

Российская академия наук
Уральское отделение
ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ

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

Г.р. № 01.2.007 08390

Инв. № 2298



УТВЕРЖДАЮ:
Директор Института,
чл.-корр. РАН

В.В.Устинов

«11» июня 2007 г.

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ НАНОМАТЕРИАЛОВ, КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ СО СПЕЦИАЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ (В ТОМ ЧИСЛЕ, КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ В ИСХОДНОМ СОСТОЯНИИ И ОБЛУЧЕННЫХ В ПРОЦЕССЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ), КОМПОЗИЦИОННЫХ И КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ ВОДО-ВОДЯНОМ АТОМНОМ РЕАКТОРЕ ИВВ-2М (НЕЙТРОННЫЙ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИФМ УРО РАН)

по теме:

ВЫБОР НЕОБХОДИМОГО НАУЧНОГО ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И РЕАЛИЗАЦИИ МЕРОПРИЯТИЙ ФЦП И ДРУГИХ НАУЧНЫХ ПРОЕКТОВ И ПРОВЕДЕНИЕ МАРКЕТИНГОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО ЗАКУПАЕМЫМ НАУЧНЫМ ПРИБОРАМ И ОБОРУДОВАНИЮ (промежуточный)

Этап первый

Шифр 2007-7-1.8-00-03-005

Государственный контракт от «19» апреля 2007 г. № 02.518.11.7026

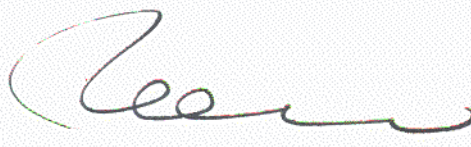
Научный руководитель,
чл.-корр. РАН

Б.Н.Гощицкий

Екатеринбург 2007

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы
член-корр. РАН



подпись, дата

02.06.07

Б.Н. Гощицкий
(Введение, заключение,
1.1, 1.5, 1.6)

Исполнители темы:

зав. отделом,
д.ф.-м.н.,
профессор

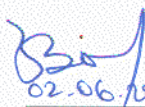


02.06.2007

подпись, дата

Ю.Н. Скрябин
(1,1.7, 2, 3, 4,
Приложения)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.

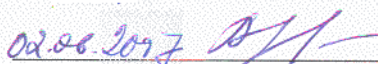


02.06.2007

подпись, дата

В.И. Бобровский
(1.3, 1.9)

ст. научн. сотр.,
к.ф.-м.н.



02.06.2007

подпись, дата

В.И. Воронин
(1.4, 1.8, 1.11)

рук. группы,
к.ф.-м.н.



02.06.07

подпись, дата

В.Д. Пархоменко
(1.2, 1.10)

Нормоконтролер



02.06.2007

подпись, дата

Н.А. Гоглева

РЕФЕРАТ

Отчет 31с., 2 прил.

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

Объектами исследования являются 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 выполнены в интервале температур 4.2К – 1000К, в магнитных полях до 15 Тл и при давлениях до 20 Кбар на уникальных образцах, приготовленных с использованием оригинальных технологий как в виде однофазных порошков, так и совершенных монокристаллов.

Цель работы:

1. Проведение исследований и обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов, основанных на применении потоков как тепловых и быстрых нейтронов ядерного реактора для получения фундаментальной научной информации об особенностях кристаллической, нанокристаллической и магнитной структур и фазовых переходов в функциональных материалах, определяющих их служебные свойства; о влиянии реакторного облучения на структуру и свойства материалов (в том числе, конструкционных, для атомной энергетики) с последующей разработкой рекомендаций по созданию новых радиационно-стойких материалов и радиационной модификации свойств сплавов и соединений.
2. Развитие материально-технической базы УСУ «Атомный реактор ИВВ-2М, рег. № 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ УрО РАН)» путем дооснащения имеющихся специализированных комплексов (лабораторий) приобретаемым научным оборудованием для обеспечения и развития исследований **в режиме коллективного пользования**.

На первом этапе работ «Выбор необходимого научного оборудования для обеспечения исследований и реализации мероприятий ФЦП и других научных проектов и проведение маркетинговых исследований по закупаемым научным приборам и оборудованию» в соответствии с Техническим заданием и Календарным планом проведены:

- научные исследования в рамках реализации мероприятий ФЦП;

- маркетинговые исследования по закупаемым научным приборам и оборудованию (гелиевый криорефрижератор замкнутого цикла на импульсных трубках, сухой гелиевый криостат шахтного типа с держателем образца, нагревателем, терморегулятором (контроллером) и откачным стендом) и объявлен конкурс на закупку этого оборудования;
- разработка программы и концепции развития УСУ до 2010 года.

По результатам исследований опубликовано – 14 статей, сделано - 18 докладов на конференциях.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	7
1 Научные исследования	9
1.1 Структурные и магнитные исследования интерметаллида $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ при радиационном разупорядочении	9
1.2 Нейтронографическое исследование структурного состояния манганитов $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$	10
1.3 Нейтрондифракционное исследование структуры кристалла ZnSeV	11
1.4 Изохронные температурные отжиги облученных быстрыми нейтронами соединений R_2Fe_{17}	12
1.5 Фазовые соотношения и кристаллическая структура системы La-Sr-Fe-Ni-O	14
1.6 Изучение кристаллической структуры и фазовых переходов Me_3PO_4 ($\text{M}=\text{K, Rb, Cs}$) в высокотемпературной области	15
1.7 Локализация водорода в интерметаллическом соединении Hf_2Co	16
1.8 Исследование кирального рассеяния поляризованных нейтронов в монокристалле TbNi_5	17
2 Маркетинговые исследования	19
3 Сведения об услугах коллективного пользования	20
4 Программа и концепция развития УСУ до 2010 года	21
4.1 Концепция развития УСУ	21
4.2 Специализированный стресс-дифрактометр	22
4.3 Создание специализированного дифрактометра для исследования наноматериалов	23
4.4 Модернизация существующего оборудования и приобретение нового оборудования	
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	24
Приложение А. Список публикаций	27
Приложение Б. Криогенное спецоборудование	30

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

УСУ	- Уникальные стенды, установки
ФЦП	- Федеральная целевая программа
ИВВ-2М	- Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М
ИФМ УрО РАН	- Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук
МУВ	- магнитоупругое взаимодействие
ДСД	- двухосный стресс-дифрактометр
РГ	- расширенный графит
МУРН	- малоугловое рассеяние нейтронов
КПД	- коэффициент полезного действия
СИ	- суперионное состояние
ТЭЛ	- твердый электролит
ЩЗМ	- щелочноземельные металлы
РГ	- расширенный графит
ИСОГ	- интеркалированные соединения окисленного графита
ИСГ	- интеркалированные соединения графита
ПЧД	- позиционно-чувствительный детектор

ВВЕДЕНИЕ

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

Основанием для проведения НИР по теме: «Нейтронные исследования особенностей структуры наноматериалов, кристаллических материалов со специальными свойствами (в том числе, конструкционных материалов для атомной энергетики в исходном состоянии и облученных в процессе эксплуатации), композиционных и керамических материалов на исследовательском водо-водяном атомном реакторе ИВВ-2М (Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ УрО РАН)» шифр «2007-7-1.8-00-03-005», выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», является решение Конкурсной комиссии Роснауки № 10 (протокол от «30» марта 2007г. № 7), на основании которого заключен Государственный контракт от «19» апреля 2007 г. № 02.518.11.7026.

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

Конкретно, предполагается провести:

- Исследование кристаллических, нанокристаллических и магнитных структур и особенностей фазовых переходов в сплавах и соединениях методами дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов.

