

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. № 2298/3



УТВЕРЖДАЮ:  
Директор Института,  
академик РАН

В.В.Устинов

«15» июня 2008 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:

**ОБЕСПЕЧЕНИЕ РЕАЛИЗАЦИИ МЕРОПРИЯТИЙ ФЦП И  
ДРУГИХ НАУЧНЫХ ПРОЕКТОВ И ДООСНАЩЕНИЕ ИМЕЮЩЕГОСЯ  
СПЕЦИАЛИЗИРОВАННОГО КОМПЛЕКСА  
(промежуточный)**

*Этап третий*

Шифр 2007-7-1.8-00-03-005

Государственный контракт от «19» апреля 2007 г. № 02.518.11.7026  
Дополнительное соглашение от «20» сентября 2007 г. №1

Научный руководитель,  
чл.-корр. РАН

Б.Н.Гощицкий

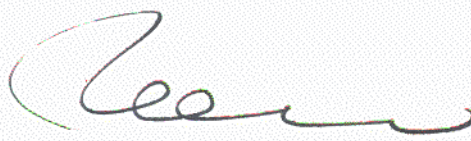
подпись, дата

14.06.08

Екатеринбург 2008

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы  
член-корр. РАН



подпись, дата

14.06.08

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

Исполнители темы:

зав. отделом,  
д.ф.-м.н.,  
профессор

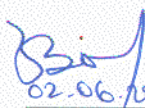


подпись, дата

02.06.2008

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

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



подпись, дата

02.06.2008

В.И. Бобровский  
(1.3, 1.9)

ст. научн. сотр.,  
к.ф.-м.н.



подпись, дата

02.06.08

В.И. Воронин  
(1.4, 1.8, 1.11)

рук. группы,  
к.ф.-м.н.



подпись, дата

02.06.08

В.Д. Пархоменко  
(1.2, 1.10)

Нормоконтролер



подпись, дата

02.06.08

Н.А. Гоглева

## РЕФЕРАТ

Отчет 32 с., 6 прил.

Рассеяние нейтронов, радиационная физика, дефекты, магнитные структуры, наноструктуры, твердые электролиты, системы с сильными электронными корреляциями, фазовые переходы, электронные и решёточные 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. 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 третьем этапе работ «Обеспечение реализации мероприятий ФЦП и других научных проектов и дооснащение имеющегося специализированного комплекса» в соответствии с Техническим заданием и Календарным планом:

- проведены научные исследования в рамках реализации мероприятий ФЦП;
- проведён конкурс (тендер) на изготовление и поставку специализированного

криогенного оборудования; с победителем конкурса ЗАО «РТИ, технологии, приборы, материалы» заключён Госконтракт № 14-ГК/08.

По результатам исследований опубликовано – 6 статей, сделано - 2 доклада на конференциях.



## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	7
1. Научные исследования	9
1.1 Новый сверхпроводник со слоистой кристаллической структурой: оксивисмутид никеля $\text{LaNiO}_{1-\delta}\text{Bi}$	9
1.2 Магнитная структура и свойства соединений $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ и $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$	9
1.3 Электронное фазовое расслоение в кристалле манганита $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$	10
1.4 Особенности структурного и магнитного состояния кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Se}$ ( $x=0.0025$ ) в области низких температур	11
1.5 Влияние нейтронного облучения на длинноволновые магнитные возбуждения в $\text{Zn}_{0.60}\text{Ni}_{0.40}\text{Fe}_2\text{O}_4$ –феррите	11
1.6 Влияние химического состава на аморфизацию быстрыми нейтронами сплавов на основе никелида титана	12
1.7 Соединения $\text{Tb}_x\text{Er}_{1-x}\text{Ni}_5$ – идеальная модельная система с конкурирующими ИЗИНГ – XY анизотропиями	13
1.8 Магнитное состояние массивного кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{Se}$ ( $x = 0.045$ )	14
1.9 Кристаллическая структура композитов на основе расширенного графита	15
1.10 Магнитная структура интерметаллических соединений $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17-x}\text{Mn}_x$	16
1.11 Магнитная структура соединений $\text{Ni}_{3-x}\text{Co}_x\text{V}_2\text{O}_8$	16
2 Закупка оборудования	18
3 Сведения об услугах коллективного пользования	19
4 Модернизация существующего оборудования и приобретение нового оборудования	20
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	21
Приложение А. Список публикаций	25
Приложение Б. Технические требования на тендер	26
Приложение В. Схема: Прототип установки	29
Приложение Г. Схема: Общий вид криостата	30
Приложение Д. Схема: Нижняя часть криостата	31
Приложение Е. Схема: Опорная (нижняя) плита	32

**ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**

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
СИС	- суперионное состояние
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.). 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.

Конкретно, предполагается провести:

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

- Нейтронографическое 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 третий этап было запланировано провести конкурс (тендер) на изготовление и поставку сухого гелиевого криостата, а также контроллера температуры и откачной станции для работы в комплекте с ранее приобретенным гелиевым рефрижератором. С победителем конкурса заключить Госконтракт.

По результатам проведенных научных исследований в первой половине 2008 года опубликовано 6 статей и сделано 2 доклада на конференциях.



## 1 Научные исследования

### 1.1 Новый сверхпроводник со слоистой кристаллической структурой: оксивисмутид никеля $\text{LaNiO}_{1-\delta}\text{Bi}$

Обнаружен новый класс сверхпроводников со слоистой кристаллической структурой: оксивисмутиды никеля  $\text{LnNiO}_{1-\delta}\text{Bi}$  ( $\text{Ln}=\text{La}, \text{Sm}, \text{Th}$ ). На рисунке показана типичная для этих соединений зависимость электросопротивления и магнитной восприимчивости от температуры на примере оксивисмутида никеля со структурой оксипниктида.

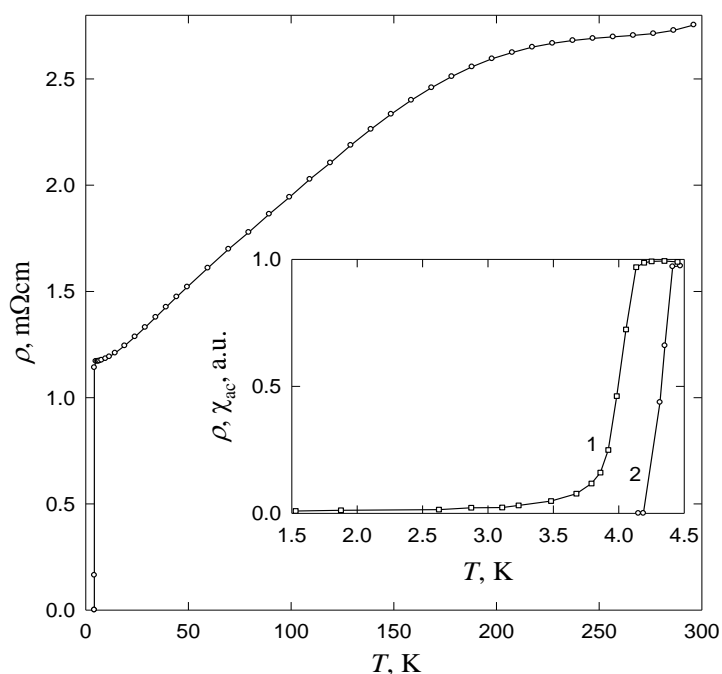


Рис. 1. Температурная зависимость электросопротивления образца  $\text{LaO}_{0.8}\text{NiBi}$ . На вставке показаны сверхпроводящие переходы по данным измерений ас-восприимчивости (1) и электросопротивления (2).

