

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. № 01200958348

Инв. № 2311/1



УТВЕРЖДАЮ:
Директор Института,
академик РАН

В.В.Устинов

«22» сентября 2009 г.

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РАССЕЯНИЯ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ ФАЗОВОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНО- И КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ РАЗЛИЧНОГО НАЗНАЧЕНИЯ В ИСХОДНОМ И ОБЛУЧЕННОМ СОСТОЯНИЯХ, НА УСУ «ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ВОДОВОДЯНОЙ АТОМНЫЙ РЕАКТОР ИВВ-2М, РЕГ.№ 01-34 (НЕЙТРОННЫЙ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН) , ИВВ-2М (НМК ИФМ)

по теме:

АДАПТАЦИЯ ИМЕЮЩИХСЯ МЕТОДОВ И МЕТОДИК ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ В РАМКАХ НИР, РАЗРАБОТКА НОВЫХ. ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ, ОБЕСПЕЧЕНИЕ РЕАЛИЗАЦИИ МЕРОПРИЯТИЙ ФЦП И ДР. НАУЧНЫХ ПРОЕКТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСУ
(промежуточный)

Этап первый

Шифр 2009-07-1.8-00-03-024

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

Научный руководитель,
чл.-корр. РАН

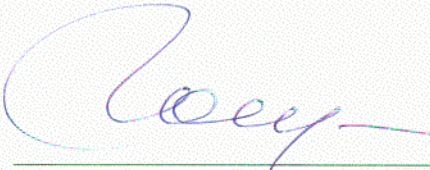

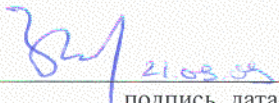
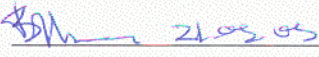

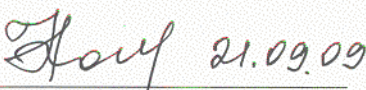
Б.Н.Гоцицкий

подпись, дата

21.09.09

Екатеринбург 2009

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы член-корр. РАН	 подпись, дата 21.09.09.	Б.Н. Гощицкий (Введение, заключение, 1.1, 1.4, 1.5, 2)
Исполнители темы:		
зав. отделом, д.ф.-м.н., профессор	 подпись, дата 21.09.09	Ю.Н. Скрябин (1.2, 1.3, 1.6, 1.7, 1.8, 3) Приложения)
ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.	 подпись, дата 21.09.09	В.И. Бобровский (2)
ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.	 подпись, дата 21.09.09	В.И. Воронин (1.3)
рук. группы, к.ф.-м.н.	 подпись, дата 21.09.09	В.Д. Пархоменко (1.9)
Нормоконтролер	 подпись, дата 21.09.09	Н.А. Гоглева

РЕФЕРАТ

Отчет 32с., 1 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 в области фазового состава и структуры нано- и кристаллических (в том числе, конструкционных различного назначения) материалов.
2. Проведение исследований и обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением им возможности использования специализированных нейтронных методов, разработанных для УСУ ИВВ-2М для получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения (магнетиков, иоников, сверхпроводников, полупроводников, диэлектриков, конструкционных сталей).
3. Развитие материально-технической базы УСУ путем дооснащения имеющихся специализированных нейтронографических дифрактометров и спектрометров приобретаемым научным оборудованием для расширения экспериментальных возможностей и обеспечения и развития исследований в форме коллективного пользования.

На первом этапе работ «Адаптация имеющихся методов и методик для исследований в рамках НИР, разработка новых. Проведение исследований, обеспечение реализации

мероприятий ФЦП и др. научных проектов с использованием УСУ» в соответствии с Техническим заданием и Календарным планом проведены:

За счёт средств федерального бюджета

1. Комплексное изучение особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$.
2. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
3. Разработка Программы развития УСУ на 2009-2010 г.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение особенностей кристаллической структуры модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов.
3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.

По результатам проведенных научных исследований в 2009 году опубликовано 23 статьи и сделано 18 докладов на конференциях.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	7
1. Научные исследования	10
1.1 Нейтронно-дифракционные исследования внутренних напряжений в материалах для атомных реакторов	10
1.2 Спонтанные и индуцированные полем магнитные фазовые переходы в $\text{R}\text{BaCo}_2\text{O}_{5.5}$	11
1.3 Низкотемпературные исследования магнитного и кристаллического состояния радиационно-разупорядоченного $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$	11
1.4 Влияние нейтронного облучения на растворение и выделение интерметаллидов Ni_3Me в сталях	12
1.5 Превращения кристалл - аморфное твердое тело при облучении быстрыми нейтронами: закономерности и механизмы	13
1.6 Нейтронографическое определение степени текстуры в постоянных магнитах на основе $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	14
1.7 Структурное состояние быстрозакаленных сплавов $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ($\text{R} = \text{Nd}, \text{Y}$)	15
1.8 Особенности электронного и магнитного состояния бинарного соединения Y_3Co в системе твердых растворов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$	16
1.9 Облучение образцов	16
2 Программа развития УСУ на 2009-2010 годы	17
2.1 План модернизации нейтронного дифрактометра Д-3	17
2.2 План модернизации нейтронного дифрактометра Д-2	19
2.3 Адаптация нейтронного дифрактометра D-7 для исследования внутренних микронапряжений в материалах	20
3 Сведения об услугах коллективного пользования	23
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	24
Приложение А. Список публикаций	28

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ФМ	- ферромагнетик
АФМ	- антиферромагнетик
БЗС	- быстрозакаленный сплав
B_r	- остаточная магнитная индукция
ИВВ-2М	- Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М
ИХПД	- интенсивная холодная пластическая деформация
ИФМ УрО РАН	- Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук
МУВ	- магнитоупругое взаимодействие
МУРН	- малоугловое рассеяние нейтронов
МНТЦ	- Международный Научно-Технический Центр
ПЧД	- позиционно-чувствительный детектор
λ	- длина волны нейтронов

ВВЕДЕНИЕ

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

Основанием для проведения НИР по теме: «Исследование методами рассеяния тепловых нейтронов фазового состава и структуры, определяющих фундаментальные физические и функциональные свойства нано- и кристаллических материалов различного назначения в исходном и облученном состояниях, на УСУ «Исследовательский водородной атомный реактор ИВВ-2М, рег. № 01- 34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН)», ИВВ-2М (НМК ИФМ)» (шифр «2009-07-1.8-00-03-024»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», является Решение Конкурсной комиссии Роснауки № 3 (протокол от «27» мая 2009 г. № 5), на основании которого заключен государственный контракт от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119.