- Нейтроннографическое исследование особенностей структурного состояния веществ, облученных быстрыми нейтронами и гамма-квантами.
- Изучение особенностей решеточных и электронных свойств исследуемых веществ (в том числе, с наведенной радиоактивностью) общефизическими методами.

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

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

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

- научные исследования в рамках реализации мероприятий ФЦП;
- маркетинговые исследования по закупаемым научным приборам и оборудованию (гелиевый криорефрижератор замкнутого цикла на импульсных трубках, сухой гелиевый криостат шахтного типа с держателем образца, нагревателем, терморегулятором (контроллером) и откачным стендом) и объявить конкурс на закупку этого оборудования;
- разработку программы и концепции развития УСУ до 2010 года.

По результатам проведенных научных исследований в 2007 году опубликовано 14 статей и сделано 18 докладов на конференциях.

1 Научные исследования

1.1 Структурные и магнитные исследования интерметаллида $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ при радиационном разупорядочении

Путем воздействия быстрых нейтронов представляется возможным дозированно вводить в массивный кристалл двумерного манганита $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ так называемые антиузельные дефекты, т. е. частично разупорядочивать исходное распределение катионов в этих оксидах. Детальный анализ атомной и магнитной структуры такого радиационно-модифицированного манганита позволяет более корректно обозначить физические причины, формирующие магнитное состояние и транспортные свойства соединений данного класса.

Обычно фазовые переходы металл–изолятор в точке Кюри манганитов трактуются в рамках модели двойного обмена (DE). Действительно, при легировании антиферромагнитного (AF) манганита ионами двухвалентного стронция, которые замещают трехвалентные атомы лантана, в наполовину заполненной e_g зоне марганца возникают дырки (другими словами, ионы Mn^{4+}). Поскольку энергия дырок минимальна при FM упорядочении локальных спинов ионов Mn^{3+} и Mn^{4+} , при определенной концентрации дырок ферромагнитное состояние становится основным, а диэлектрический характер проводимости парамагнитной фазы при понижении температуры ниже точки Кюри меняется на металлический. Эта модель DE широко применяется в настоящее время при трактовке магнитных и транспортных характеристик наиболее распространенных трехмерных манганитов, в которых ферро- и антиферромагнитные корреляции хорошо наблюдаются в нейтронографических экспериментах. Сложнее дело обстоит в слоистых двумерных манганитах. Известно, что магнитная структура соединений этого класса формируется конкуренцией FM и AF взаимодействий. Существенно то, что антиферромагнитный косвенный обмен имеет место в этих материалах только между двумя ближайшими слоями марганца. По нашему мнению, антиузельные дефекты, возникающие в кристалле в результате воздействия быстрых нейтронов, должны изменить соотношение между DE- и AF-косвенным обменом в двойных слоях, а значит, должны модифицировать магнитную структуру и транспортные свойства двумерного манганита. Представляется интересным проверить сформулированные здесь физические гипотезы.

В широком температурном интервале исследовали магнитную структуру и транспортные свойства частично разупорядоченных кристаллов двумерных манганитов $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ ($x=0.3, 0.4$). Атомно-разупорядоченное состояние в кристаллах достигали путем воздействия быстрых нейтронов флюенсом $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-2}$. В этом случае

концентрация дефектов замещения в среднем по кристаллу составляет 4%. Установлено, что дефекты замещения являются причиной перехода манганита данного класса из состояния ферромагнитного металла в состояние изолятора со структурой спинового стекла. Полученные результаты обсуждаются в рамках соотношения кинетической энергии носителей заряда и обменной энергии локализованных спинов.

1.2 Нейтронографическое исследование структурного состояния манганитов

$\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$

Хорошо известно, что замена немагнитного лантана трехвалентными магнитными ионами редкоземельных элементов приводит к существенному изменению транспортных и магнитных свойств манганитов.

В качестве объектов исследования выбраны мало изученные соединения $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x = 0.22, 0.24$). Поскольку в качестве легирующего элемента в этих соединениях выступают ионы двухвалентного стронция, далее будет удобно обращаться к известной информации по системе твердых растворов $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$, чтобы более четко выявить новизну результатов настоящей работы. Напомним физическую модель, которая широко применяется в настоящее время при трактовке магнитных и транспортных характеристик наиболее распространенных манганитов. При легировании антиферромагнитного манганита $\text{R}^{3+}\text{MnO}_3$ ионами A^{2+} , которые замещают трехвалентные атомы R, в наполовину заполненной e_g зоне марганца возникают дырки. Поскольку энергия дырок минимальна (в рамках двойного обмена) при ферромагнитном упорядочении локальных спинов ионов Mn^{3+} и Mn^{4+} , при определенной концентрации дырок ферромагнитное состояние становится основным, а диэлектрический характер его проводимости в парамагнитной фазе меняется на металлический ниже точки Кюри.

Известно, что манганиты $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ в области дырочного легирования ($x = 0.22, 0.24$) являются ферромагнитными с точкой Кюри 170 К, а поведение электропроводности позволяет отнести эти материалы к полупроводникам во всем температурном интервале. Именно эти основные свойства существенно отличаются в La-Sr-манганите с тем же самым уровнем легирования. Действительно, температура Кюри T_C соединения $\text{La}_{0.77}\text{Sr}_{0.23}\text{MnO}_3$ составляет $T_C = 350$ К, т. е. приблизительно вдвое превышает величину T_C манганита на основе Pr, а ниже T_C этот манганит является хорошим металлом. В рамках сформулированной выше модели отличие магнитных и транспортных свойств в обсуждаемых соединениях должно быть связано с ослаблением двойного обмена $\text{Mn}^{3+} \leftrightarrow \text{O}^{2-} \leftrightarrow \text{Mn}^{4+}$ при замене ионов лантана на празеодим. Таким образом, относительно слабый двойной обмен в $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ способствует сохранению

неметаллического характера проводимости в манганитах до концентраций стронция, очень близких к $x = 1/4$. С фундаментальной точки зрения данный факт представляет большой интерес, поскольку в этом случае возникает принципиальная возможность дать ответ на вопрос относительно существования в ферромагнитных манганитах квазистатического зарядового упорядочения по типу $1/4$. Ответ на поставленный вопрос и составляет основную цель настоящей работы.

В широком температурном интервале исследовали структурное и магнитное состояние манганитов $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.22, 0.24$). По результатам измерения магнитной восприимчивости и электросопротивления установлено, что исследуемые манганиты относятся к классу ферромагнитных полупроводников. Картины упругого рассеяния тепловых нейтронов свидетельствуют, что в интервале 4.2 - 350К структура манганитов является орторомбической (пространственная группа Pnma) с хорошо развитым кооперативным эффектом Яна--Теллера. Наиболее подробно изучена ядерно-магнитная сверхструктура с волновым вектором $\vec{q} = (2\pi/2a, 0, 2\pi/2c)$. Показано, что эта сверхструктура свидетельствует о существовании в данных манганитах зарядового упорядочения по типу "1/4".