### 1.2 Магнитная структура и свойства соединений $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ и $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$

Соединения  $\text{RMn}_2\text{Si}_2$  (R-редкоземельный металл) имеют тетрагональную решетку (пространственная группа  $I4/mmm$ ), где одноименные атомы находятся в атомных плоскостях (слоях), расположенных перпендикулярно тетрагональной оси  $c$  и чередуются в следующей последовательности:  $-\text{Mn}-\text{Si}-\text{R}-\text{Si}-\text{Mn}-$ . Величина и знак межслойного обменного взаимодействия между магнитными моментами Mn сильно зависят от расстояния между атомами Mn внутри слоя и практически не зависят от расстояния между слоями. Внутри слоя магнитные моменты Mn имеют ферромагнитную структуру с преимущественной ориентацией вдоль тетрагональной оси  $c$ , в то время как между

слоями магнитные моменты Mn могут быть упорядочены как ферромагнитно, так и антиферромагнитно. Ранее нами было показано [Е.Г.Герасимов, Ю.А.Дорофеев, В.С.Гавико, А.Н.Пирогов и др. ФММ, 2002, т.94,с.49-58.], что в соединении  $\text{La}_{0.75}\text{Sm}_{0.25}\text{Mn}_2\text{Si}_2$  происходит спонтанное изменение типа межслойного упорядочения магнитных моментов Mn от ферромагнитного к антиферромагнитному с изменением температуры. В настоящей работе приводятся результаты исследования соединений  $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ , где фазовый переход ферромагнетик-антиферромагнетик при  $T=4\text{K}$  происходит при концентрации  $x=0.27$  Dy или Tb.

Для магнитной нейтронографии и магнитных измерений соединений  $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  использовались составы с  $x=0; 0.1; 0.2; 0.27; 0.4$  и  $1$ . Нейтронограммы были получены при температурах  $T=4.2$  и  $295\text{K}$  на дифрактометре Д-3 с длиной волны  $\lambda=0,242$  нм, установленном на реакторе ИВВ-2М. Количественную обработку нейтронограмм проводили с использованием программы полнопрофильного анализа "Fullprof".

Магнитная структура соединений  $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  при  $x=0; 0.1; 0.20$  характеризуется ферромагнитным упорядочением  $\mu_z$  компоненты магнитных моментов Mn вдоль  $c$ -оси и антиферромагнитным упорядочением  $\mu_x$  компонент в базисной плоскости. Нейтронограммы при  $x=0.27$  и  $0.4$  имеют дополнительные магнитные рефлексы (111) и (113) и т.д., свидетельствующие об антиферромагнитном упорядочении  $\mu_z$  компоненты магнитных моментов Mn вдоль  $c$ -оси. Антиферромагнитное упорядочение  $\mu_x$  компонент в базисной плоскости сохраняется. Несколько иная ситуация наблюдается при  $x=1$ . В соединениях  $\text{DyMn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$  опять устанавливается ферромагнитное упорядочение  $\mu_z$  компоненты с сохранением антиферромагнитного упорядочения  $\mu_x$  компонент в базисной плоскости. Для всей области составов редкоземельная подрешетка упорядочена антиферромагнитно по отношению к марганцевой подрешетки. Определены величины магнитных моментов марганца и редкоземельного элемента.

Из кривых температурных зависимостей намагниченности  $M(T)$  определены критические температуры магнитных фазовых переходов  $T_c$  и  $T_N$ .

Обсуждены особенности и возможные причины существования того или иного магнитного упорядочения в исследованных соединениях.

### 1.3 Электронное фазовое расслоение в кристалле манганита $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$

С помощью дифракции тепловых нейтронов, магнитных измерений и данных по электросопротивлению изучалось в широком температурном интервале структурное и магнитное состояние кристалла слабо легированного манганита  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$ .

Показано, что в магнитном отношении орторомбический кристалл представляет собой систему с двумя параметрами порядка – AF ( $T_N = 123.6\text{K}$ ) и FM ( $T_C = 136.7\text{K}$ ). Полученные результаты в деталях отличаются от известной информации, от известной информации, касающейся манганитов  $\text{La}_{0.95}\text{Ca}_{0.05}\text{MnO}_3$  и  $\text{La}_{0.94}\text{Sr}_{0.06}\text{MnO}_3$ .

Обсуждаются две модели магнитного состояния кристалла  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$ , а именно, вариант скошенной антиферромагнитной спин – системы [F. Moussa, M. Hennion et. al. Phys. Rev. B. vol.60, 17, 12299 (1999), M. Hennion, F. Moussa et. al. Phys. Rev. B. Vol.61, 14, 9513 (2000).] и вариант фазового расслоения манганита [С.Ф. Дубинин, В.Е. Архипов и др. ФТТ т. 45, 126, 2192 (2003)]. Приведены аргументы в пользу того, что в данном кристалле сосуществуют около 87% антиферромагнитной фазы с концентрацией ионов  $\text{Mn}^{4+} = 0.048$  и приблизительно 13% зарядово – упорядоченной по типу  $1/16 = 0.0625$  ферромагнитной фазы. Специфические особенности исследованного манганита являются следствием эффекта самоорганизации кристаллической решетки  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$ , обусловленного относительно большим ионным размером бария.

#### **1.4 Особенности структурного и магнитного состояния кристалла $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Se}$ ( $x=0.0025$ ) в области низких температур**

Исследовано магнитное состояние и структура массивного кристалла хорошего качества  $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Se}$  ( $x=0.0025$ ) в области низких температур. Именно это обстоятельство, по нашему мнению, позволило впервые выявить в соединении  $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Se}$  ( $x = 0.0025$ ) ряд структурных и магнитных особенностей в области низких температур, представляющих, по нашему мнению, фундаментальный интерес.

Обнаружено, что ниже 15К магнитная и кристаллическая структура зависят от скорости охлаждения этого низколегированного полупроводника. Например, в случае быстрого охлаждения до температуры 4.2К в кристалле образуется около 10% гексагональной ферромагнитной фазы, которая исчезает в процессе нагревания при  $T > 15\text{K}$ . Полученные в работе результаты обсуждаются с учетом специфики ян-теллеровских искажений в данном соединении.

#### **1.5 Влияние нейтронного облучения на длинноволновые магнитные возбуждения в $\text{Zn}_{0.60}\text{Ni}_{0.40}\text{Fe}_2\text{O}_4$ – феррите**

В исходном и облученном (большим флюенсом быстрых нейтронов)  $\text{Zn}_{0.60}\text{Ni}_{0.40}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -феррите измерены температурные зависимости интенсивности малоуглового рассеяния нейтронов при различных углах рассеяния ( $q_0$ ). Эксперименты выполнены на трехосевом спектрометре как без анализатора, так и с кристаллом-анализатором, установленном на

длину волны первичного пучка нейтронов. Сопоставляя результаты измерений (полученных этими методами), выделены вклады неупругой составляющей рассеянных нейтронов. Обнаружено, что интенсивность неупругого рассеяния нейтронов в исходном феррите значительно больше, чем в облученном образце.

