, J.-G.Park, A.N.Pirogov. Magnetic phase transitions in TbNi5 single crystal: Bulk properties and neutron diffraction studies// Письма в ЖЭТФ, 2005, т. 82, с. 34.
- 36 R. Lizarraga, A. Bergman, T. Bjorkman, H.-P. Liu, Y. Andersson, T. Gustafsson, A. G. Kuchin, A. S. Ermolenko, L. Nordstrom, O. Eriksson, Crystal and magnetic structure investigation of TbNi_{5-x}Cu_x (*x*=0,0.5,1.0,1.5,2.0): Experiment and theory// Phys. Rev. B 74, 094419 (2006).
- 37 A.N.Pirogov, S.G.Bogdanov, S.Lee, J.-G.Park, Y-N.Choi, H.Lee, S.V.Grigorev, V.V.Sikolenko, E.A.Sherstobitova, R.Schedler. Determining the magnetic ground state of TbNi5 single crystal using polarized neutron scattering technique.// JMMM, 2012, в печати.
- 38 M.L.Fornasini et al. Crystal structure of the so-called R₅Pd₂ compounds// J. Less Common Met., 1974, v. 38, p. 77.

- 39 M.Klimczak et al. Magnetic properties of R5Pd2-type (R = Tb, Dy, Ho, Er) compounds// J. of Alloys and Compounds, 2006, v. 423, p. 62.
- 40 K.Binder, A.P.Young. Spin glasses: Experimental facts, theoretical concepts, and open questions// Rev. Mod. Phys., 1986, v. 58, p. 801.
- 41 J.L.Dormann, D.Fiorani, E.Tronc. On the models for interparticle interactions in nanoparticle assemblies: comparison with experimental results// Adv. Chem. Phys., 1997, v. XCVIII, p. 283.
- 42 R.W.Chantrell, N.S.Walmsley, J.Gore, M.Maylin. Initial susceptibility of interacting fine particles// J. Magn. Magn. Mater., 1999, v. 196-197, p. 118.
- 43 J.A.Mydosh. Spin glasses: An Experimental Introduction Taylor and Francis, London, (1993) p.111.
- 44 H.A.Katori, A.Ito. Experimental study of the de Almeida-Thouless line by using typical Ising spin-glass $Fe_xMn_{1-x}TiO_3$ with x = 0.41, 0.50, 0.55 and 0.57// J. Phys. Soc. Jpn., 1994, v. 63, p. 3122.
- 45 R.V.Chamberlin, M.Hardiman, L.A.Turkevich, R.Orbach. *H-T* phase diagram for spin-glasses: An experimental study of Ag:Mn// Phys. Rev. B, 1982, v. 25, p. 6720.
- 46 B.J.Hickey, M.A.Howson, S.O.Musa, G.J.Tomka, B.D.Rainford, N.Wiser. Superparamagnetism in melt-spun CuCo granular samples// J. Magn. Magn. Mater., 1995, v. 147, 253.
- 47 P.A.Joy, P.S. Anil Kumar, S.K.Date. The relationship between field-cooled and zero-fieldcooled susceptibilities of some ordered magnetic systems// J. Phys.: Condens. Matter., 1998, v. 10, 11049.
- 48 J.L.Wang, C.Marquina, M.R.Ibarra, G.H.Wu. Structure and magnetic properties of RNi₂Mn compounds (R=Tb, Dy, Ho and Er)// Phys. Rev. B, 2006, v. 73, 094436.
- 49 R.Nirmala, V.Sankaranarayanan, K.Sethupathi, A.V.Morozkin, Q.Cai, Z.Chu, J.B.Yang, W.B.Yelon, S.K.Malik. Magnetization and neutron diffraction studies on Dy₅Si₂Ge₂// J. Appl. Phys., 2005, v. 97, 10M314.
- 50 N.V.Baranov, A.V.Proshkin, A.F.Gubkin, A.Cervellino, H.Michor, G.Hilscher, E.G.Gerasimov, G.Ehlers, M.Frontzek, A.Podlesnyak. Enhanced survival of short-range magnetic correlations and frustrated interactions in R₃T intermetallics// Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2012, v. 324, p. 1907.
- 51 W.Vandermeulen, M.Scibetta, A.Leenaers, J.Schuurmans, R.Gerrard. Measurement of the Young modulus anisotropy of a reactor pressure vessel cladding// Journal of Nuclear Materials, 2008, v. 372, p. 249–255.
- 52 U. Gandhi. Investigation of anisotropy in elastic modulus of Steel// TRINA, TTC, 8/30/10 1 Toyota Research Institute, NA. Toyota Technical Center, February 9-10, 2012.