1.3 Нейтрондифракционное исследование структуры кристалла ZnSeV

Хорошо известно, что полупроводники II–VI с ионно-ковалентными связями, легированные 3d-переходными элементами, например $\text{ZnO} : \text{Co}$ и $\text{ZnSe} : \text{Cr}$, представляют как практический, так и фундаментальный интерес. Ранее в наших работах подробно исследовалось методом дифракции нейтронов структурное состояние кристаллов $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}^{2+}\text{Se}$ и $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}^{2+}\text{Se}$ с уровнями легирования $x = 0.0025$ и 0.0029 соответственно. Было показано, что структурное состояние данных кристаллов является пространственно неоднородным. При этом средний размер структурной неоднородности составляет около десяти нанометров, т. е. существенно превышает величину параметра решетки селенида цинка. Было установлено также, что контраст нанообласти в исследованных кристаллах обусловлен поперечными смещениями ионов селена и цинка, источником которых являются, по-видимому, ян-теллеровские (ЯТ) деформации решетки вокруг ионов Ni^{2+} и Cr^{2+} . Для того чтобы основные выводы были более обоснованными, проведено дополнительное исследование структурных искажений в соединении $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}^{2+}\text{Se}$ с относительно низким уровнем легирования ($x = 0.0006$) и измерение температурной зависимости скорости поперечных ультразвуковых волн в кристалле $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}^{2+}\text{Se}$ ($x = 0.0029$). Сравнение сдвиговых деформаций, наблюдаемых в экспериментах по дифракции нейтронов, и результатов по размягчению упругих сдвиговых модулей, полученных по температурной

зависимости скорости ультразвука, позволяет сделать надежное заключение о типе деформации решетки вокруг примесного центра за счет эффекта Яна-Теллера (ЭЯТ) при низкой температуре.

Проведено также нейтронное изучение структурных искажений в соединении $Zn_{1-x}V^{2+}Se$. В связи с тем, что ионы V^{2+} и Ni^{2+} имеют одинаковую симметрию орбитального вырождения основного состояния $4T_1$ и $3T_1$, можно ожидать одинаковый характер наноразмерных сдвиговых смещений ионов Se и Zn в соединениях ZnSe. Проверка этого положения является основной целью данной работы.

Методом дифракции тепловых нейтронов впервые исследовалось структурное состояние полупроводниковых кристаллов $Zn_{1-x}V^{2+}_xSe$ ($x=0.0018$) и $Zn_{1-x}Cr^{2+}_xSe$ ($x=0.0006$) при 300 и 120 К. Методом дифракции тепловых нейтронов впервые исследовали структурное состояние полупроводников $Zn_{1-x}Ni_xSe$ ($x=0.0025$), $Zn_{1-x}Cr_xSe$ ($x=0.0029$). Обнаружено, что дифракционные картины кристаллов содержат области диффузного рассеяния вблизи брэгговских отражений исходной кубической решетки. Результаты эксперимента обсуждаются во взаимосвязи с ранее полученной информацией по дифракции нейтронов и распространению ультразвука в соединениях $Zn_{1-x}Ni^{2+}_xSe$ ($x=0.0025$), $Zn_{1-x}Cr^{2+}_xSe$ ($x=0.0029$). Показано, что диффузное рассеяние обусловлено наноразмерными сдвиговыми деформациями решетки ZnSe, типы которых определяют ян-теллеровские 3d-ионы. Обнаружены крупномасштабные сдвиговые смещения атомов решетки ZnSe, которые, как предполагается, индуцируются ян-теллеровскими ионами Cr^{2+} и Ni^{2+} . Представлены результаты исследований примесной теплоемкости твердых растворов $Zn_{1-x}M_xSe$ ($M = Cr^{2+}, Ni^{2+}$) в интервале температур 1.8 - 20 К. Описан и применен теплоемкостный метод для определения энергии внутрицентровых переходов в этих системах. Обсуждается роль эффекта Яна-Теллера в формировании низкоэнергетических возбужденных состояний 3d-ионов в ZnSe.

1.4 Изохронные температурные отжиги облученных быстрыми нейтронами соединений R_2Fe_{17}

В настоящее время наиболее перспективными в качестве постоянных магнитов считаются интерметаллические соединения Re_2Fe_{17} , в которых содержится наибольшее количество железа (в расчете на *Re* - атом). Из-за конкурирующих антиферро- и ферромагнитных взаимодействий температура Кюри (T_C) этих соединений низкая. Для выяснения природы этого взаимодействия и пути возможного повышения T_C необходим экспериментальный поиск закономерностей изменения магнитного состояния.

Чаще всего для этого используют введение в решетку дефектов атомного масштаба

(легирование подрешетки железа другими элементами, внедрение в междоузлия легких атомов и т.п.). Но при этом меняется стехиометрия образца и трактовка результатов довольно неоднозначна. Для устранения подобной неоднозначности необходимы методы изменения магнитного состояния без изменения состава образца. Таких методов два - внешнее давление и облучение быстрыми нейтронами.

Интерметаллические соединения R_2Me_{17} ($R=Y, Ce, Lu, Er$; $Me=Fe, Ni$) были выплавлены методом левитации в индукционной печи, затем были подвергнуты гомогенизирующему отжигу при температуре 1300 К в течение 24 часов с последующей закалкой в воде. Аттестацию образцов проводили методом порошковой нейтронографии высокого разрешения ($\Delta d/d \sim 0.2\%$). Численные значения структурных параметров получали из обработки экспериментальных нейтронограмм методом полнопрофильного анализа Ритвелда с использованием программы FullProf. Фурье-карты распределения атомной плотности внутри элементарной ячейки были построены с помощью подпрограммы GFourier. Температуры магнитных превращений сплавов были установлены в ходе измерений температурных зависимостей ac восприимчивости в интервале 4.2-1000 К. Образцы были облучены в вертикальном канале в зоне реактора ИВВ-2М при $T \sim 350$ К быстрыми нейтронами энергией $E > 1$ МэВ.

Показано, что после облучения образцов Y_2Fe_{17} быстрыми нейтронами температура Кюри в них увеличивается до 340 К. Это повышение объясняется расширением элементарной ячейки при облучении из-за возникновения сложного типа дефектов, перераспределения атомов железа в свободные междоузлия, обмен гантелей атомов железа и иттрия местами.

В облученных образцах Ce_2Fe_{17} было найдено полное подавление антиферромагнитного состояния, характерного для исходного образца, переход в ферромагнитное состояние с температурой Кюри $T_C=320$ К. Согласно структурным исследованиям такие изменения связаны с увеличением объема при разупорядочении кристаллической решетки. Это согласуется с концепцией зависимости температуры Кюри от межатомных расстояний.

Изохронные отжиги были выполнены на образце Ce_2Fe_{17} , облученном быстрыми нейтронами флюенсом $1.3 \times 10^{19} \text{ см}^{-2}$ в вакууме. При изохронных отжиге наблюдается две стадии, на первой до 400 С, температура Кюри увеличивается до $T_C=355$ К, а на второй до 700 С наблюдается резкое падение до $T_C=150$ К. Из нейтронографических исследований найдено, что объем элементарной ячейки уменьшается с повышением температуры отжига, причем на зависимости объем – температура наблюдается излом в области $T=400$ С. Такое поведение, в целом, согласуется с данными магнитных измерений (две стадии

отжига).

Анализ полученных результатов показывает, что существуют определенные корреляции между T_C и объемом решетки, а также корреляции между T_C и отношением c/a . Показано, что величина T_C проходит через максимум при определенном значении межатомного расстояния в «гантелях» атомов железа. Это указывает на более сложный механизм реализации магнитного состояния, которое, по-видимому, определяется реальным распределением атомов железа в решетке, а в $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$ при сохранении стехиометрии магнитное состояние может меняться в значительных пределах, практически от 0 до 300 К.

1.5 Фазовые соотношения и кристаллическая структура системы La-Sr-Fe-Ni-O

Актуальность работы обусловлена тем, что сложнооксидные соединения на основе редкоземельных, щелочноземельных элементов и 3d-переходных металлов имеют широкое потенциальное применение в технике, например, как катодные материалы SOFC. Особый интерес представляет возможность создания на основе замещенных ферритов с перовскитной структурой смешанных электронно-кислородных проводников - керамических мембран для переработки природного газа. Кроме того, в этих материалах могут реализоваться уникальные магнитные и электрические свойства, которые изменяются при воздействиях различного типа (температура, давление и пр.).