Сделан энергетический анализ малоуглового рассеяния нейтронов в обоих образцах. В исходном  $Zn_{0.60}Ni_{0.40}Fe_2O_4$ -феррите получены максимумы магнитного неупругого рассеяния нейтронов, энергия которых слабо зависит от волнового вектора при постоянной температуре. Экстраполяция такой зависимости на нулевой волновой вектор свидетельствует о наличии энергетической щели в дисперсионной кривой этих магнитных возбуждений. В облученном образце энергетическая щель не обнаружена.

Результаты измерений можно объяснить с помощью  $w$ - и  $lw$ - магнитных возбуждений. Согласно [М.И. Куркин, А.П. Танкеев. ФММ т. 36, 1149 (1973)],  $w$ - возбуждения соответствуют колебаниям доменных границ. Энергия  $lw$ - возбуждений, локализованных вблизи доменных границ, отличается от энергии внутридоменных магнонов из-за дипольного взаимодействия колебаний намагниченностей соседних доменов, которые антипараллельны друг другу. При малых волновых векторах оба типа возбуждений имеют энергетические щели, а их плотность состояний увеличивается в неоднородных магнетиках с конкурирующим обменным взаимодействием [Ю.Н. Михайлов, В.А. Казанцев. Письма в ЖЭТФ т.80, 226 (2004)].

Поэтому можно предположить, что энергетическая щель в исходном  $Zn_{0.60}Ni_{0.40}Fe_2O_4$ -феррите связана с его неоднородной магнитной структурой обусловленной конкурирующим (межподрешеточным- $J_{AB}$  и внутримоноподрешеточным- $J_{BB}$ ) обменным взаимодействием. После облучения образца быстрыми нейтронами он становится коллинеарным ферримагнетиком, в котором конкурирующее обменное взаимодействие значительно меньше ( $J_{AB} \ll J_{BB}$ ) [Yu.G. Chukalkin, V.R. Shtirts. Phys. Stat. Sol. (a) vol. 160, 185 (1997)].

## **1.6 Влияние химического состава на аморфизацию быстрыми нейтронами сплавов на основе никелида титана**

Сплавы на основе никелида титана относятся к классу промышленных материалов с большим эффектом «памяти формы». В этом плане никелид титана является привлекательным конструкционным материалом для использования в ядерно-физических установках. Однако существенным ограничением его практического применения является низкая радиационная стойкость. Под воздействием частиц высоких энергий, даже при

облучении электронами с энергией  $\sim 3$  Мэв, сплав переходит в аморфное состояние.

Известно, что введение примеси железа в никелид титана, стабилизирует кристаллическую структуру B2, поэтому представлялось интересным исследовать окажет ли введение железа существенное влияние на характер дефектообразования в сплаве  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$  при нейтронном облучении. В этой связи в данной работе мы подробно разбираем экспериментальную ситуацию в тройном сплаве  $\text{TiNi}_{47}\text{Fe}_3$ .

Проведенные методами дифракции тепловых нейтронов структурные исследования показали, что в облученном быстрыми нейтронами ( $F=2.5 \cdot 10^{20}\text{cm}^{-2}$ ) монокристалле  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$  тип кристаллической структуры сохраняется, то есть, эффект аморфизации отсутствует. Однако в структурном состоянии тройного сплава наблюдались существенные изменения. Интенсивности структурных и сверхструктурных рефлексов уменьшились примерно вдвое, наблюдался эффект  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$  и отличие его поведения в радиационном поле быстрых нейтронов, по сравнению с бинарным  $\text{Ti}_{49}\text{Ni}_{51}$  сплавом объясняется, стабилизирующим кристаллическую B2 фазу, действием введенных в сплав атомов железа. малоуглового рассеяния нейтронов, обусловленный накоплением радиационных вакансий и их скоплений, существенно увеличился фон некогерентного рассеяния, выпали небольшие частицы металлического титана с гексагональной структурой.

Перечисленный набор наблюдаемых структурных изменений в облученном сплаве  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$  и отличие его поведения в радиационном поле быстрых нейтронов, по сравнению с бинарным  $\text{Ti}_{49}\text{Ni}_{51}$  сплавом объясняется, стабилизирующим кристаллическую B2 фазу, действием введенных в сплав атомов железа.

### **1.7 Соединения $\text{Tb}_x\text{Er}_{1-x}\text{Ni}_5$ – идеальная модельная система с конкурирующими ИЗИНГ – XY анизотропиями**

Свойства магнитных систем со случайно упорядоченными магнитными атомами и фазовые переходы в них являются объектами интенсивных экспериментальных и теоретических исследований в последние два десятилетия. Среди этих систем наиболее интересные системы – соединения редкоземельных и 3d-переходных металлов, включающие атомы с конкурирующими взаимодействиями. В данной работе выполнено экспериментальное исследование гексагональных соединений  $\text{Tb}_x\text{Er}_{1-x}\text{Ni}_5$ , имеющих конкурирующие магнитные анизотропии: ионы тербия обладают анизотропией типа “легкая плоскость” т.е. XY тип, а ионы эрбия – “легкая ось” (изинговский тип).

Экспериментальные результаты получены с помощью измерений восприимчивости

и намагниченности монокристаллов, теплоемкости поликристаллов, дифракции неполяризованных и поляризованных нейтронов на поли- и монокристаллических образцах соединений  $Tb_xEr_{1-x}Ni_5$ .

Соединения с  $0.2 \leq x \leq 1.0$  имеют ферромагнитную структуру, описываемую волновым вектором  $\mathbf{k}=0$ . Полный магнитный момент ориентирован вдоль (поперек) гексагональной оси в составах с  $x \leq 0.2$  ( $x > 0.8$ ) и, он непрерывно поворачивается от  $c$  оси к базисной плоскости с ростом концентрации  $x$  в промежуточных ( $0.2 \leq x \leq 1.0$ ) составах, тогда как индивидуальные магнитные моменты ионов тербия и эрбия сохраняют ориентации, параллельные своим направлениям легкого намагничивания. В промежуточных составах на кривых температурной зависимости восприимчивости и теплоемкости наблюдаются два максимума, связанные с магнитным упорядочением моментов Tb- и Er- ионов.

Соединения с  $x > 0.9$  обладают модулированной магнитной структурой типа FAN, описываемой двумя волновыми векторами  $\mathbf{k}_1=2\pi/c(0.018, 0, 0)$  и  $\mathbf{k}_2=0$ . В  $TbNi_5$  обнаружен переход при  $T_f=10$  К, с большим (около 15 К) температурным гистерезисом. При этом переходе наблюдается резкое уменьшение поляризации нейтронов. Сделан вывод, что при переходе ферромагнитная компонента момента Tb иона увеличивается, примерно, на 2  $\mu_B$ , тогда как модулированная компонента, напротив, уменьшается на эту величину.

Относительно слабое внешнее магнитное поле (3 кЭ) трансформирует модулированную структуру составов с  $x > 0.9$  в коллинеарную ферромагнитную структуру.

На основании экспериментальных данных построена в координатах концентрация-температура магнитная фазовая диаграмма соединений  $Tb_xEr_{1-x}Ni_5$ , представляющая собой две пересекающиеся в тетракритической точке прямые линии.