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

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

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

Содержание основных работ:

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Нейтронографическое изучение особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$, модельных реакторных сплавов; фазового состава, решёточных и гальваномагнитных свойств исследуемых материалов; реальной кристаллической структуры протон-содержащих оксидов церрата бария, алмазов, легированных бором, окисных магнетиках, особенностей структурного перехода в углеродистых сталях при высоких температурах, микронапряжений в реакторных материалах, в том числе, в облучённых на этапе 1 образцах.
3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
4. Выполнение мероприятий по развитию УСУ.
5. Разработка Программы развития УСУ на 2009-2010 годы.
6. Выполнение работ по обеспечению исследований и оказанию услуг сторонним организациям на УСУ.
7. Обработка полученных результатов.
8. Подготовка публикации результатов.

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

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:

За счёт средств федерального бюджета

4. Комплексное изучение особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$.
5. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
6. Разработка Программы развития УСУ на 2009-2010 г.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение особенностей кристаллической структуры модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов.
3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.

По результатам проведенных научных исследований в 2009 году опубликовано 23 статьи и сделано 18 докладов на конференциях.

1 НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

1.1 Нейтронно-дифракционные исследования внутренних напряжений в материалах для атомных реакторов.

Внебюджетное финансирование работ на УСУ «Исследовательский атомный реактор ИВВ-2М» осуществляется в рамках проекта Международного Научно-Технического Центра МНТЦ 3074.2 “Нейтроннографическое изучение микро- и макронапряжений в конструкционных стареющих сплавах для атомной энергетики после термического и радиационного воздействий и прогнозирование сопротивления радиационному набуханию”. На отчётном этапе работ был подготовлен весь запланированный исходный набор образцов и проведена их аттестация.

Выплавлены реакторные и модельные стали и сплавы X16H15M3T1 (16Cr-15Ni-3Mo-1Ti), H26X5T3 (26Ni-5Cr-3Ti), 20Г18Ф1 (0.2C-20Mn-2Si-1V), 40Г18Ф2 (0.40C-4Cr-18Mn-2V), 10Г22С2 (0.1C-22Mn-2Si) с различной кинетикой образования когерентных и некогерентных интерметаллидов и карбидов при старении, что вызывает возникновение микронапряжений различной величины. Проведена термомеханическая обработка сталей (ковка и прокатка) и закалка от высоких температур (до 1100⁰ С). Изготовлены образцы для нейтроннографических и других исследований. Подготовлены шлифы сварных образцов (наплавка нержавеющей стали 12Х18Н10Т на корпусную реакторную сталь).

Проведена аттестация полученных образцов методами хим. анализа, ПЭМ, металлографии, рентгенографии, СТМ, позитронной спектроскопии и остаточного электросопротивления. Сформированы типовые способы приготовления образцов с различной микроструктурой из модельных сталей и сплавов на основе Fe-Ni-Al (Ti, Si, Zr), а также типовые обработки для сталей X16H15M3T1, H26X5T3, 20Г18Ф1, 40Г18Ф2.

Выполнена первая съёмка нейтронограмм с высоким разрешением для сталей X16H15M3T1, H26X5T3, 20Г18Ф1, 40Х4Г18Ф2 после закалки и термического старения, выявлены структурные и фазовые изменения образцов в происходящих при этом процессах расслоения и выделения вторичных интерметаллидных фаз. Методом нейтронной дифракции оценены величины внутренних микронапряжений в этих материалах, возникающих на разных стадиях термообработки, а также в состаренной после закалки стали (61Fe36Ni3Ti) при облучении флюенсами быстрых нейтронов 5, 10, 50 *10²⁰ см². Экспериментально опробована возможность определения размера и концентрации микровыделений разного состава и структуры в сталях на разных стадиях термообработки методом малоуглового рассеяния тепловых нейтронов.

Проведено облучение быстрыми нейтронами сплава H35T3 (35Ni-3Ti) и модельных

сплавов Fe – Ni- (Ti, Al, Zr, Si) в закаленном и состаренном при 650⁰ С состояниях флюенсами 1, 5, 10, 50 * 10¹⁹ см².

1.2 Спонтанные и индуцированные полем магнитные фазовые переходы в RВaСo₂O_{5.5}

Исследованы магнитные свойства кобальтитов YBaCo₂O_{5+x} в высоких (до 35 Т) магнитных полях и при гидростатических давлениях до 0.8 GPa. Содержание кислорода в соединении $x = 0.49 \pm 0.01$ специально было выбрано близким, но чуть меньшим стехиометрического значения $x = 0.50$. Данная система продемонстрировала фазовую сепарацию на две перовскитоподобные фазы, что представляется имманентным свойством данного состава. В противоположность ранее изученным образцам YBaCo₂O_{5+x} с $x = 0.52 \pm 0.02$, где двухфазное состояние реализуется только ниже 190 К, в рассматриваемой системе эти фазы сосуществуют уже при комнатной температуре. Измерения температурной зависимости намагниченности показали наличие как фазовой сепарации, так и целого каскада магнитных фазовых переходов между пара-, ферро- и антиферромагнитными состояниями. В температурном интервале существования АФ фазы наложение сильного магнитного поля индуцирует метамагнитный АФ-ФМ переход. В противоположность соединениям RBaCo₂O_{5+x} с магнитными R – редкоземельными ионами, в изучаемой системе с иттрием оказалось, что даже поле в 35 Т недостаточно для полного перехода АФ фазы в ФМ состояние при низких температурах. Анализ магнитной восприимчивости в индуцированной сильным магнитным полем ФМ фазе показал, что наложение такого поля приводит к изменению спинового состояния иона Со в этом соединении.

Определены производные температур магнитных переходов по давлению. Их поведение находится в согласии с имеющимися данными по зависимости температур перехода от объема элементарной ячейки для соединений с различными R ионами.

1.3 Низкотемпературные исследования магнитного и кристаллического состояния радиационно-разупорядоченного Ce₂Fe₁₇

Ранее нами было обнаружено, что при облучении интерметаллического соединения Ce₂Fe₁₇ быстрыми нейтронами возникает разупорядоченное кристаллическое состояние, сопровождающееся значительными смещениями атомов из законных узлов в решетке, которое при максимальном флюенсе переходит в аморфное. При этом сложное магнитное состояние, антиферромагнитное с $T_N = 205$ К и ферромагнитное при $T_C = 94$ К, переходило в ферромагнитное во всем температурном интервале ниже $T_C = 300$ К.