- 53 В.И.Воронин, Э.З.Валиев. Спин-переориентационный фазовый переход в соединении Er₂Fe₁₇N_{2.18}// ФТТ, 2012, направлено в печать.
- 54 E.A.Sherstobitova, A.F.Gubkin, P.B.Terent'ev, A.N.Pirogov, N.V.Mushnikov. Structural and magnetic properties of ErFe2D3.1// Journal of Alloys and Compounds. Submitted (2012).
- 55 D.Fruchart, Y.Berthier, T. de Saxce, P.Vuillet. Etudes structurales et magnetiques des formes cubiques et rhomboedriques LnFe₂H_x, Ln = Er, Tb// J. Solid State Chem., 1987, v. 67, p. 197-209.
- 56 A.V.Andreev, A.V.Deryagin, A.A.Yezov, N.V.Mushnikov. Crystal structure of ErFe₂H_x compound// Phys. Met. Metallogr., 1984, v. 58, p. 1179-1182.
- 57 В.М.Рыжковский, В.С.Гончаров, С.С.Агафонов, В.П.Глазков, В.А.Соменков, А.П.Сазонов, А.Т.Сенишин. Магнитное упорядочение в соединении Mn₃Sb по данным нейтронной дифракции. // Поверхность, 2011, № 2. с. 9 13.
- 58 А.П.Вохмянин, А.С.Грицай, В.М.Рыжковский. Симметрийный анализ магнитной структуры Mn₃Sb.// ФММ, 2012, т. 113, № 8.

Приложение А

Программа развития УСУ на 2011-2012 гг.

А1 Общая информация об УСУ

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 (в том числе, существующих и разрабатываемых конструкционных материалов различного назначения) при высокоэнергетичных излучениях и термических воздействиях. Объектами нейтронографического направления исследований являются, в частности, сплавы и соединения с сильными и промежуточными электронными корреляциями (в частности, магнетики, сверхпроводники, Кондо-системы и др.), конструкционные и модельные стали и сплавы, перспективные для использования в атомной энергетике. Кроме радиационного и нейтронографического направлений исследований на реакторе ИВВ-2М проводится комплекс мероприятий по модернизации материаловедческой материально-технической базы.

УСУ распологает специализированным экспериментальным оборудованием для проведения широкого спектра исследований физических свойств обычных и высоко радиоактивных образцов, в том числе, имеются:

- Порошковый нейтронный дифрактометр (Д-7а) высокого разрешения с 30-детекторной системой регистрации нейтронов. Измерения выполняются в диапазоне температур от 4.2 К до 1000 К и магнитных полях до 1.2 Т при внешнем гидростатическом давлении до 15 Кбар при Т~300 К.
- Многоцелевой полностью автоматизированный двухосный нейтронный дифрактометр (Д-3) высокого разрешения с перестраиваемой длиной волны нейтронов 2.45 и 1.7А. Дифрактометр оснащен 20-детекторной системой отсчета, имеет угловое разрешение 0,3 -0,4 % при длине волны 1.7 А, позволяющее снимать нейтронограммы в области малых и больших q (λ=2.45 A; q=0.13A⁻¹; λ=1.7A; q=6.8 A⁻¹), имеет минимальный шаг 20 угловых секунд, позволяет проводить малоугловые эксперименты с минимальным q = 0.045A⁻¹. Измерения выполняются в диапазоне температур от 4.2 К до 1000 К; при внешнем гидростатическом давлении до 15 Кбар при T~300К.