### 1.8 Магнитное состояние массивного кристалла $Zn_{1-x}Cr_xSe$ ( $x = 0.045$ )

В последнее время существенно возрос интерес к полупроводниковым соединениям  $Zn_{1-x}Me_xSe(Te)$ , где  $Me=V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni$ . В определенной мере он связан с идеей создания электронных приборов со спиновой поляризацией тока (спинтроникой) на базе указанных и родственных им соединений. Эти материалы принято относить к классу разбавленных магнитных полупроводников (РМП). В данной работе уделяется повышенное внимание к исследованиям магнитных свойств соединений  $Zn_{1-x}Cr_xTe$  ( $x = 0.035$ ) и  $Zn_{1-x}Cr_xSe$  ( $x = 0.014$  и  $x = 0.021$ ). В качестве образцов в работах [H. Saito, W. Zaets, S. Yamagata, Y. Suzuki, and K. Ando. Appl. Phys. 8085 (2002), T. Dietl. JMMM. Vol.272-276, 1969 (2004)] использовались пленки толщиной около 200 nm. Проведенные в этих работах эксперименты убедительно свидетельствовали о том, что в тонких пленках



РМП в области низких температур существует только ферромагнитное упорядочение. Например, в соединении  $Zn_{1-x}Cr_xTe$  при величинах  $x = 0.035$  и  $0.2$  температуры Кюри составляют  $15K$  и  $300K$ , соответственно.

Впервые в данной работе методами магнитных измерений и дифракции нейтронов исследовалось в широком температурном интервале магнитное состояние массивного кристалла  $Zn_{1-x}Cr_x^{2+}Se$  ( $x = 0.045$ ). В нашей работе установлено, что в массивном кристалле ниже  $50K$  существуют только антиферромагнитные корреляции. Системный анализ сдвиговых деформаций в упомянутых соединениях позволяет качественно понять наблюдаемую экспериментальную картину.

### 1.9 Кристаллическая структура композитов на основе расширенного графита

Исследование свойств наноструктурированных материалов (нанокомпозитов) является одной из актуальных задач физики конденсированного состояния. Возрастает интерес исследователей к дизайну различных материалов, обладающих определенным набором характеристик, обеспечивающих успешное конструирование твердых тел с заданными размерностью и физико-химическими свойствами. Одним из перспективных направлений в этой области является получение материалов на основе графита, модифицированного ультрадисперсными и наноразмерными частицами металлов и их окислов. Цель данной работы состояла в изучении кристаллической структуры и фазового состава нанокомпозитов на основе расширенного графита (РГ).

Нами были синтезированы и исследованы с использованием рентгеновской и нейтронной дифракции образцы композитов: РГ + Mn, РГ + Co, РГ + Ni, РГ +  $Fe_3O_4$ , РГ +  $FeCl_3$ , РГ +  $CoCl_2$ , РГ +  $Ni(HCO_2)_2$ , а также РГ + Fe, при изменяющемся содержании железа. Образцы были синтезированы методом восстановления исходных композитов интеркалированное соединение графита + хлорид М водородом. Рентгенографический анализ образцов проведен на дифрактометре ДРОН-1 УМ с использованием  $CuK_\alpha$  - излучения. Нейтронографические измерения выполнены на дифрактометрах Д-2 и Д-3 (длина волны нейтронов  $\lambda = 1,805$  и  $2,423 \text{ \AA}$ , соответственно), установленных на горизонтальных каналах реактора ИВВ-2М (г. Заречный).

Показано, что кристаллическая структура композитов зависит от условий синтеза, и представляет из себя нанокристаллическую квазиаморфную фазу на основе гексагонального углерода, пронизанную микрокристаллическими блоками наполнителя с размерами  $10 - 50 \text{ нм}$ .

### 1.10 Магнитная структура интерметаллических соединений $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17-x}\text{Mn}_x$

В интерметаллических соединениях  $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17-x}\text{Mn}_x$  наблюдается большое разнообразие основных магнитных состояний (при 4.2 К): коллинеарное ферромагнитное для составов  $x < 0.5$  ( $T_C \leq 94$  К), неколлинеарное антиферромагнитное для  $0.5 \leq x \leq 1$  и неколлинеарная структура с ферромагнитной компонентой для  $x > 1.0$ . С увеличением концентрации марганца температура Нееля уменьшается от 204 К ( $x = 0.0$ ) до 174 К, при  $x = 3.0$ .

В настоящем докладе нейтронографическим методом и измерениями магнитных свойств исследована магнитная структура интерметаллических соединений  $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17-x}\text{Mn}_x$  при температуре 4.2 К в зависимости от изменения содержания марганца ( $0.0 < x < 3.0$ ). Нейтронографические измерения выполнены на дифрактометре Д-2 (длина волны нейтронов  $\lambda = 0.1805$  нм), установленном на реакторе ИВВ-2М (г. Заречный). Количественную обработку нейтронограмм проводили с использованием программы полнопрофильного анализа “Fullprof”.

Установлено, что волновой вектор несоизмеримой магнитной структуры (плоская спиновая спираль,  $\mathbf{k} = (0,0,\pm\tau)$ ) возрастает, а магнитный момент на средних атомах  $\langle \text{Fe/Mn} \rangle$  уменьшается с повышением концентрации марганца. Обсуждаются причины изменения магнитного состояния при возрастании содержания марганца.

### 1.11 Магнитная структура соединений $\text{Ni}_{3-x}\text{Co}_x\text{V}_2\text{O}_8$

Фрустрированные низкоспиновые магнетики – идеальные модельные системы для изучения конкурирующих квантовых фаз. Свойства основного состояния геометрически фрустрированных магнитных систем, в которых фрустрации возникают из-за несовместимости локальных антиферромагнитных взаимодействий с общей симметрией, налагаемой кристаллической решеткой, являются объектом интенсивных экспериментальных и теоретических работ, выполненных в последнее время. Уже исследовано поведение различных основных состояний таких как “спиновое стекло”, “спиновый лед” и “спиновая и спиноподобная жидкости”. Новым типом геометрически фрустрированных систем являются мультиферроики, в которых наблюдается переход в магнитоупорядоченное состояние и переход пара- ферроэлектрик, причем экспериментально обнаружена связь между магнитным порядком и диэлектрическими свойствами. Как с позиций физики магнитных явлений так и с точки зрения практического применения мультиферроиков важно установить механизмы, ответственные за связь между магнитной и диэлектрической подсистемами.

Кристаллическая решетка ванадатов  $\text{Ni}_3\text{V}_2\text{O}_8$  и  $\text{Co}_3\text{V}_2\text{O}_8$  представляет собой КагOME

- лестницу, образованную двумя типами спинов, т.е. она является вариантом высокофрустрированной идеальной Кагоме решетки.

Недавно были опубликованы данные нейтронографических исследований смешанных ванадатов  $\text{Ni}_{3-x}\text{Co}_x\text{V}_2\text{O}_8$ . Эти данные хотя и содержат информацию о волновом векторе магнитной структуры, но нет описания магнитной структуры и величины магнитных моментов.

В настоящей работе проведено нейтронографическое исследование поликристаллических образцов  $\text{Ni}_{3-x}\text{Co}_x\text{V}_2\text{O}_8$  с  $x = 0.1, 0.3$  и  $0.5$ . Измерения выполнены с помощью дифрактометра высокого разрешения HRPD, установленного на одном из горизонтальных каналов реактора ХАНАРО (Тайжон, Корея).