Чтобы проследить процесс изменения магнитного состояния (АФ-Ф) при

радиационном разупорядочении, проведено последовательное облучение $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$ небольшими флюенсами быстрых нейтронов ($5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ - $2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$). При этих флюенсах наблюдали усиление антиферромагнитного пика в восприимчивости и его сдвиг в сторону высоких температур. Проведенный модельный расчет температурной зависимости магнитной восприимчивости двухподрешеточного АФ при различных значениях величины обменного взаимодействия между подрешетками показал, что восприимчивость в точке Нееля увеличивается при уменьшении величины обменного взаимодействия между подрешетками, что проявляется в росте пика магнитной восприимчивости при облучении. Этот вывод согласуется с исчезновением АФ упорядочения при больших флюенсах, когда исчезает обмен между подрешетками и АФ разрушается. Нейтронографические эксперименты подтвердили этот вывод.

1.4 Влияние нейтронного облучения на растворение и выделение интерметаллидов Ni_3Me в сталях

При низкотемпературном (340 К) облучении быстрыми нейтронами ГЦК Fe-Ni-Ti сплавов в каскадах смещений происходит растворение интерметаллидной $\gamma'(\text{Ni}_3\text{Ti})$ фазы с обогащением матрицы никелем. Показано, что интенсивность растворения снижается при увеличении исходного размера частиц и температуры облучения. Процесс радиационно-индуцированного растворения частиц интерметаллидов сопровождается радиационно-ускоренным процессом старения. Этим и объясняются кинетические параметры процесса растворения интерметаллидов Ni_3Ti при повышении температуры облучения до 540 К, что вызывает преимущественное выделение частиц Ni_3Ti .

Неравновесное растворение интерметаллидов наблюдали при воздействии интенсивной холодной пластической деформации (ИХПД) сдвигом под давлением в наковальнях Бриджмена на сплавах Fe-Ni-Me (Ti, Al, Zr, Si). На основании полученных данных был сделан вывод о двойственной природе деформационно-индуцированных фазовых переходов, включающих в себя процессы неравновесного растворения и ускоренного дефектами формирования интерметаллидных фаз. Таким образом, установлены сходные кинетические закономерности радиационно-индуцированного (в каскадах смещений) и деформационно-индуцированного (при ИХПД) растворения частиц интерметаллидов в матрицах Fe-Ni-Ti.

Для выяснения влияния радиационно-индуцируемых точечных дефектов на процесс старения были выполнены исследования по низкотемпературному бескаскадному облучению электронами сплавов с ГЦК решеткой Fe-Ni-Me (Ti, Al, Zr, Si). Эксперименты выявили активное радиационно-ускоренное старение в сплавах с Ti и Al, снижение

скорости старения в сплаве с Si и практическое отсутствие старения сплаве с Zr, обладающем пониженной диффузионной подвижностью в матрице Fe-Ni.

Результаты облучения нейтронами (аналогично ИХПД) свидетельствуют о конкурентном развитии альтернативных процессов: неравновесного растворения и равновесного выделения частиц. При ИХПД скорость растворения в каскадах смещения зависит от условий предварительного старения и проявляется в увеличении скорости превращения при уменьшении размеров интерметаллидов в сплавах с Ti и Al. В сплавах, легированных Zr и Si, наблюдается «вялая» кинетика изменения содержания Ni в матрице в зависимости от режима предварительного старения. В состаренных сплавах с Zr и Si это связано, во-первых, с большими размерами интерметаллидных частиц и, во-вторых, с ростом в сплаве с Zr конкурирующего радиационно-ускоренного старения в температурном интервале облучения.

1.5 Превращения кристалл - аморфное твердое тело при облучении быстрыми нейтронами: закономерности и механизмы

На основе анализа физических свойств соединений со структурой граната и перовскита, облученных различными флюенсами быстрых нейтронов, установлены основные закономерности радиационной аморфизации. Показано, что радиационная аморфизация является следствием статистического перераспределения при облучении катионов $3d$ - $4f$ - переходных металлов с существенно различающимися ионными радиусами, по неэквивалентным кристаллографическим позициям (т.е. образования т.н. «антиузельных» дефектов). Значительные неоднородные статические смещения ионов, возникающие при этом процессе, неизбежно ведут к потере трансляционной симметрии. Анализ результатов исследований показывает, что в аморфном состоянии, полученном радиационным способом, сохраняются (разумеется в искаженном виде) координационные полиэдры, характерные для исходной кристаллической структуры, а средние межионные расстояния Me-O и углы связи Me-O-Me близки к аналогичным величинам в кристалле. Аморфное и кристаллическое состояния в этом случае фактически различаются лишь величиной смещений ионов из положений равновесия и их направленностью. Существенно, что при таком «дисторсионном» механизме аморфизации химический состав и сплошность образца фактически не изменяются.

На основе анализа экспериментальных результатов установлены корреляции следующих величин: флюенс \rightarrow концентрация «антиузельных» дефектов \rightarrow величина неоднородных статических смещений ионов. Оценены критические концентрации и величины смещений, при достижении которых происходит аморфизация.

1.6 Нейтронографическое определение степени текстуры в постоянных магнитах на основе $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

Для достижения предельных значений величин остаточной индукции B_r и максимального энергетического произведения $(BH)_{\text{max}}$ у магнитотвердого материала необходимо реализовать в нем максимально высокую степень текстуры зерен, т.е. ориентировать легкие оси кристаллитов строго параллельно. Очевидно, что контроль степени текстуры требует разработки специальных методов. Часто используемый для подобных целей рентгеновский метод, в случае магнитотвердого материала на основе интерметаллидов из-за небольшой глубины проникновения в них рентгеновских лучей мало эффективен. Тепловые нейтроны обладают гораздо большей проникающей способностью. Кроме того, они могут быть использованы для анализа структуры образцов магнитотвердого материала с большой поверхностью. Следовательно, с помощью нейтронов можно получить более достоверную и исчерпывающую информацию о текстуре в магнитотвердого материала.