Исследованы фазовые равновесия в системах La-Sr-Fe-Ni-O при 1100°C на воздухе. Образцы для исследования были синтезированы по стандартной керамической, цитратной и глицин-нитратной технологиям. Фазовый состав и структурный анализ проводили методом порошковой рентгеновской дифракцией для закаленных с 1100°C до комнатной температуры образцов. Для исследуемых твердых растворов были уточнены параметры, объем элементарных ячеек и структурные характеристики методом полнопрофильного анализа Ритвелда. По результатам рентгенофазового анализа в системе Sr – Fe – Ni – O при 1100°C на воздухе обнаружено образование твердых растворов общего состава $\text{Sr}_3(\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x)_2\text{O}_{7-\delta}$ ($0 < x \leq 0.15$, пр. гр. $I4/mmm$) и $\text{SrFe}_{1-y}\text{Ni}_y\text{O}_{3-\delta}$ ($0 < y \leq 0.075$, пр. гр. $Cmmm$). Показано, что в условиях эксперимента структура для твердого раствора $\text{SrFe}_{1-y}\text{Ni}_y\text{O}_{3-\delta}$ ($0 < y \leq 0.075$) наилучшим образом описывается в рамках орторомбической симметрии (пр. гр. $Cmmm$), чем тетрагональной (пр. гр. $I4/mmm$). Наблюдаемое уменьшение уточненных параметров и объема элементарных ячеек с увеличением содержания никеля для обеих фаз $\text{Sr}_3(\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x)_2\text{O}_{7-\delta}$ и $\text{SrFe}_{1-y}\text{Ni}_y\text{O}_{3-\delta}$ может быть связано с размерным фактором: ионный радиус Fe^{3+} ($r = 0.645 \text{ \AA}$) больше, чем ионный радиус Ni^{3+} ($r = 0.56 \text{ \AA}$).

На основании полученных массива экспериментальных данных было построено

изобарно-изотермическое сечение фазовых диаграмм для квазитройных систем SrO–Fe₂O₃–NiO и La₂O₃–Fe₂O₃–NiO.

1.6 Изучение кристаллической структуры и фазовых переходов Me₃PO₄

(M=K, Rb, Cs) в высокотемпературной области

Электрохимический способ преобразования энергии имеет ряд преимуществ перед традиционными методами переработки природных топливных ресурсов, использующихся в «большой» энергетике. Однако электрохимические процессы наиболее эффективны при высоких температурах (400-1000⁰C), что создает определенные трудности при выборе подходящих, совместимых друг с другом материалов. Это и является сдерживающим фактором быстрого развития электрохимической энергетике. Поэтому остается актуальной задача направленного воздействия на свойства твердых электролитов с целью повышения их проводимости и энергоемкости, понижения рабочей температуры и агрессивности по отношению к окружающей среде. Для успешного решения этой задачи необходимо понимание природы и механизма возникновения суперионного состояния (СИС), которое пока до конца не достигнуто и является одним из важнейших вопросов физики и химии твердых электролитов.

К перспективным твердым электролитам относятся суперионики Me₃PO₄ (M=K, Rb, Cs). Их низкотемпературная структура была неизвестна и поэтому необходимо изучить кристаллическое состояние сначала при комнатной температуре. Модель кристаллической решетки была впервые предложена Ворониным В.И., и др. «Кристаллическая структура низкотемпературной модификации ортофосфата калия K₃PO₄» (Неорганические материалы, 2006. Т. 42. №8. Стр. 1001-1006).

Для синтеза Rb(Cs)₃PO₄ применяли метод взаимодействия карбоната щелочного металла с однозамещённым ортофосфатом аммония при нагревании. Такой способ широко используется при получении фосфатов. Исходными веществами служили NH₄H₂PO₄ и Rb₂CO₃ или Cs₂CO₃.

Структурные исследования проводили методом дифракции нейтронов. Для кислородсодержащих соединений этот метод предпочтительнее рентгеновского метода, поскольку лёгкие атомы (к которым относится и кислород) имеют низкую рассеивающую способность по отношению к рентгеновским лучам.

Оказалось, что вид нейтронограмм аналогичен нейтронограммам для K₃PO₄, кристаллическая структура низкотемпературной фазы которого ранее была установлена нами. Поэтому для уточнения структурных параметров исследуемых соединений использовалась модель кристаллической решетки K₃PO₄.

Определена кристаллическая структура низкотемпературных модификаций твердых электролитов Rb_3PO_4 и Cs_3PO_4 . Решетка является слоисто-блочной. Блоки образованы из октаэдров $[MeO_6]$ ($Me=Rb, Cs$) и тетраэдров $[PO_4]$. В межблочном пространстве располагаются слои, сформированные из цепочек щелочных металлов. Проводимость низкотемпературных модификаций Me_3PO_4 при комнатной температуре главным образом обусловлена наличием одномерных непрерывных цепочек из атомов Me вдоль направления $[001]$. Величина проводимости увеличивается, а энергия активации уменьшается с ростом размера иона щелочного металла, что связано с ослаблением силы связи катион – кислород.

Выполнены высокотемпературные нейтронографические исследования данных супериоников. При повышении температуры наблюдается резко анизотропное расширение элементарной ячейки. При достижении температуры перехода в суперионное состояние происходит структурный переход в кубическую решетку, но с неожиданным скачкообразным уменьшением объема. При этом наблюдается возникновение дополнительного диффузного рассеяния, а также возрастанию теплового множителя для щелочных металлов. Эти процессы, скорее всего, свидетельствуют о «плавлении» подрешетки щелочных металлов. Наряду с трехмерным упорядочением каналов проводимости при фазовом переходе в кубическую структуру эти процессы способствуют высокой проводимости по катионам ортофосфатов щелочных металлов в суперионном состоянии. Полученные зависимости структурных параметров хорошо согласуются с данными по проводимости, согласно которым проводимость увеличивается с ростом температуры и испытывает скачок при температурах, при которых наблюдается переход в высокотемпературную кубическую модификацию.

1.7 Локализация водорода в интерметаллическом соединении Hf_2Co

В настоящее время значительное внимание к подобным системам возобновлено в связи с развитием работ по водородной энергетике. Природа формирования в материалах состояния с высокой подвижностью водорода относится к числу наиболее важных нерешенных проблем. В то же время, растет число экспериментальных данных, свидетельствующих о тесной связи структурных особенностей реальной кристаллической решетки и подвижности водорода. Считается, что количество поглощенного водорода и его подвижность в решетке определяются межатомными расстояниями и локальным окружением водорода в ячейке, которые различны для разного типа структур и элементов. В силу важности реальной кристаллической структуры интерметаллидов, в том числе собственной подрешетки водорода, для выяснения критерия формирования состояния с

высокой подвижностью водорода необходимо применять экспериментальные методы, позволяющие, с одной стороны, исследовать тонкие структурные особенности водородной подрешетки решетки, с другой стороны, чувствующие динамику движения. В качестве основного метода исследования водородной подрешетки планируется использовать дифракцию нейтронов. В отличие от дифракции рентгеновских лучей, дифракция нейтронов позволяет надежно определять позиции легких атомов.