В парамагнитном состоянии (температура Нееля, примерно,  $T_N=9$  К) все три соединения обладают орторомбической структурой, пространственная группа  $Cmca$ . При охлаждении образцов ниже  $T_N$  на нейтронограммах возникают дополнительные линии, обусловленные дальним магнитным порядком. Индексирование этих линий дает следующие значения волнового вектора магнитной структуры,  $\mathbf{k}=2\pi/a(\mu, 0, 0)$ , принадлежащего звезде  $k_{10}$  в номенклатуре Ковалева, где  $\mu=0.285(1), 0.313(1), 0.339(1)$ , соответственно, для  $x=0.1, 0.2$  и  $0.3$ . Используя найденные значения волнового вектора, мы провели симметричный анализ возможных магнитных структур, реализуемых в решетке, описываемой пространственной группой  $Cmca$ . В результате этого анализа было установлено, что все возможные магнитные структуры могут быть получены смешиванием базисных функций четырех неприводимых представлений  $\tau_1, \tau_2, \tau_3$  и  $\tau_4$ . Сравнение нейтронограмм, рассчитанных для разных вариантов смешивания, с экспериментальными нейтронограммами позволило установить магнитную структуру исследуемых образцов. Магнитная структура представляет собой суперпозицию продольной спиновой волны, распространяющуюся вдоль  $a$  оси, и модуляции вдоль  $c$  оси. Модуль магнитного момента “серого” Ni/Co атома слабо зависит от концентрации и составляет, около,  $2.5 \mu_B$ .

Используя полученные экспериментальные данные мы попытаемся выяснить механизм, ответственный за связь между магнитным и ферроэлектрическим переходом.

## 2 Закупка оборудования

В соответствии с Техническим заданием и Календарным планом проведён конкурс (тендер) на изготовление и поставку специализированного оборудования; с победителем конкурса ЗАО «РТИ, технологии, приборы, материалы» заключён Госконтракт № 14-ГК/08 на изготовление и поставку оборудования в следующем составе:

- Сухой гелиевый криостат шахтного типа, состыкованный с двухступенчатым гелиевым криорефрижератором замкнутого цикла на импульсных трубках SRP-082B-F70H производства компании «Sumitomo» в полной комплектации.
- Контроллер температуры tStat310xc (с интерфейсом RS-232 для связи с компьютером);
- Турбомолекулярная откачная станция TSH 071E DN 63 ISO-K (with DCU001 and TPS 100) в комплекте с широкодиапазонным датчиком и клапаном вентиляции турбомолекулярного насоса и соединительными шлангами длиной 1.5 и 3.5 метра для откачки криосистемы.

### 3 Сведения об услугах коллективного пользования

В 2008 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.

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

- Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,
- Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,
- Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,
- Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург,
- Уральский государственный университет, Екатеринбург.

В 2008 году услугами Нейтронного материаловедческого комплекса пользовались следующие организации:

- Ин-т химии твердого тела УрО РАН
- Ин-т металлургии УрО РАН
- Ин-т высокотемпературной электрохимии УрО РАН
- Ин-т неорганической химии СО РАН
- Уральский Госуниверситет
- Российский федеральный ядерный центр-ВНИИТФ
- Белоярская атомная станция
- Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
- Институт физики металлов УрО РАН
- Институт реакторных материалов Росатома

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

#### **4. Модернизация существующего оборудования и приобретение нового оборудования**

С целью оснащения данной уникальной установки современным прецизионным научным оборудованием и специализированными системами и существенного расширения возможностей нейтронных исследований конденсированного состояния различных веществ проводятся мероприятия (организован тендер и заключен Государственный контракт) по приобретению в 2008 году сухого гелиевого криостата шахтного типа (SHI-950T «Sumitomo» или аналог) с держателем образца, нагревателем (охлаждение образца через теплообменный газ с загрузкой образца в криостат сверху), терморегулятором (Model 9700 «Scientific Instruments» или аналогом) и откачным стендом с турбонасосом (TSH 261/VVP 055-3, 230V, фирма «Pfeiffer Vacuum» или аналогом).

Условия тендера приведены в Приложении Б.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Краткие выводы

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы в рамках 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.

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.

Проведён конкурс (тендер) на изготовление и поставку специализированного оборудования; с победителем конкурса заключён Госконтракт № 14-ГК/08 на изготовление и поставку оборудования в следующем составе:

- Сухой гелиевый криостат шахтного типа, состыкованный с двухступенчатым гелиевым криорефрижератором замкнутого цикла на импульсных трубках SRP-082B-F70H производства компании «Sumitomo» в полной комплектации.
- Контроллер температуры tStat310хс (с интерфейсом RS-232 для связи с компьюте-ром);
- Турбомолекулярная откачная станция TSH 071E DN 63 ISO-K (with DCU001 and TPS 100) в комплекте с широкодиапазонным датчиком и клапаном вентиляции турбомолекулярного насоса и соединительными шлангами длиной 1.5 и 3.5 метра для откачки криосистемы.

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

- Впервые синтезирован новый класс сверхпроводников со слоистой кристаллической структурой: оксивисмутиды никеля  $\text{LnNiO}_{1-\delta}\text{Bi}$  (Ln=La,Sm,Th). Свойства

сверхпроводящего ( $T_c = 4.4$  К) и нормального состояний в  $\text{LaO}_{0.8}\text{NiBi}$  похожи на свойства оксиарсенидов. Это позволяет предполагать, что механизм возникновения сверхпроводящего состояния является универсальным для всего семейства оксипниктидов.

- Установлено, что в соединениях  $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{La}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  z-компонента магнитных моментов Mn вдоль c-оси с ростом концентрации при  $x_c = 0.25$  переходит из ферромагнитного в антиферромагнитное состояние, а при  $x=1$  в  $\text{DyMn}_2\text{Si}_2$  и  $\text{TbMn}_2\text{Si}_2$  возвращается в ферромагнитное состояние, тогда как x-компонента не зависит от x и антиферромагнитно упорядочена в базисной плоскости. Показано также, что редкоземельная подрешетка упорядочена антиферромагнитно по отношению к марганцевой подрешетке.
- Показано, что в  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$  сосуществуют около 87% антиферромагнитной фазы с концентрацией ионов  $\text{Mn}^{4+} = 0.048$  и приблизительно 13% зарядово-упорядоченной по типу  $1/16 = 0.0625$  ферромагнитной фазы.
- Обнаружено, что при температурах  $T$  ниже 15 К магнитная и кристаллическая структура массивного кристалла хорошего качества  $\text{Zn}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Se}$  ( $x=0,0025$ ) зависят от скорости охлаждения этого низколегированного полупроводника, например, в случае быстрого охлаждения до температуры 4.2К в кристалле образуется около 10% гексагональной ферромагнитной фазы, которая исчезает в процессе нагревания при  $T = 15$  К.
- На основе энергетического анализа малоуглового рассеяния нейтронов в исходном и облученном быстрыми нейтронами образцах феррита  $\text{Zn}_{0.60}\text{Ni}_{0.40}\text{Fe}_2\text{O}_4$  установлено, что в спектре элементарных магнитных возбуждений облученного образца в отличие от исходного отсутствует энергетическая щель.
- Показано, что в облученном быстрыми нейтронами ( $F=2.5 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ ) монокристалле  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$  в отличие от бинарного сплава  $\text{Ti}_{49}\text{Ni}_{51}$  отсутствует эффект аморфизации и повышается его радиационная стойкость (сохраняется тип кристаллической структуры), что связано со стабилизирующим действием введенных атомов железа на кристаллическую фазу B2.
- На основании экспериментальных данных построена магнитная фазовая диаграмма соединений  $\text{Tb}_x\text{Er}_{1-x}\text{Ni}_5$  в координатах концентрация-температура, представляющая собой две пересекающиеся в тетракритической точке прямые линии.
- Установлено, что в массивном кристалле  $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}_x^{\{2+\}}\text{Se}$  ( $x=0.045$ ) ниже 50 К существуют только антиферромагнитные корреляции в отличие от ранее изученных тонких пленок разбавленных магнитных полупроводников  $\text{Zn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{Te}$  ( $x=0.035; 0.2$ ),

где существует ферромагнитное упорядочение.