Были исследованы образцы постоянных магнитов на основе $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, различающихся по степени текстуры создаваемой однополярными импульсами магнитного поля с максимумом в 40 кЭ. Количество импульсов N варьировалось от $N=0$ до $N=7$. Магниты изготавливались из порошков сплава 31,2Nd-67,7Fe-1,1B (вес %), измельченных в вибромельнице в среде толуола до среднего размера частиц 4,1 мкм. Высушенные на воздухе порошки помещали в эластичные контейнеры и текстуровали при $N = 0, 1, 3, 5$ и 7 , а затем прессовали и спекали. Нейтроноструктурные измерения выполняли при комнатной температуре на нейтронном дифрактометре Д-2 с длиной волны $\lambda = 0,1805$ нм, установленном на горизонтальном канале реактора ИВВ-2М. Нейтронограммы измеряли в «геометриях» на отражение и прохождение в режиме θ - 2θ сканирования.

На примере экспериментальных и расчетных нейтронограмм образцов № 0, 1 и 7 (номер образца указывает на число приложенных импульсов магнитного поля при текстуровании порошка), измеренных в геометрии на отражение, установлено, что различие в степени текстуры образцов приводит к большим изменениям соотношения интенсивностей рефлексов. Особенно сильно изменяется рефлекс (002), расположенный на угле $2\theta \sim 17^\circ$. Интенсивность этого рефлекса в образце № 7 выше, чем в образце № 1, почти в 25 раз.

Количественная характеристика степени текстуры, найденная на основе анализа интенсивности рефлекса (hkl) в той форме, в какой она дана в [J. Rodriguez-Carvajal. Fullprof 2000 (version 2009), Laboratoire Leon Brillouin Grenoble, France], прекрасно

согласуется с количественной характеристикой степени текстуры, определенной магнитными методами - путем измерения петель гистерезиса вдоль и поперек текстуры на установке импульсных магнитных полей напряженностью до 160 кЭ. Это указывает на высокую достоверность использованного нейтронографического метода измерения степени текстуры в магнитах из сплавов Nd-Fe-B.

1.7 Структурное состояние быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$ (R= Nd, Y)

В последнее время много усилий направлено на решение проблемы создания суперэнергоемкого высококоэрцитивного постоянного магнита на основе $Nd_2Fe_{14}B$. Один из эффективных путей улучшения характеристик постоянных магнитов на основе $Nd_2Fe_{14}B$ – это получение композитов, включающих кристаллическую фазу как магнитотвердый компонент и аморфную фазу как магнитомягкий компонент. В качестве базового материала используются наноразмерные (20÷50 нм) быстрозакаленные сплавы (БЗС) типа $Nd_2Fe_{14}B$, препарированные по методике спиннингования – инжектирование струи расплава этих элементов на поверхность быстровращающегося массивного металлического барабана. Постоянный магнит на основе БЗС должен обладать высокими значениями намагниченности и магнитокристаллической анизотропии, когда магнитомягкий и магнитотвердый компоненты являются обменно-связанными. Магнитомягкая фаза должна быть сформирована из наночастиц, чтобы ее намагниченность следовала направлению намагниченности магнито жесткой фазы. В противном случае в магнитомягкой фазе реализуется при намагничивании «скрученная» магнитная структура, вызывающая понижение значений намагниченности и магнитокристаллической анизотропии.

Были проведены нейтронографические исследования сплавов типа $R_2Fe_{14}B$ (где R = Nd, Y), полученных методом быстрого охлаждения на поверхности колеса, вращающегося с большой скоростью. Именно в таких материалах можно было ожидать существование нанозерен упомянутых обменно-связанных магнитотвердой и магнитомягкой фаз.

Исходные сплавы $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ выплавлены в индукционной печи. Шихта готовилась с избытком железа. Быстро закаленные сплавы получали спиннингованием их расплава. Тангенциальная скорость вращения поверхности колеса равнялась 35 и 30 м/сек, соответственно, в случае $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$. Нейтронографические измерения выполнены на дифрактометре Д-2 с длиной волны $\lambda=1,805$ ангстрем и Д-3 с длиной волны $\lambda=2,423$ ангстрем, установленных на горизонтальных каналах реактора ИВВ-2М.

На нейтронограмме сплава $Nd_2Fe_{14}B$ отчетливо виден диффузный максимум на $2\theta \approx 75^0$ указывающий на наличие аморфной фазы в сплаве. Рефлексы кристаллической фазы

соответствуют структуре $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Для сплава $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ также на $2\theta \approx 75^\circ$ имеет место диффузный максимум, но его интенсивность значительно меньше, чем на нейтронограмме для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Следовательно степень аморфизации зависит от типа редкоземельного элемента. Другое отличие между структурными состояниями $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ проявляется в появлении на нейтронограмме для $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ рефлексов, которые отсутствуют в случае $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Эти рефлексы соответствуют гексагональной решетке (пространственная группа $R\bar{6}/mmm$). Такая фаза имеет структуру типа TbCu_7 . Остальные рефлексы соответствуют структуре $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и железу.

1.8 Особенности электронного и магнитного состояния бинарного соединения Y_3Co в системе твердых растворов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$

В последние десятилетия наряду с традиционными магнитными материалами из сплавов группы железа (Т) все более широкое применение получают магнитные материалы, основу которых составляют интерметаллические соединения редкоземельных металлов (R). Физической основой уникальных магнитных свойств R-T- интерметаллидов является сочетание гигантской анизотропии и магнитострикции R с относительно высокими температурами магнитного упорядочения. С научной точки зрения R-T- интерметаллиды представляют собой сложные электронные системы, в которых сочетается локализованный магнетизм R-подрешетки с коллективизированным магнетизмом 3d- подрешетки. В связи с этим несомненный интерес представляет изучение системы интерметаллидов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$, в частности, структурного и магнитного состояния монокристалла Y_3Co , которое существенно изменяется при частичном замещении ионов иттрия ионами гадолиния.

Методами нейтронной дифракции и электрических измерений исследованы электронные и магнитные свойства монокристалла Y_3Co . Установлено, что указанные параметры в кристаллах Y_3Co и $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$ существенно отличаются.

1.9 Облучения образцов

Проведены необходимые облучения:

- сверхпроводящих пниктидов состава $\text{Fe}_x(\text{Te}, \text{Se})_y$ и быстрозакаленных сплавов $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ флюенсами быстрых нейтронов 0.5, 1.5, 2.5, 4.5 и $12.5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$;
- стали НЗ5ТЗ и модельных сплавов Fe-Ni-(Ti, Al, Zr, Si) в закаленном и состаренном при 650°C состояниях флюенсами 1, 5, 10, $50 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$.