- Четырехкружный многодетекторный дифрактометр (Д-7б) для исследования монокристаллических образцов с разрешением 3х10⁻³. Диапазон изменения температур от 4.2 К до 1000 К;
- Установка для исследования малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов (Д-6).
 Степень поляризации P=0.965, диапазон векторов рассеяния (0.006-0.1)A⁻¹.
 Напряженность магнитного поля до 0.8 Т;
- Многоцелевой нейтронный дифрактометр (Д-2) с высокой светосилой. Измерения выполняются при длине волны 1.805 А с угловым разрешением 0,3 %. Малоугловые эксперименты проводятся с минимальным q=0.055A⁻¹. Диапазон температур 4.2К - 1000К; гидростатическое давление до 15 Кбар при T~300К.
- Вертикальные каналы для облучения образцов при температуре 370 К;
- Ядерный гамма-резонансный (мессбауэровский) спектрометр для исследования структурных, электронных и динамических свойств материалов после облучения в атомном реакторе. Измерения проводятся при дозах до 60-100 сна. Т_{изм.}=80-300К.
- Установки для электрофизических измерений, в том числе, криомагнитная система HFSS («OXFORD», диапазон температур 0.3 К-400 К, магнитных полей до 15.5Т), позволяющие исследовать:
 - электросопротивление и температуру сверхпроводящего перехода в температурном интервале (0.3-400.0) К в магнитных полях до 15 Т и давлениях до 20 Кбар;
 - электросопротивление высокорезистивных материалов в температурном интервале (4.2-100.0) К;
 - о величины критического тока в сверхпроводниках в диапазоне (0.3-400.0) К и магнитных полях до 15 Т;
 - о магнитную восприимчивость и эффект Холла при температурах (0.3-400.0) К;
 - о намагниченности в магнитных полях до 2 Т в температурном интервале (4.2-1000.0) К;
 - о AC-восприимчивость при 4.2 К < T < 300.0 К;
 - о коэффициент линейного расширения в диапазоне температур (70-1500) К;
 - о удельную теплоемкость при температуре 2.5 К < T < 350 К;
 - о механические свойства образцов при 80 K < T < 300 K;
- Двухступенчатый гелиевый криорефрижератор замкнутого цикла на импульсных трубках (SRP-082B-F70H производства компании «Sumitomo» для проведения автономных низкотемпературных исследований на пучках тепловых нейтронов.

А2 Основные направления развития УСУ

- В период с 2011 по 2012 годы предполагается развитие УСУ «Исследовательский водоводяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)» по следующим основным направлениям:
- Разработка методик комплексных исследований состава, структуры и свойств гетерогенных твердотельных материалов с использованием УСУ.
- Расширение деятельности УСУ по обеспечению и развитию исследований на УСУ в форме коллективного пользования.
- Мероприятия по обеспечению достоверности и точности измерений.

A2.1 Разработка методик комплексных исследований состава, структуры и свойств материалов с использованием УСУ

Разработки или модернизация методик исследований состава, структуры и свойств различных видов материалов направлены на расширение сферы предоставляемых услуг коллективного пользования, обеспечение достоверности и точности проводимых измерений, использование технических возможностей УСУ в полном объеме.

В 2011-2012 гг. будет разработано и изготовлено следующее дополнительное специализированное оборудование для УСУ «Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)»:

- Универсальная высокотемпературная приставка для нейтронографических исследований в широком температурном диапазоне (300?1200 К), точность поддержания температуры ±1К. Приставка предназначена для прецизионных измерений температур структурных фазовых переходов, структурных превращений в материалах при различных внешних воздействиях.
- Вибромагнетометр с расширенными экспериментальными возможностями с целью прецизионных измерений намагниченности материалов.

Разрабатываемое оборудование должно позволить проводить комплексные исследования специфических свойств различных материалов, в том числе, облученных быстрыми нейтронами.

A2.2 Расширение деятельности УСУ по обеспечению и развитию исследований в форме коллективного пользования

Основными мероприятиями по расширению деятельности УСУ «Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий

комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)» по обеспечению и развитию исследований в форме услуг коллективного пользования оборудованибудут:

- увеличение числа пользователей УСУ;
- совершенствование и модернизация материально-технической базы УСУ;
- создание условий для достижения высоких значений использования («загрузки») дорогостоящего оборудования в научном процессе (более 60% от максимально возможного времени его использования);
- преподавание курсов по структурной и магнитной нейтронографии на базе УСУ в высших учебных заведениях;
- увеличение числа ученых, студентов и аспирантов вузов Свердловской области и Российской Федерации, использующих УСУ для проведения НИР.

A2.3 Мероприятия по обеспечению достоверности и точности измерений, выполняемых на УСУ

Достоверность и точность измерений, выполняемых на УСУ «Исследовательский водоводяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)», обеспечивается выполнением следующих мероприятий:

- организация поверки научного оборудования УСУ, включенного в Государственный реестр средств измерения Российской Федерации;
- приобретение стандартных образцов для испытаний и аттестации материалов;
- разработка методик исследований и испытаний состава, структуры и свойств функциональных и конструкционных материалов;
- получение и комплексная диагностика экспериментальных образцов материалов, используемых в качестве эталонов при использовании научного оборудования УСУ.