- Показано, что кристаллическая структура композитов на основе расширенного графита зависит от условий синтеза, и представляет из себя нанокристаллическую квазиаморфную фазу на базе гексагонального углерода, пронизанную микрокристаллическими блоками наполнителя с размерами 10-50 нм.
- Установлено, что в интерметаллических соединениях  $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17-x}\text{Mn}_x$  волновой вектор несоразмерной магнитной структуры (плоская спиновая спираль)  $\mathbf{k} = (0, 0, \pi \tau)$  возрастает, а магнитный момент на средних атомах  $\langle \text{Fe/Mn} \rangle$  уменьшается с повышением концентрации марганца.
- Установлено, что магнитная структура соединений  $(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})_3\text{V}_2\text{O}_8$  может быть описана как продольная спиновая волна, распространяющаяся вдоль а-оси орторомбической решетки кристалла. Волновой вектор магнитной структуры  $\mathbf{k} = 2\pi/a(\nu, 0, 0)$ ,  $\nu = 0.2$ .

### **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 – 6 статей, сделано 2 доклада на конференциях.

**Список публикаций****Статьи:**

1. С.Ф. Дубинин, А.В. Королев, С.Г. Теплоухов, В.Е. Архипов, Э.А. Нейфельд, В.Д. Пархоменко, Н.А. Угрюмова. Электронное фазовое расслоение в кристалле манганита  $\text{La}_{0.95}\text{Ba}_{0.05}\text{MnO}_3$ . ФТТ, 2008, т. 50, в. 1, сс. 69-76.
2. Ю.Н. Михайлов, В.А. Казанцев. Длинноволновые магнитные возбуждения в  $\text{Zn}_{0.55}\text{Mn}_{0.45}\text{Fe}_2\text{O}_3$ . ФТТ, 2008, т. 50, в. 1, сс. 46-49.
3. Ю.Н. Михайлов, В.А. Казанцев. Магнитное состояние, упругие постоянные и длинноволновые статические смещения атомов в  $\gamma\text{-FeNi}$  сплавах. Кристаллография, 2008.
4. O. Rapp, A.A. Karkin, B.N. Goshchitskii, V.I. Voronin, V. Srinivas and S.J. Poon//Electronic and atomic disorder in icosahedral AlPdRe// J. Phys.: Condens. Matter, 2008, vol.20, № 11, pp.114120-114125.
5. V.L.Kozhevnikov, O.N.Leonidova, A.L.Ivanovskii, I.R.Shein, B.N.Goshchitskii, A.E.Karkin. New enlargement of the novel class of superconductors//arXiv:0804.4546v1 [cond-mat.supr-con], 30 april 2008.
6. В.Л.Кожевников, О.Н.Леонидова, А.Л.Ивановский, И.Р.Шейн, Б.Н.Гощицкий, А.Е.Карькин. Новый сверхпроводник со слоистой кристаллической структурой: оксивисмутид никеля  $\text{LaNiO}_{1-\delta}\text{Bi}$ . Письма в ЖЭТФ, будет опубл. 10.06.2008.

**Доклады:**

1. HANARO Symposium, Исследования, выполненные на HANARO реакторе. 9 мая 2008, Тайжон, Ю. Корея. H.Lee, A.N.Pirogov, Y.N.Choi. Magnetic phase transition and magnetic structure of  $(\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x})_3\text{V}_2\text{O}_8$ . Abstracts, HANARO Symposium, Korean Atomic Energy Research Institute, Taejon, Korea, 2008, p. 74-75.
2. 13th International Conference on High Pressure Semiconductor Physics, Fortaleza, Brazil, July 22-25, 2008. V.Ovsiannikov, V.V.Shchennikov, A.Y.Manakov, A.Y.Likhachev, A.P.Vokhmyanin, Y.S.Ponosov, V.E.Mogilenskikh, A.I.Ancharov, I.F.Berger, E.P.Skipetrov. Intermediate high-pressure phase in PbSe-based compounds. 13th International Conference on High Pressure Semiconductor Physics, Fortaleza, Brazil, July 22-25, 2008.

## ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕНДЕРА

### 1. Требования к участнику конкурса:

1.1. Участник не должен иметь отрицательного опыта по выполнению Государственных контрактов с организациями, финансируемыми из бюджетов всех уровней.

### 2. Технические требования к выполнению поставки:

#### **А. Общие положения:**

Поставляемое оборудование должно соответствовать схемам, показанным в Приложениях В-Е.

1. Криосистема - сухой гелиевый криостат шахтного типа (аналог SHI-950T, non-optical, «Sumitomo», Приложение В) с немагнитным держателем образца и нагревателем, охлаждение образца посредством механического контакта с хладопроводом-держателем образца и теплообменным газом, загрузка образца в криостат сверху. Криостат должен быть изготовлен на базе двухступенчатого гелиевого криорефрижератора замкнутого цикла на импульсных трубках SRP-082B-F70H производства компании «Sumitomo», предоставляемого Заказчиком оборудования в полной комплектации. Охлаждение криостата через гибкую тепловую связку (thermal strap).
2. Криостат предназначен для получения низких температур в нейтронографическом эксперименте. 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. Криостат, состыкованный с криорефрижератором, устанавливается на юстировочный стол нейтронного дифрактометра таким образом, чтобы обеспечить надёжное крепление такого ассиметричного устройства, необходимый угол раствора для пространственной регистрации пучка рассеянных нейтронов и совпадение вертикальных осей образца, юстировочного стола и криостата (Приложение Г).
3. Криостат должен быть оснащен датчиками температуры ступеней криогенного рефрижератора и держателя образцов и контроллером температуры, обеспечивающим задание и автоматическое поддержание температуры образца на заданном уровне с выводом информации на дисплей. Заказчик оборудования предоставляет Поставщику контроллер температуры tStat310хс (с интерфейсом RS-232 для связи с компьютером).



4. В комплект поставки входит турбомолекулярная откачная станция TSH 071E DN 63 ISO-K (with DCU001 and TPS 100) с широкодиапазонным датчиком и клапаном вентиляции турбомолекулярного насоса и соединительными шлангами длиной 1.5 и 3.5 метра для откачки криосистемы в сборе.
5. Испытания на качество и приемка-передача Оборудования Заказчику по комплектности в месте его размещения у Заказчика осуществляется Поставщиком с составлением Протокола испытаний и Акта сдачи-приемки.
6. Поставщик осуществляет упаковку и доставку криосистемы Заказчику.