2 Программа развития УСУ на 2009-2010 годы

2.1 План модернизации нейтронного дифрактометра Д-3

Развитие современных методов определения магнитной структуры вещества из картины нейтронной дифракции на моно- и поликристаллических образцах (например, simulated analysis method) требует экспериментальных данных, полученных в области малых и больших векторов рассеяния при одинаковых внешних условиях. Выполнение этих двух требований на эксперименте означает, что необходимо провести нейтронографические измерения при двух разных по величине длинах волн, падающего на образец нейтронного пучка, но при одинаковых внешних условиях. В случае поликристаллических образцов такие измерения можно провести, если использовать два нейтронных дифрактометра, оперирующих с разными длинами волн. Один из дифрактометров должен иметь сравнительно короткую длину волны нейтронов, что обеспечит запись дифракционных картин в области больших векторов рассеяния и, соответственно, получение данных о параметрах кристаллической структуры. На другом дифрактометре должны быть записаны дифракционные картины в области малых векторов рассеяния, чтобы получить информацию о магнитном рассеянии.

Однако, в случае монокристаллических образцов применение двух нейтронных дифрактометров не позволяет достичь необходимой для расчетов точности в экспериментальных данных. Это связано с различием в юстировке монокристаллического образца на разных дифрактометрах. В этом случае применяется нейтронный дифрактометр, оперирующий на нескольких длинах волн падающего нейтронного пучка, что позволяет провести измерения при одной и той же ориентации образца. Чтобы избежать перемещения дифрактометра при изменении длины волны нейтронного пучка, необходимо применение «параллельных» кристаллов, что ограничивает возможность достижения или высокого разрешения или максимальной светосилы дифрактометра.

Мы предлагаем иной способ получения двух длин волн падающего нейтронного пучка. Для этого необходимо провести модернизацию оборудования, установленного на ГЭК – 3. Формирование двух нейтронных пучков осуществляется с помощью двух пар кристаллов-монокроматоров. Монокроматор, состоящий из кристалла-пирографита (1) и деформированного германия (2), формирует длину волны, равную $\lambda=2.43 \text{ \AA}$. В качестве отражающей плоскости кристалла-пирографита используется плоскость (002), а плоскостью отражения германиевого кристалла - (111). Для уменьшения доли кратных длин волн в нейтронном пучке применен фильтр, составленный из кристаллов пирографита с мозаичностью, примерно, 1° . Применение такого фильтра толщиной 35

мм позволяет понизить долю $\lambda/2$ и $\lambda/3$ кратных длин волн, соответственно, в 1000 и 100 раз.

Другой нейтронный пучок (длина волны $\lambda=1,71 \text{ \AA}$) формируется монохроматором, состоящего из деформированного германиевого кристалла (отражающая плоскость (111)) и другого сфокусированного в вертикальной плоскости германиевого кристалла с отражающей плоскостью (531). Как известно, в случае двойного кристалла-монохроматора для достижения высокого разрешения дифрактометра применяется промежуточный коллиматор с коллимацией, около, $10'$. Нами будет использоваться $10'$ соллеровский коллиматор, имеющий высокую пропускную способность, (около 30 %), что будет достигнуто за счет применения пленочной технологии.

Чтобы получить разрешение дифрактометра $\Delta d/d \approx 0.5\%$ (нейтронный пучок с $\lambda=1,71 \text{ \AA}$) будут установлены коллиматоры с коллимацией $20'$ перед каждым из детекторов системы регистрации нейтронов. Планируется смонтировать 10 блоков сцинтилляционных детекторов. Каждый блок детекторов будет состоять из 10 детекторов, сцинтиллятора, конвертора, усилителя и дискриминатора, формирующего импульсы определенной формы и величины. После дискриминатора импульсы поступают на блок управления и управляющий компьютер. Угловое перемещение блока детекторов осуществляется с помощью шаговых двигателей.

Нейтронный пучок с $\lambda=1,71 \text{ \AA}$ будет использоваться для нейтронографических измерений, ориентированных на определение параметров кристаллической структуры, тогда как пучок с $\lambda=2.43 \text{ \AA}$ предназначен для измерений, ориентированных на определение магнитной структуры веществ. Реализация предложенной схемы позволит получать картины нейтронной дифракции в интервале $q = 0.1 - 6.7 \text{ \AA}^{-1}$ и максимальном разрешении $\Delta d/d \approx 0.5\%$ при $q \approx 5 \text{ \AA}^{-1}$. Такие дифракционные картины позволят провести расчеты параметров кристаллической и магнитной структуры с высокой точностью.

Предложенная схема формирования двух нейтронных пучков позволяет также проведение нейтронографических измерений с одновременным использованием двух длин волн. Такая возможность важна в случае измерений нестабильных во времени веществ или для измерения переходов в режиме «реального времени».

Для модернизации дифрактометра Д-3 необходимо приобрести:

1. Деформированный монокристалл германия, с наружной плоскостью (531), с фокусировкой в вертикальной плоскости - 100 т.р.
2. Соллеровский коллиматор с расходимостью $20'$. - 55 т.р.
3. Система регистрации нейтронов со 100 сцинтилляционными детекторами и

коллиматорами. – 400 т.р.

4. Кристалл пирографита с размерами 60×60×4 и мозаичностью (25-30)' - 70 т.р.

5. Шаговый двигатель -2 шт. – 30 т.р.

Общая сумма затрат на модернизации нейтронного дифрактометра Д-3 составляет примерно 655 тыс. руб.

2.2 План модернизации нейтронного дифрактометра Д-2

Данный пункт программы модернизации нейтронографических установок Института физики металлов ориентирован на увеличение светосилы нейтронного дифрактометра Д-2.

В настоящее время НМК ИФМ не располагает нейтронным дифрактометром с большой светосилой, в то время как необходимость в таком дифрактометре очевидна, имея в виду многочисленные измерения радиоактивных образцов, проводимых в лаборатории. Ясно, что повышение светосилы дифрактометра позволяет уменьшить объем радиоактивного образца, т.е. понизить уровень дозы, получаемой обслуживающим персоналом.