Одними из перспективных материалов для водородной энергетики являются соединения со структурой типа Ti_2Ni , которые могут обратимым образом поглощать до 5 атомов водорода на формульную единицу. В то же время они могут являться и модельными объектами для изучения причин высокой подвижности водорода в решетке. Вначале мы исследовали изоструктурное Hf_2Co интерметаллическое соединение $Ti_2CoH_x(D_x)$. Для нейтронографических исследований водород замещался дейтерием, у которого маленькое сечение некогерентного рассеяния нейтронов. Были выполнены комплексные исследования (ЯМР, упругое и неупругое рассеяние нейтронов). Найдены места локализации водорода (дейтерия), найдены доказательства быстрого движения водорода при повышении количества атомов водорода на формульную единицу до 1. На основе кристаллографических данных показаны возможные пути этого движения (минимальные расстояния водород – водород и неполное заполнение возможных мест локализации).

1.8 Исследование кирального рассеяния поляризованных нейтронов в монокристалле $TbNi_5$

В $TbNi_5$ наблюдается магнитный фазовый переход типа «несоизмеримая магнитная структура – магнитная структура с «замерзшим волновым вектором (look-in структура). Имеющиеся экспериментальные данные не позволяют сделать вывод о причинах перехода. Наш эксперимент с поляризованными нейтронами был ориентирован на выяснение этих причин.

Образец – сферической формы монокристалл $TbNi_5$ был выращен в Институте физики металлов. Аттестация образца и установление его кристаллографических осей были проведены рентгено- и нейтронографическими методами. Установлено, что монокристалл имеет гексагональную структуру типа $CaCu_5$.

Измерения на поляризованных нейтронах были выполнены в Институте им. Ганна-Мейтнер (Берлин, Германия) на спектрометре E-1. Установлены температурные и полевые зависимости поляризации нейтронов в интервале температур 1.8 – 35 К и полей 0 – 50 кЭ.

Обнаружено, что температурная зависимость поляризации нейтронов имеет две

аномалии. Одна из них наблюдается в точке перехода порядок-беспорядок (23 К), другая - при переходе из несоизмеримой магнитной структуры в look-in структуру. Обнаружена сильная зависимость поляризации от внешнего поля.

2 Маркетинговые исследования

Хорошо известно, что рассеяние тепловых нейтронов предоставляет уникальную возможность изучения особенностей фазовых переходов в различных системах вблизи критической температуры фазового перехода. Однако, в последние годы начаты широкие исследования так называемых квантовых фазовых переходов, т. е. фазовых переходов, которые происходят при температуре абсолютного нуля в квантовых системах. Такие квантовые системы могут испытывать фазовый переход при нулевой температуре при вариации уже не температуры, а некоторого другого контрольного параметра, например, давления, магнитного поля, концентрации и т.п. Квантовые фазовые переходы возникают в результате конкуренции основных состояний фаз и их можно классифицировать как переходы первого рода и непрерывные переходы. Точка перехода в непрерывных фазовых переходах – квантовая критическая точка – обычно характеризуется специфическими критическими возбуждениями, которые могут приводить к таким необычным поведениям, как нетривиальные степенные зависимости физических величин или к неферми-жидкостной картине в широкой области фазовой диаграммы. Замечательно, что порядок в квантовых системах разрушается не тепловыми, а квантовыми флуктуациями. Однако, экспериментальная реализация квантовых фазовых переходов при нуле температур невозможна. В реальности, все измерения, конечно, проводятся при конечных, хотя и достаточно малых температурах. К счастью, роль квантовых флуктуаций не ограничивается случаем нулевой температуры. При конечной температуре на фазовой диаграмме вблизи квантовой критической точки существует довольно обширная область, где главную роль в формировании физических свойств играют как квантовые флуктуации, так и тепловые. Чтобы проводить исследования веществ в такой квантовой критической области с помощью нейтронов, необходимо иметь соответствующее оборудование, позволяющее проводить прецизионные измерения при в широком диапазоне температур, начиная от самых малых.

Последние десятилетия характеризуются интенсивным развитием криогенной техники. С самых ранних пор и, в большинстве случаев, до настоящего времени получение криогенных температур происходит следующим образом: хладагенты, обычно жидкий гелий, жидкий водород или жидкий азот, производятся на ожижителях и в сосудах доставляются потребителю. Из сосудов по трубопроводам, хладагенты подаются в промышленные аппараты или экспериментальные установки (криостаты, термостаты и т.п.). Отработавшие азот и водород запасы которых на земле велики, обычно сбрасываются в атмосферу, а гелий собирается, очищается и возвращается в технологический цикл. Но, тем не менее, при выполнении технологических операций

некоторое количество гелия рассеивается в атмосферу и его повторное извлечение исключается. При работе с таким летучим продуктом как гелий, несмотря на принятие специальных мер, величина потерь довольно значительна, около 10%, что составляет, в условиях нейтронного материаловедческого комплекса на реакторе ИВВ-2М, примерно 250 м³ в год. Кроме необратимых потерь гелия, возобновление запасов газа связано со значительными материальными затратами, порядка 100 тыс. рублей в год.

В последние годы широкое распространение получили малогабаритные гелиевые криорефрижераторы замкнутого цикла, позволяющие получать температуру на теплопроводе на уровне 4К. Хладопроизводительность таких установок незначительна – 0.1-1.5 Вт., но эта величина вполне удовлетворяет требования экспериментаторов при выполнении достаточно широкого круга исследований, в том числе и при проведении нейтронографических исследований на нейтронных пучках реактора ИВВ-2М.

В рамках выполнения данного контракта был проведен маркетинговый поиск производителей, поставляющих криорефрижераторы замкнутого цикла и сухие гелиевые криостаты шахтного типа для нейтронных исследований, и российских дилеров, представляющих эти фирмы.

Проведен анализ технических характеристик оборудования, предлагаемых фирмами цен и опрос российских пользователей криостатов подобного типа. На основании анализа были определены: оптимальные технические требования; состав комплекта поставляемого оборудования; предлагаемая цена комплекта, календарные сроки и условия поставки, срок действия договора поставки. Возможными поставщиками необходимого оборудования в России являются Компания "РТИ, Криомагнитные системы" (Москва), ООО"Криосистемы" (Москва). ОИЯИ (Дубна).

В соответствии с Федеральным законом № 94-ФЗ от 21 июля 2005 года «О размещении заказов на поставки товаров, выполнение работ, оказание услуг для государственных и муниципальных нужд» объявлен конкурс на поставку указанного оборудования (Техническое задание на поставку дано в Приложении Б).

3 Сведения об услугах коллективного пользования

В 2007 году на пяти экспериментальных установках атомного реактора ИВВ-2М, доступных для внешних пользователей, оказываются услуги в проведении нейтронных исследований кристаллических и магнитных структур, фазовых переходов и возбуждений в металлах, сплавах и соединениях, в том числе, облученных быстрыми нейтронами. В отчетном периоде:

Количество эксплуатационных дней реактора в первом полугодии - 125 суток, в

том числе:

- внутреннее использование: 100 экспериментов/10000 часов,
- национальное использование: 60 экспериментов/6000 часов,
- международное использование: 20 экспериментов/2000 часов.

В среднем время на установках распределяется следующим образом (%):

- долгосрочные проекты: 75%,
- индивидуальные эксперименты: 20%,
- срочные эксперименты: 5%.

Услуги коллективного пользования предоставлялись:

- Институту химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,
- Институту высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,
- Институту электрофизики УрО РАН, Екатеринбург.
- Институту металлургии УрО РАН, Екатеринбург.
- Институту реакторных материалов ФААЭ, г. Заречный.
- УрГУ, г. Екатеринбург.
- ОИЯИ, г. Дубна.
- РФЯЦ-ВНИИТФ, г. Снежинск.
- МИСИС, г. Москва.
- ИНХ СО РАН, г. Новосибирск.