#### **Б. Технические характеристики поставляемой криосистемы.**

Криостат:

- Диапазон рабочих температур – 4.5 - 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 0.5% от заданной;
- Размеры загружаемого образца – диаметр~10 мм, высота~70 мм и будут уточнены после заключения Госконтракта на поставку;
- Высота центра образца над юстировочным столом нейтронного дифрактометра ~240 мм с возможностью регулировки по высоте  $\pm 20\text{мм}$  и будет уточнена после заключения Госконтракта на поставку;
- Материал кожуха криостата и первого экрана - алюминиевые сплавы типа АМЦ-2 (АМЦ-4); толщина стенки кожуха в районе прохождения нейтронного пучка должна быть минимально возможной при условии обеспечения механической прочности, учитывая, что внутренняя полость вакуумирована. Должно быть проведено расчетное обоснование.
- Шахтная труба должна состоять из трёх частей: верх – из нержавеющей стали для уменьшения теплопритока из верхней части шахты; середина – из меди, для уменьшения теплового сопротивления к нижней части шахты; низ – из алюминия из нейтрон-фоновых соображений. Соединения должны быть компактными, обеспечивать вакуумную плотность, а соединение медь-алюминий должно быть вакуумноплотным, обладать необходимыми прочностью и устойчивостью к термоциклированию, иметь малое тепловое сопротивление. Толщина стенки шахты в районе прохождения нейтронного пучка должна быть минимально возможной при условии обеспечения механической прочности учитывая, что давление в шахте не более 760 мм. рт. ст.;
- Все экраны (кожух, первый экран и шахта загрузки образца) в месте прохождения пучка нейтронов ( $\pm 50$  мм. по вертикали от оси пучка) должны быть максимально

тонкими ( $\leq 0.5\text{мм}$ ) при высоте «утонения» не менее 100мм. Суммарная толщина стенок кожуха, экрана и шахтной трубы – не более 3 мм;

- Для обеспечения лучшей «хладопередачи» в нижней части шахты для загрузки образца должно быть закреплено массивное «кольцо-хладопровод». Держатель образца с внешней резьбой должен быть закреплен на конце штанги. На ней монтируются термометр сопротивления, нагреватель и образец (Приложение Д). Конструкция должна обеспечивать свободное «закручивание» и «откручивание» штанги с образцом и надёжный тепловой контакт «кольца-хладопровода» с держателем образца;
- Криостат, состыкованный с криорефрижератором, с помощью трёх стоек крепится к опорной (нижней) плите (Приложение Е) таким образом, чтобы обеспечить угол сканирования рассеянного нейтронного пучка  $\sim 140$  градусов;
- Геометрические размеры криостата показаны в Приложениях Г, Д, Е и будут уточнены после заключения Госконтракта на поставку;
- Прототип криостата показан в Приложении В;
- Вся конструкция должна быть рассчитана на необходимую механическую прочность.

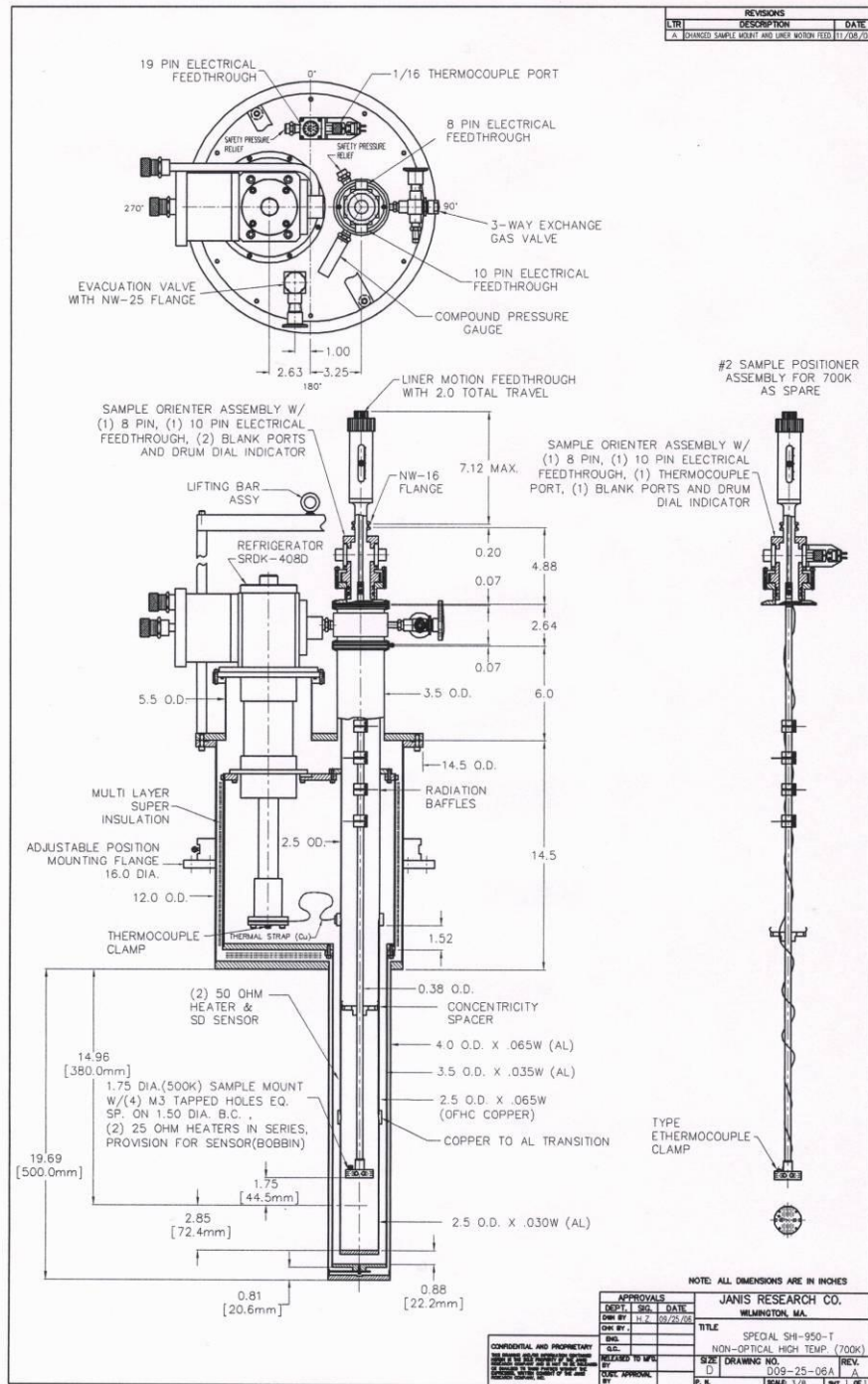
Турбомолекулярная откачная станция:

- Изготовитель – Pfeiffer Vacuum;
- Охлаждение – воздушное;
- Вакуум – безмасляный;
- Скорость откачки по  $\text{N}_2$  – 33-60 литров/сек.;
- Скорость откачки форвакуумного насоса при давлении 10 mbar – 3.8 литров/мин.;
- Предельное давление -  $< 10^{-8}$  mbar;
- Вес – 15-16 кг.

#### **В. Состав поставки:**

- Сухой гелиевый криостат шахтного типа, состыкованный с двухступенчатым гелиевым криорефрижератором замкнутого цикла на импульсных трубках SRP-082B-F70H производства компании «Sumitomo» в полной комплектации.
- Контроллер температуры tStat310xc (с интерфейсом RS-232 для связи с компьютером).
- Турбомолекулярная откачная станция TSH 071E DN 63 ISO-K (with DCU001 and TPS 100) в комплекте с широкодиапазонным датчиком и клапаном вентиляции турбомолекулярного насоса и соединительными шлангами длиной 1.5 и 3.5 метра для откачки криосистемы.