В этой связи предлагается оснастить дифрактометр Д-2 новой мультidetекторной системой регистрации нейтронов. Она состоит из 30 гелиевых детекторов, расположенных с шагом в один угловой градус в защите из борированного полиэтилена. В защите к каждому детектору будет профрезерован канал прямоугольного сечения 7×60×300 мм, что обеспечивает значительное понижение фонового рассеяния. На защите будут смонтированы предусилители, служащие для усиления электрического сигнала, сформированного на аноде каждого детектора. После предусилителя сигналы поступают на дискриминатор и далее на управляющий компьютер.

Предложенная система регистрации позволит повысить светосилу дифрактометра Д-2 в 3 раза, что принципиально важно при измерении радиоактивных образцов.

Итак, необходимо изготовить:

1. Блок защиты детекторов, материал борированный полиэтилен, фрезерование 30 прямоугольных каналов – 100 т.р.
2. 30 предусилителей с коэффициентом усиления 150-200. – 80 т.р.
3. 30 дискриминаторов формирующих TTL- сигналы, - 80 т.р.
4. Купить входной и выходной регистры, плату связи компьютера с регистрами. -30 т.р.

Общая сумма затрат на модернизации нейтронного дифрактометра Д-2 составляет примерно 290 тыс. руб., включая оплату работы на установку и настройку всей системы.

2.3 Адаптация нейтронного дифрактометра D-7a для исследования внутренних микро-напряжений в материалах

На порошковом нейтронном дифрактометре D-7a запланировано проведение дифракционных исследований внутренних микронапряжений в материалах и изделиях. С целью расширения его возможностей планируются работы по аппаратурной и методической модернизации установки и оснащению её дополнительным оборудованием.

Методические разработки. На основании оригинального подхода к описанию разрешения порошковых нейтронных дифрактометров к настоящему времени получены выражения для параметров брэгговских пиков, учитывающие пространственные эффекты и дающие возможность ясной геометрической интерпретации эффектов разрешения, а также осознанного поиска оптимальных параметров прибора. В развиваемом приближении распределение плотности нейтронного потока, падающего на образец в точке \mathbf{x}' , может быть охарактеризовано с помощью функции пропускания блока монохроматора, имеющей вид:

$$B_M(\mathbf{k}'; \mathbf{r}') = B_{M0}(\mathbf{k}_l) \cdot \exp\left(-\frac{1}{2} [a_{33}(q'_3 + v_3 \cdot x'_3)^2 + g_3 x_3'^2]\right) \times \\ \times \exp\left(-\frac{1}{2} \left[\sum_{i,k=1}^2 a_{ik} (q'_i + v_i \cdot x'_i)(q'_k + v_k \cdot x'_k) + g_2 x_2'^2 \right]\right)$$

где \mathbf{k}_l - центральный вектор распределения нейтронного потока, падающего на образец, при этом произвольный вектор этого распределения $\mathbf{k}' = \mathbf{k}_l + \mathbf{q}'$, а положение точки \mathbf{r}' может быть представлено в виде $\mathbf{r}' = \mathbf{r}_l + \mathbf{x}'$. При этом \mathbf{r}_l задает положение центра образца. Эта формула справедлива для широкого круга приборов и является просто параксиальным приближением, взятым в гауссовой форме. В традиционном приближении при пренебрежении пространственными эффектами коэффициенты $v_i; g_i$ равны 0. Метод вычисления всех входящих в данное выражение величин и их значения изложены в наших работах.

В результате форма линии брэгговского пика при центральном брэгговском угле Θ_B и соответствующем значении угла рассеяния $\mathcal{G}_B = 2\Theta_B$, описывается формулой:

$$I(\Delta\mathcal{G}) = I_D^\Sigma \cdot f(\Delta\mathcal{G}),$$

где I_D^Σ - интегральная интенсивность пика, $\Delta\mathcal{G} = \mathcal{G} - \mathcal{G}_B$, нормированная форма линии описывается функцией

$$f(\Delta\mathcal{G}) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\Gamma_g} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2} \frac{\Delta\mathcal{G}^2}{\Gamma_g^2}\right)$$

При этом выражения как для интегральной интенсивности, так и для дисперсии формы линии имеют достаточно простой, легко интерпретируемый с точки зрения геометрической интерпретации вид. Например, дисперсия формы линии в простом случае образца в виде вертикального эллиптического цилиндра с полуосями вдоль и поперек падающего на него потока равными ρ_1 и ρ_2 описывается выражением:

$$\Gamma_g^2 = \frac{1}{k_I^2} \frac{a_{11} + 4a_{22} \tan^2 \Theta_B + 4a_{12} \tan \Theta_B}{a_{11}a_{22} - a_{12}^2} + \frac{W_D^2}{r_F^2} + \frac{\rho_1^2 \cdot \sin^2 \mathcal{G}_B}{r_F^2} +$$

$$+ \gamma_H^2 \cdot \left\{ \frac{\rho_2 \cdot \cos \mathcal{G}_B}{r_F} + \frac{2 \tan \Theta_B \cdot v_1 - v_2}{k_I} \cdot \rho_2 \right\}^2$$

где r_F - расстояние между детектором и образцом, W_D - гауссова характеристика ширины окна детектора. Коэффициент γ_H , равный 1 при пренебрежении пространственными эффектами, описывает эффективную перенормировку поперечных размеров образца за счет пространственной неоднородности падающего на него потока.

Особенностью конструкции дифрактометра D-7а является использование в нем в качестве монохроматоров монокристаллов пирографита и германия с существенно отличающимися межплоскостными расстояниями, равными 3.38 и 1.088 Å, соответственно. При используемой длине волны $\lambda = 1.532 \text{ \AA}$ это дает существенно разные значения брэгговских углов, равные $\Theta_{M1} = 13.1^\circ$ и $\Theta_{M2} = 44.8^\circ$. В свою очередь, такая разница обеспечивает получение на образце высокомонокроматичного нейтронного потока. Развитые нами методы расчета коэффициентов, фигурирующих в приведенных выше формулах были обобщены на случай двойных монохроматоров. Помимо нашего аналитического приближения при описании реального прибора D-7а для сравнения и взаимной верификации мы также использовали основанный на методе Монте-Карло известный пакет McStas. Основу анализа составляли данные о значениях ширин брэгговских пиков, измеренных на порошках CeO_2 , помещенных в цилиндрические контейнеры диаметром 4 мм и 8 мм.

Полученные результаты подтвердили применимость для описания разрешения прибора развитых нами аналитических методов учета пространственных эффектов. При

разумных значениях эффективных параметров прибора показано достаточно хорошее совпадение результатов нашей гауссовой модели с данными, полученными путем численного моделирования, а также экспериментальных измерений. Установлены значения эффективных параметров прибора, могущие служить отправной точкой направлений дальнейшей модернизации.