В целях расширения сотрудничества к реализации работ привлекаются партнеры как в России, так и за рубежом.

4 Программа и концепция развития УСУ до 2010 года

4.1 Концепция развития УСУ

Развитие высокотехнологичных секторов экономики в современном мире невозможно без широкого внедрения нанотехнологий и наноматериалов, представляющих новейшее направление в современной науке и технике. Методы рассеяния нейтронов позволяют получать наиболее детальную информацию о свойствах наносистем и материалов на микроскопическом уровне. Главной целью является установление взаимосвязи между структурой объектов на атомном уровне и их физическими и технологическими свойствами.

В современной промышленности и технике широко применяются новые материалы, способные обеспечить работу изделий в разнообразных, зачастую экстремальных условиях, продлить ресурс их работы, или сделать более технологичным

их производство. Отличительной особенностью многих из этих материалов является их многокомпонентный характер. В связи с этим остро стоит проблема исследования поведения многокомпонентных систем, причем не только на макро-, но и на микроуровне, т.е. требуется получение данных о поведении зерен, слагающих данные материалы, о процессах, развивающихся на их границах. Очень важно иметь возможности исследовать поведение материалов непосредственно в процессе приложения к ним различных воздействий и нагрузок, а также иметь устройства, обеспечивающие неразрушающий контроль готовых изделий. Чрезвычайно важной является надежная информация о локальных напряжениях, возникающих в облучаемых материалах при введении радиационных дефектов атомного масштаба и определяющих основные процессы структурно-фазовых превращений.

Именно, методы, основанные на дифракции нейтронов, дают уникальную надежную объемную информацию о природе образования и растворения фаз под воздействием облучения. В России исследования внутренних напряжений с помощью нейтронографии ведутся лишь на фурье-дифрактометрах в ОИЯИ и ПИЯФ, которые не могут полностью удовлетворить имеющуюся острую потребность в их дальнейшем развитии, что весьма актуально для материаловедения и развития новых технологий. Исследования внутренних напряжений, возникающих в конструкционных материалах в результате радиационного воздействия, в настоящее время не проводятся в связи с отсутствием специализированных приборов.

4.2 Специализированный стресс-дифрактометр

Объединенными усилиями коллективов Института физики металлов УрО РАН (Екатеринбург) и Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ (Дубна) с учетом накопленного мирового опыта был спроектирован и в 2006 году создан специализированный стресс-дифрактометр для исследования радиационных повреждений конструкционных материалов и определения внутренних напряжений с помощью дифракции нейтронов. Прибор оснащен монохроматором с совершенным монокристаллом кремния регулируемой кривизны производства Чешского института ядерной физики. Такой выбор обеспечивает наилучшую вариабельность конструкции для решения широкого круга задач и обеспечивает очень хорошие характеристики, сравнимые с ведущими зарубежными приборами. Стресс-дифрактометр планируется установить в 2007-2008 годах на одном из исследовательских ядерных реакторов России. Исследования внутренних напряжений, возникающих в конструкционных материалах в результате радиационного воздействия, в настоящее время планируется на нейтронном дифрактометре высокого разрешения Д-7

(модернизация прибора для таких целей будет завершена в июне-июле с.г.).

4.3 Создание специализированного дифрактометра для исследования наноматериалов

Для исследования нанокристаллических структур с помощью нейтронов на атомном реакторе ИВВ-2М в 2007-2010 годы предполагается создать специализированный спектрометр, который должен иметь ряд особенностей, отличающих его от обычных нейтронных дифрактометров для кристаллических образцов. Эти особенности, в некоторой степени, взаимоисключающие. Например, данные о субструктуре наноматериалов могут быть получены только из рассеяния в области малых переданных импульсов, что достигается применением большой длины волны падающих нейтронов. Напротив, для структурных аспектов необходимы измерения в широком интервале значений переданных импульсов, что требует использования нейтронов с короткой длиной волны. Для реализации этого проекта в ближайшее будущее предполагается разработать соответствующий технический проект.

4.4 Модернизация существующего оборудования и приобретение нового оборудования

С целью обеспечения мероприятий по оснащению данной уникальной установки современным прецизионным научным оборудованием и специализированными системами и существенного расширения возможностей проводимых в настоящее время нейтронных исследований конденсированного состояния различных веществ необходимо в 2007-2008 годы приобрести криорефрижератор на импульсных трубках фирмы Sumitomo (Япония), модель RP-052A в комплекте с термометрией фирмы Lake Shore Cryotronics (США) и криостатом шахтного типа разработки ЛНФ ОИЯИ.

В последующие годы предполагается приобрести автоматический рентгеновский дифрактометр общего назначения ДРОН-7, производства НПП «Буревестник», Россия. Рентгеновский дифрактометр предназначен для решения широкого круга аналитических, технологических и научно-исследовательских задач материаловедения – одной из центральных тем исследований на УСУ «Атомный реактор ИВВ-2М, рег. № 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ УрО РАН).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Краткие выводы

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы в рамках первого этапа НИР «2007-7-1.8-00-03-005 «Нейтронные исследования особенностей структуры наноматериалов, кристаллических материалов со специальными свойствами (в том числе, конструкционных материалов для атомной энергетики в исходном состоянии и облученных в процессе эксплуатации), композиционных и керамических материалов на исследовательском водо-водяном атомном реакторе ИВВ-2М (Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ УрО РАН)», выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы» в рамках Государственного контракта от «19» апреля 2007 г. № 02.518.11.7026

Синтезирован необходимый для запланированных исследований набор образцов.

Проведены облучения образцов флюенсами быстрых нейтронов $\Phi \sim (10^{17} - 10^{20}) \text{ см}^{-2}$.

Исследованы структурные, магнитные и электронные свойства синтезированных образцов.

Проведены маркетинговые исследования по закупаемым научным приборам и оборудованию:

- Гелиевый криорефрижератор замкнутого цикла на импульсных трубках.
- Криостат шахтного типа для криорефрижератора.
- Вакуумный пост.

Объявлен конкурс на закупку этого оборудования.

Разработана программы и концепция развития УСУ до 2010 года.

Краткие результаты исследования структурных, магнитных и электронных свойств синтезированных образцов:

1. Определена магнитная структура и найдены транспортные свойства атомно-разупорядоченного кристалла двумерного манганита $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$.
2. Для манганитов $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ определена магнитная структура и ядерно-магнитная сверхструктура, ответственная за зарядовое упорядочение.
3. Обнаружена способность 3d примесей индуцировать в полупроводнике $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{Se}$ крупномасштабные сдвиговые деформации решетки, размеры которых существенно увеличиваются при понижении температуры.

4. Показано, что после облучения образцов Y_2Fe_{17} быстрыми нейтронами температура Кюри в них увеличивается до 340 К. В облученных образцах Ce_2Fe_{17} обнаружено полное подавление антиферромагнитного состояния, характерного для исходного образца, найден переход в ферромагнитное состояние с температурой Кюри $T_C=320K$.
5. Построено изобарно-изотермическое сечение фазовых диаграмм для квазитройных систем $SrO-Fe_2O_3-NiO$ и $La_2O_3-Fe_2O_3-NiO$.
6. Определена кристаллическая структура низкотемпературных модификаций супериоников Me_3PO_4 ($Me=K, Rb, Cs$).
7. Определены позиции локализации водорода в интерметаллическом соединении Hf_2Co .
8. Обнаружено, что температурная зависимость поляризации нейтронов в $TbNi_5$ имеет аномалии в точке перехода порядок-беспорядок (23 К) и при переходе из несоизмеримой магнитной структуры в look-in структуру. Обнаружена сильная зависимость поляризации от внешнего поля.