Схема: Прототип установки



### Схема: Общий вид криостата

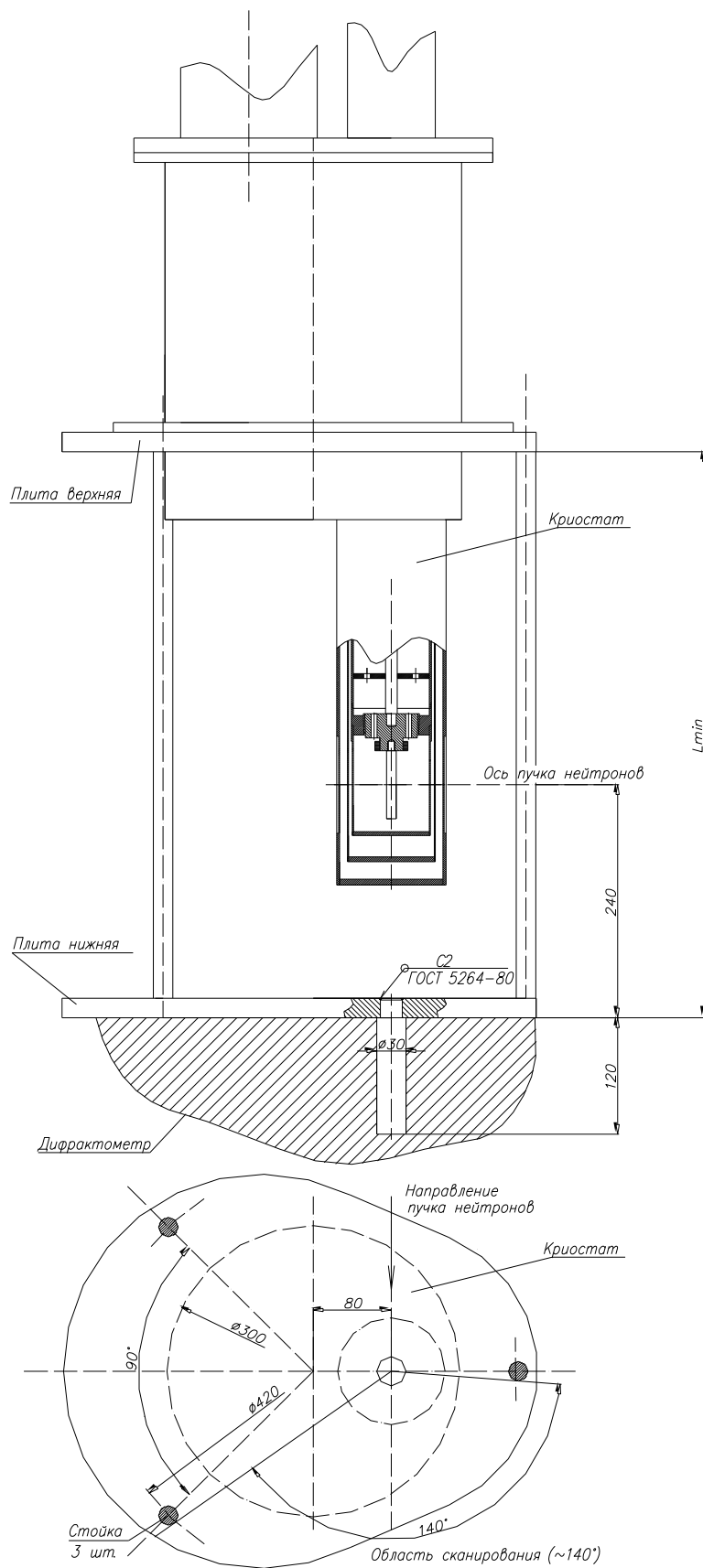
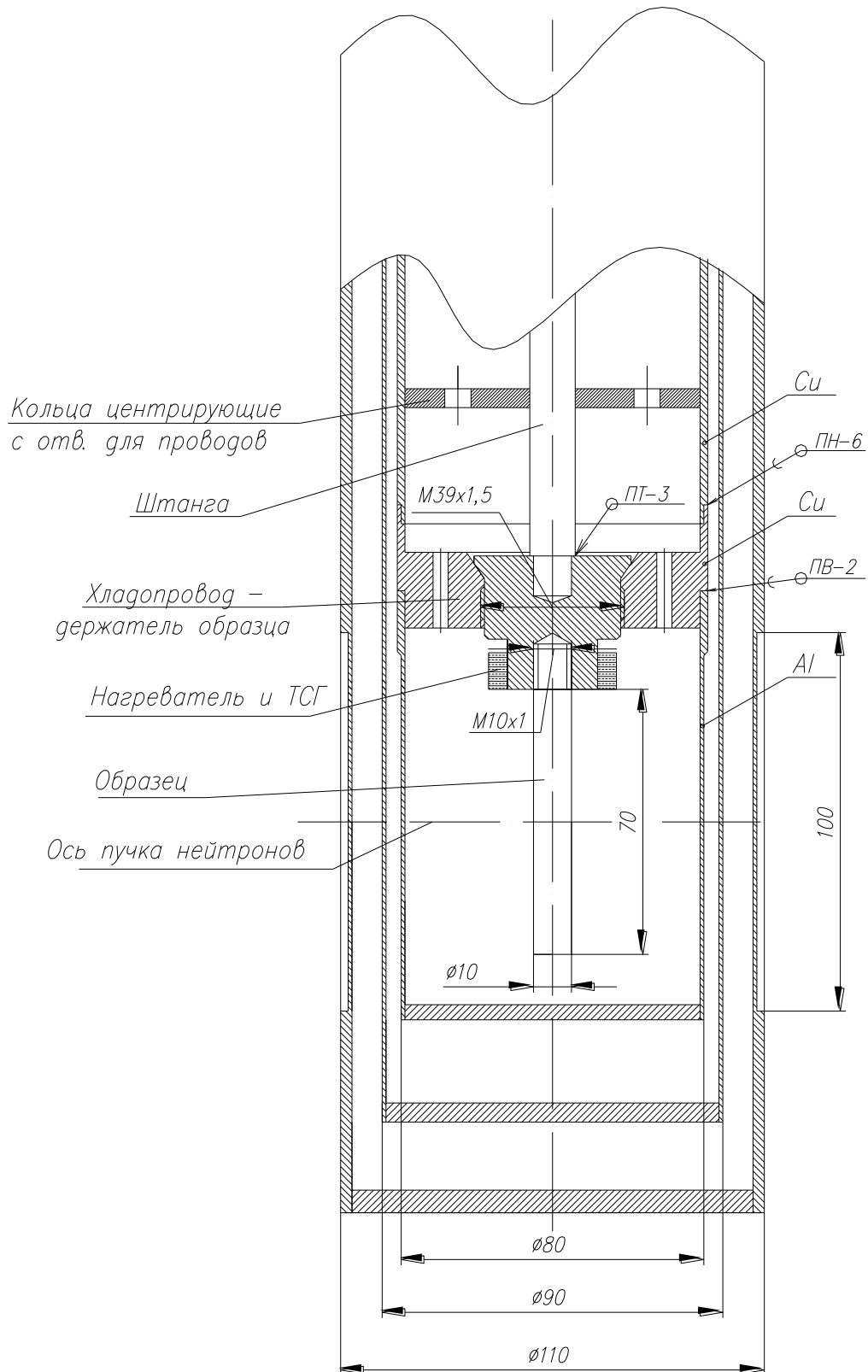


Схема: нижняя часть криостата



## Схема: Опорная (нижняя) плита