Кроме этого дополнительно изучался вопрос об искажении формы брэгговских пиков при небольших углах рассеяния, связанный с использованием в приборе однокоординатного ПЧД высотой 12 см, что вызвало необходимость учета кривизны конуса Дебая-Шерера. Для описания этих эффектов нами были предложены простые формулы для искаженной формы линии, а также для оценки смещения средней частоты пика. С помощью этих формул, а также численных расчетов с использованием пакета McStas были определены параметры дополнительного вертикального соллеровского коллиматора между образцом и детектором, который необходимо устанавливать при измерениях в диапазоне небольших углов рассеяния.

Расчеты разрешения прибора планируется выполнять в течение проекта по мере необходимости.

Модернизация дифрактометра D-7a. Для улучшения фоновой обстановки (повышения отношения сигнал/фон) в районе образца в текущем году проводится модернизация биологической защиты дифрактометра D-7a, расположенной непосредственно в физическом (экспериментальном) зале реактора ИВВ-2М. Для формирования оптимального выходного пучка нейтронов, падающих на исследуемый образец после второго кристалла-монокроматора, изготовлены и установлены кадмированный коллиматор и специальное устройство для передвижения коллиматора до образца вдоль падающего пучка. Это устройство, с одной стороны, позволяет вести съемку нейтронограмм, начиная с малых (порядка 1-1.5 градусов) углов рассеяния, а, с другой стороны, при установке на нейтронограф дополнительных температурных приставок исключить рассеяние пучка на элементах крепления. Кроме того, изготовлено сканирующее устройство, на которое помещается исследуемый образец или изделие для перемещения их поперек, вдоль и по высоте пучка, чтобы сканировать внутренний объем.

За счёт внебюджетных источников финансирования в отчётном периоде приобретены микропроцессорные измерительные регуляторы МЕТАКОН-515-P0-Y-1 и оформлена Заявка в МНТЦ на поставку высокоточного программируемого регулятора температуры с усилителем мощности ТЕ10А.

3 Сведения об услугах коллективного пользования

В 2009 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. При этом НМК ИФМ УрО РАН осуществляет инженерно-техническое обеспечение работ.

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

1. Институту химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург,
2. Институту высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург,
3. Институту электрофизики УрО РАН, Екатеринбург,
4. Институту металлургии УрО РАН, Екатеринбург,

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Краткие выводы

Выполнены все предусмотренные Техническим заданием и Календарным планом работы первого этапа в рамках НИР по теме: «Исследование методами рассеяния тепловых нейтронов фазового состава и структуры, определяющих фундаментальные физические и функциональные свойства нано- и кристаллических материалов различного назначения в исходном и облученном состояниях, на УСУ «Исследовательский водородной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01- 34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН)», ИВВ-2М (НМК ИФМ)» (шифр «2009-07-1.8-00-03-024»), выполняемой в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы» на основании Решения Конкурсной комиссии Роснауки № 3 (протокол от «27» мая 2009 г. № 5) по государственному контракту от «08» июня 2009 г. № 02.518.11.7119.

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

За счёт средств федерального бюджета

1. Комплексное изучение особенностей кристаллической и магнитной структур новых твёрдых электролитов, сверхпроводящих пниктидов разного состава и симметрии, быстрозакаленных сплавов $R_2Fe_{14}B$.
2. Облучение образцов быстрыми нейтронами.
3. Разработка Программы развития УСУ на 2009-2010 г.

За счёт внебюджетных средств

1. Синтез и аттестация образцов для исследований.
2. Комплексное изучение особенностей кристаллической структуры модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов.
3. Облучение образцов быстрыми нейтронами.

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

1. Исследовано влияние нейтронного облучения на электронные свойства в нормальном и сверхпроводящем состояниях поликристаллических образцов новой системы $LaFeAsO_{0.9}F_{0.1}$. Показано, что уменьшение температуры сверхпроводящего перехода при облучении связано с уменьшением времени электронной релаксации,

- что является свидетельством в пользу аномального типа спаривания в сверхпроводниках на основе железа.
2. Предложен нейтронографический метод контроля текстуры постоянных магнитов на основе $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.
 3. Установлено, что в быстрозакаленном сплаве $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ существует аморфная фаза с диффузным максимумом на угле $2\theta \sim 75^\circ$. Рефлексы кристаллической фазы соответствуют структуре $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Для сплава $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ также на $2\theta \sim 75^\circ$ имеет место диффузный максимум, но его интенсивность значительно меньше, чем на нейтронограмме для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Следовательно степень аморфизации зависит от типа редкоземельного элемента. Другое отличие между структурными состояниями $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ проявляется в появлении на нейтронограмме для $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ рефлексов, которые отсутствуют в случае $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Эти рефлексы соответствуют гексагональной решетке (пространственная группа $P6/mmm$). Такая фаза имеет структуру типа TbCu_7 . Остальные рефлексы соответствуют структуре $\text{Y}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и железа.
 4. Методом нейтронной дифракции под давлением при комнатной температуре в интерметаллиде с промежуточной валентностью CeNi найден переход из орторомбической фазы (решетка типа CrB) в тетрагональную фазу при $P \sim 2$ ГПа со скачком объема 6.5%. Эти данные согласуются с результатами по исследованию магнитной восприимчивости под давлением до 1.25 ГПа.
 5. Исследования фазовой диаграммы системы диоксид углерода - вода при высоком давлении с помощью дифракции нейтронов показали, что в кубической структуре данного клатрата молекулы занимают большие гидратные полости. При достижении давления порядка 0.8 ГПа объем полостей уменьшается до объема, который становится недостаточным для молекулы CO_2 и гидрат разлагается на компоненты. Этот результат указывает на существовании верхней границы давления существования клатратных гидратов в данной системе.
 6. Рядом физических методов, в том числе нейтронографией высокого разрешения, было показано, что реальная структура нанокристаллических допированных лантаноидами церий – церкониевых образцов характеризуется сложным переустройством координационных полиэдров с уровнем допирования. Это приводит к сильному изменению подвижности кислорода и коррелирует с их каталитическими свойствами.
 7. Методом нейтронографии исследована кристаллическая структура низкотемпературной модификации моноалюмината калия KAlO_2 . С применением

комплекса программ «ТОPOS» построена карта ионной проводимости и проведён анализ возможных путей миграции катионов калия. Геометрический анализ вместе с качественным анализом энергий миграции свидетельствуют о значительной анизотропии калий - катионной проводимости в низкотемпературной фазе KAlO_2 и говорят об её одномерном характере.