Научная значимость работы

Полученные результаты вносят вклад в понимание таких актуальных проблем физики твердого тела, как особенности формирования магнитных структур в соединениях переходных металлов, а также способствуют появлению новых физических идей для построения фундаментальной теории сильнокоррелированных систем. Результаты, полученные при изучении радиационных эффектов в модельных сплавах, в рабочих и кандидатных материалах для ядерной энергетики являются важными для разработки новых радиационно-стойких конструкционных материалов для новой техники и повышения безопасности эксплуатации существующей.

Практическая значимость работы

Результаты, полученные при изучении радиационных эффектов в упорядоченных модельных сплавах и соединениях переходных металлов являются важными для разработки новых радиационно-стойких конструкционных материалов для ядерной энергетики. Изучавшиеся материалы с гигантским магнитосопротивлением рассматриваются как перспективные для создания датчиков и элементов запоминающих устройств для ЭВМ. Изучение особенностей строения твердых электролитов важно для создания новых источников энергии.

Предполагаемое использование результатов НИР

- Использование новых научных данных для последующей интерпретации природы и сущности физики магнитных явлений в соединениях редкоземельных и переходных металлов.
- Использование новых научных данных для определения возможных физических механизмов формирования экстремальных свойств материалов.
- Использование радиационного облучения для модификации свойств материалов (направленное изменение магнитных, электрических и прочностных свойств).
- Использование нейтронографических данных для улучшения эксплуатационных свойств функциональных материалов, применяемых в практике (в частности, для ядерной и термоядерной энергетики)

Апробация работы

По результатам исследований опубликованы 14, сделано 18 докладов на конференциях.

Список публикаций

Статьи:

1. С. Ф. Дубинин, В. Е. Архипов, Ю. Г. Чукалкин, С. Г. Теплоухов, В. Д. Пархоменко, Я. М. Муковский. Магнитная структура и транспортные свойства атомно-разупорядоченного кристалла двумерного манганита $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$. ФТТ, 2007, т. 49, в. 2, с. 297-303.
2. С. Ф. Дубинин, С. Г. Теплоухов, В. Е. Архипов, В. Д. Пархоменко, Э. А. Нейфельд, А. В. Королев, Н. А. Угрюмова, Я. М. Муковский. Зарядовое упорядочение в кристаллах ферромагнитных манганитов $\text{Pr}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.22, 0.24$). ФТТ, 2007, т. 49, в. 4, с. 704-710.
3. 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, в. 7, с. 1177-1182.
4. Е. А. Шерстобитова, А. Ф. Губкин, А. В. Захаров, А. Е. Теплых, А. А. Подлесняк, С. Н. Гвасалия, Д.-Г. Парк, Н. В. Баранов, А. Н. Пирогов. Нейтронографическое исследование метамагнитного перехода в $\text{Tb}_{0.1}\text{Tm}_{0.9}\text{Co}_2$. ФТТ, 2007, т. 49, в. 7, с. 1246-1250.
5. А. П. Вохмянин, Ю. А. Дорофеев, А. И. Курбаков, А. Н. Пирогов, Ю. Н. Скрябин. Магнитная структура Er_5Si_3 при $T < 20$ К. Кристаллография, 2007, т. 52, в. 3, с. 454-457.
6. Е. А. Шерстобитова, К. А. Козлов, А. Е. Теплых, Ю. А. Дорофеев, Ю. Н. Скрябин, А. Н. Пирогов. Зонный метамагнитный переход в соединениях $\text{Tb}_x\text{Nd}_{1-x}\text{Co}_2$. Кристаллография, 2007, т. 52, в. 3, с. 458-461.
7. В. Г. Кулеев, Т. П. Царькова, А. П. Ничипурук, В. И. Воронин, И. Ф. Бергер. Исследование причин существенных различий величин коэрцитивной силы, остаточной намагниченности и начальной магнитной проницаемости ферромагнитных сталей в нагруженном и разгруженном состояниях при их пластическом растяжении. ФММ, 2007, т. 103, в. 2, с. 136-146.
8. Ю. Г. Чукалкин, А. Е. Теплых. Эффекты структурного разупорядочения в манганите $\text{La}_{0.825}\text{Ba}_{0.175}\text{MnO}_3$. ФММ, 2007, т. 104, в. 1, с. ?.
9. В. И. Соколов, А. Т. Лончаков, С. М. Подгорных, С. Ф. Дубинин, С. Г. Теплоухов, В. Д. Пархоменко, Н. Б. Груздев. Эффект Яна-Теллера и сдвиговые деформации решетки в твердых растворах $\text{Zn}_{1-x}\text{MxSe}$. ФНТ, 2007, т. 33, No 2/3, с. 276-281.
10. A. V. Skripov, A. L. Buzlukov, A. V. Soloninin, V. I. Voronin, I. F. Berger, T. J. Udovic, Q. Huang, J. J. Rush. Hydrogen motion and site occupation in $\text{Ti}_2\text{CoH}_x(\text{D}_x)$: NMR and neutron scattering studies. Physica B 392 No. , pp. 353-360 (2007).
11. V.A. Cherepanov, L.Ya. Gavrilova, T.V. Aksenova, M.V. Ananyev, E. Bucher, G. Caraman, W. Sitte, V.I. Voronin. Synthesis, structure and oxygen nonstoichiometry of $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{Co}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$. Progress in Solid State Chemistry (2007),
12. Д. П. Козленко, С. В. Овсянников, В. В. Щенников, В. И. Воронин, Б. Н. Савенко. Термоэлектрические свойства манганита $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ при сверхвысоких давлениях до 20 ГПа. Письма в ЖЭТФ 85 No. , pp. 242-246 (2007).
13. D. P. Kozlenko, L. S. Dubrovinsky, I. N. Goncharenko, B. N. Savenko, V. I. Voronin, E. A. Kiselev, N. V. Proskurnina. Pressure-induced monoclinic distortion and charge and orbital ordering in $\text{La}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{MnO}_3$. Physical Review B, 2007, v. 75, p. 104408.
14. Е. А. Киселев, Н. В. Проскурнина, В. И. Воронин, В. А. Черепанов. Фазовые равновесия и кристаллическая структура фаз в системе La-Fe-Ni-O при 1370 К на воздухе. Неорганические материалы, 2007, т. 43, в. 2, с. 209-217.

Доклады:

1. 7-ой Международный Уральский семинар "Радиационная физика металлов и сплавов", Снежинск, 25 февраля - 3 марта 2007

1. А. В. Литвинов, В. А. Шабашов, В. В. Сагарадзе, К. А. Козлов, Н. Ф. Вильданова, В. И. Воронин. Получение дисперсно-упрочненных оксидами реакторных аустенитных сплавов на основе Fe-Ni инвара, легированного Ti и Zr. с. 66.
2. А. Мирмельштейн, Е. Клементьев, В. Воронин, И. Бергер, В. Щенников, Ю. Акшенцев, Д. Козленко. Влияние внешнего и химического давления на структуру промежуточно-валентного соединения CeNi. с.70.
3. В. Д. Пархоменко, С. Ф. Дубинин, В. Е. Архипов, Ю. Г. Чукалкин, С. Г. Теплоухов, Я. М. Муковский. Магнитная структура и транспортные свойства атомно-разупорядоченного кристалла двумерного манганита $La_{2-2x}Sr_{1+2x}Mn_2O_7$. с. 88.
4. Т. И. Арбузова, С. В. Наумов, В. И. Воронин, Б. А. Гижевский, А. Е. Козлов, Р. Г. Захаров, С. А. Петрова, Т. И. Филенкова. Влияние неравновесных состояний на обменное взаимодействие в наноструктурном $LaMnO_{3-\delta}$. с. 89.
5. Ю. Г. Чукалкин, А. Е. Теплых, Б. Н. Гощицкий. Модификация структурного и магнитного состояний окисных перовскитоподобных манганитов путем введения антиузельных дефектов. с. 90.
6. A. Karkin, Yu. Akshentsev, V. Goshchitskii. Insulator-to-Metal Transition in SmB_6 Induced by Neutron Irradiation. p. 92.
7. V. Goshchitskii, S. Naumov, N. Kostromitina, A. Karkin. Superconductivity and Transport Properties in $LaRu_4Sb_{12}$ Single Crystals Probed by Radiation-Induced Disorder. p. 100.
8. И. Ф. Бергер, В. И. Воронин, Н. В. Проскурнина, А. Е. Карькин, А. Г. Кучин, Б. Н. Гощицкий. Изменение кристаллической структуры и магнитных свойств Ce_2Fe_{17} после облучения быстрыми нейтронами и последующих изохронных отжигов. с. 101.
9. В. И. Воронин, Н. В. Проскурнина, Б.Н. Гощицкий. Локализация радиационных дефектов в решетке ВТСП после облучения быстрыми нейтронами. с. 102.

2. 4-й Международный симпозиум «Химия и химическое образование», 16-19 мая 2007, Владивосток

1. В.И. Воронин. Нейтронные исследования особенностей кристаллической структуры супериоников Me_3PO_4 ($Me=K, Rb, Cs$) в широком температурном интервале, 4-й Международный симпозиум "Химия и химическое образование", 16-19 мая 2007, Владивосток, с.60.

3. 4th European Conference on Neutron Scattering, 25-29 June 2007, Lund, Sweden

1. A. P. Vokhmyanin, Yu. N. Skryabin, A. E. Teplykh. Magnetic structure alloys of system $FeSn_2$ - $MnSn_2$.
2. P. Teplykh, A. Pirogov, N. Mushnikov, D. Scheptyakov, V. Pomjakushin, A. Teplykh. Crystal structure and magnetic state of $ErFe_2H_{3,0}$ and $ErFe_2D_{3,0}$.
3. A. E. Teplykh, S. G. Bogdanov, Yu. A. Dorofeev, A. N. Pirogov, Yu. N. Skryabin, V. G. Makotchenko, A. S. Nazarov, V. E. Fedorov. Structural State of Expanded Graphite Prepared from Intercalation Compounds and Composites this Basise.
4. V. D. Parkhomenko, S. F. Dubinin, Yu. G. Chukalkin, S. G. Teploukhov, V. E. Arkhipov, Yu. M. Mukovski. Defects and structure of a manganite $La_{0,85}Sr_{0,15}MnO_3$ crystal.

5. E. A. Sherstobitova, A. N. Pirogov, V. Sikolenko, R. Schedler, J.-G. Park, S. G. Bogdanov, Yu. N. Skryabin. Polarized neutron scattering on TbNi₅ single crystal.
6. N. V. Proskurnina, V. I. Voronin, I. F. Berger, D. V. Sheptyakov, E. I. Burmakin, G. S. Shekhtman. Alkali element sublattice melting - mechanism of occurrence of superionic condition in Me₃PO₄ (Me=K, Rb, Cs).
7. V. I. Voronin, I. F. Berger, N. V. Proskurnina, A. E. Karkin, A. G. Cuchin, B. N. Goshchitskii.
8. Neutron investigations of the crystal structure of R₂Fe₁₇ after fast neutron irradiation and subsequent isochronal annealing.

Криогенное спецоборудование:**Техническое задание на тендер**

Тендер объявляется на поставку в 2007 – 2008 годах комплекта «Лабораторное оборудование для низкотемпературных нейтронографических исследований»:

1. Лот 1 (2007 год)

Гелиевый криорефрижератор замкнутого цикла на импульсных трубках (типа SRP-082-F70 производства компании «Sumitomo» или аналог с хладопроизводительностью не менее 1Вт при 4.2К, с концентрической конфигурацией холодной головы и с водяным охлаждением) в составе:

- Холодная голова
- Компрессор 3 фазы 380В 50Гц (водоохлаждаемый)
- Соединительные шланги (длина 3 метра), кабель питания
- Термодатчики ТВО (910 Ом) или аналог калиброванные по 30 точкам в диапазоне 1.8-300К (4 штуки)
- Инструменты для подключения
- Техническое описание на русском языке

Стоимость поставки в Екатеринбург – не более 1 300 000.0 руб.)

Характеристики криорефрижератора замкнутого цикла:

- *Хладопроизводительность – не менее 1Вт при 4.2К;*
- *Геометрия холодной головы - концентрическая;*
- *Тип компрессора - водоохлаждаемый;*
- *Питание – трехфазное, 50Гц 380В;*
- *Калибровка термодатчиков в диапазоне 1.8-300К – не менее 30 точек;*

2. Лот 2 (2008 год)

Сухой гелиевый криостат шахтного типа (SHI-950T «Sumitomo» или аналог) с держателем образца, нагревателем, терморегулятором (Model 9700 «Scientific Instruments» или аналогом) и откачным стендом с турбонасосом (TSH 261/VVP 055-3, 230V, фирма «Pfeiffer Vacuum» или аналогом)

Для получения низких температур в шахтном криостате должен быть использован рефрижератор замкнутого цикла с импульсными трубками, поставляемый по **Лоту 1** (2007 г.). Замена образца не должна требовать снятия кожуха криостата и какой-либо другой разборки криостата. Замена образца в шахте производится по необходимости непосредственно на холодном криостате в потоке газообразного гелия. Нижнюю часть шахты выполнить в виде стакана, зашунтированного медным теплопроводом, который выравнивает температуру по высоте стакана. Криостат устанавливается на юстировочный стол нейтронного дифрактометра. Техническое описание на русском языке.

Характеристики криостата:

- *Диапазон рабочих температур – 4.2-350К;*

- **Точность** поддержания температуры в интервале 4.5 – 50 К не хуже $\pm 0,1\text{K}$ в интервале 50 – 350 К не хуже $\pm 0,2\text{K}$; градиент температуры по образцу не более 1 градуса тоже удовлетворяет;
- **Размеры** загружаемого образца – $\varnothing \sim 20$ мм, $H \sim 100$ мм и будут уточнены после заключения договора на поставку;
- **Высота** центра образца над установочной плитой криостата будет указана после заключения договора на поставку;
- **Диаметр** криостата - ~ 500 мм;
- **Материал** корпуса криостата и экрана первой ступени - алюминиевые сплавы типа АМЦ-2 (АМЦ-4);
- **Суммарная толщина** стенок корпуса и экранов до образца – не более 5 мм;

Условия поставки и сервисного обслуживания:

- Гарантийный срок на все оборудование - 12 месяцев.
- Поставщик обеспечивает послегарантийное сервисное обслуживание всего оборудования.
- Желательно наличие сервисного центра в России.
- Срок поставки на склад в Москву 12-14 недель для криорефрижератора.
- Срок изготовления 14-15 недель для криостата.
- Упаковка, доставка в Екатеринбург 1-2 недели.

Стоимость поставки в Екатеринбург – не более 1 100 000.0 руб.)

Продавец поставляет и устанавливает оборудование у Покупателя на основании Договора с предоплатой 100%.