8. Изучены структурные и магнитные свойства в парамагнитной области нанокерамики $\text{LaMnO}_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения. Образцы содержали смесь орторомбической и ромбоэдрической фаз в разных соотношениях. Закон Кюри-Вейсса выполняется в области $T > 440 \text{ K} > 2T_c$, а в интервале $300 < T < 440 \text{ K}$ вблизи дефектов образуются магнитные поляроны. При увеличении концентрации ионов Mn^{4+} T_c уменьшается, что обусловлено уменьшением общего числа Mn ионов, размерными эффектами малых частиц и дальнедействующими упругими напряжениями.

Краткие результаты комплексного изучения особенностей кристаллической структуры модельных реакторных сплавов и конструкционных материалов:

1. Исследовано структурное состояние исходных и облученных быстрыми нейтронами образцов интерметаллидов Fe-Ni-Ni с целью создания новых материалов для атомной энергетики, необходимых для работы в радиационных полях при разных температурах и, зачастую, в нагруженном состоянии, а также после различного типа предварительной обработки, например, после волочения трубок тепловыделяющих элементов, в которых присутствуют различного типа напряжения. Методом нейтронной дифракции оценены величины внутренних микронапряжений в этих материалах, возникающих на разных стадиях термообработки, а также при облучении флюенсами быстрых нейтронов $5, 10, 50 \cdot 10^{20} \text{ см}^2$. Экспериментально опробована возможность определения размера и концентрации микровыделений разного состава и структуры в сталях на разных стадиях термообработки методом малоуглового рассеяния тепловых нейтронов.
2. На основе анализа физических свойств соединений со структурой граната и перовскита, облученных различными флюенсами быстрых нейтронов, установлены основные закономерности радиационной аморфизации. Показано, что радиационная аморфизация является следствием статистического перераспределения при облучении катионов $3d$ - $4f$ - переходных металлов с существенно различающимися ионными радиусами, по неэквивалентным кристаллографическим позициям (т.е. образования т.н. «антиузельных» дефектов).

3. Нейтронографическим методом исследованы фазовые превращения и наноструктурирование в метастабильной нержавеющей стали X18H8 при азотировании и последующей интенсивной холодной пластической деформации сдвигом под давлением в наковальнях Бриджмена. Ионно-плазменное азотирование стали приводит к насыщению азотом аустенита, формированию нитрида CrN и дестабилизации структуры по отношению к $\gamma \rightarrow \alpha$ - превращению. Последующая деформация сопровождается обратным фазовым переходом $\alpha \rightarrow \gamma$, растворением нитридов и образованием пересыщенных азотом твердых растворов, а также вторичных нанонитридов, ограничивающих рост зерен матрицы и стабилизирующих сформированную наноструктуру.
4. Изучены структура и гальваномагнитные свойства монокристаллических образцов квазибинарной интеркалатной система Cu-TiSe₂, полученных методом прямого синтеза из элементов. Показано, что в изученном концентрационном интервале интеркаляция меди приводит к комплексу явлений, аналогичных наблюдающимся при интеркаляции щелочных металлов. Изучены структура и гальваномагнитные свойства монокристаллических образцов квазибинарной интеркалатной система Cu-TiSe₂, полученных методом прямого синтеза из элементов. Показано, что в изученном концентрационном интервале интеркаляция меди приводит к комплексу явлений, аналогичных наблюдающимся при интеркаляции щелочных металлов

Разработана Программа развития УСУ на 2009-2010 г. Синтезирован необходимый для запланированных исследований набор образцов. Проведены облучения образцов флюенсами быстрых нейтронов $\Phi \sim (10^{17} - 10^{20}) \text{ см}^{-2}$.

Апробация работы

По результатам проведенных научных исследований на первом этапе в 2009 году опубликовано 23 статьи и сделано 18 докладов на конференциях.

Список публикаций

Статьи в реферируемых журналах:

1. V.I.Bobrovskii, V.A.Kazantsev, A.V.Mirmelstein, N.V.Mushnikov, N.V.Proskurnina, V.I.Voronin, E.Pomjakushina, K.Konder, A.A.Podlesnyak. Spontaneous and field-induced magnetic transitions in $\text{YbaCo}_2\text{O}_{5.5}$ // JMMM, 2009 vol. 321, pp. 429-437.
2. A.G.Kuchin, Yu.V.Knyazev, Yu.I.Kuz'min, A.V.Lukoyanov, I.A.Nekrasov, V.I.Anisimov, N.I.Kourov, I.V.Medvedeva, V.I.Voronin. Role of electronic band structure and lattice parameters in magnetism of the $\text{R}_2(\text{Fe},\text{M})_{17}$, $\text{M} = \text{Si, Al}$ compounds// Solid State Phenomena, 2009, Vol. 152-153, pp 41-44.
3. A.Yu.Manakov, Yu.A.Dyadin, A.G.Ogienko, A.V.Kurnosov, E.Ya.Aladko, E.G.Larionov, F.V.Zhurko, V.I.Voronin, I.F.Berger, S.V.Goryainov, A.Yu.Lihacheva, A.I.Ancharov. Phase Diagram and High-Pressure Boundary of Hydrate Formation in the Carbon Dioxide-Water System// J. Phys. Chem. B, 2009, vol. 113 (20), pp.7257-7262
4. A.Mirmelstein, E.Clementyev, O.Kerbel, D.Kozlenko, Yu.Akshentsev, V.Voronin, I.Berger, Pressure effects in CeNi // Journal of Nuclear Materials, 2009, vol. 385, pp. 57–59.
5. N.V.Mushnikov, V.S.Gaviko, J.Park, A.N.Pirogov. Crystal and magnetic structure of TbNi_2Mn // Phys. Rev. B, 2009, vol. 79, 184419.
6. J.Park, M.Kang, J.Kim, S.Lee, K.-H.Jang, A.Pirogov, J.-G.Park, C.Lee, S.-H.Park, H.C.Kim. Doping effects of multiferroic manganites $\text{YMn}_{0.9}\text{X}_{0.1}\text{O}_3$ ($\text{X} = \text{Al, Ru, and Zn}$)// Phys. Rev. B, 2009, vol. 79, 064417.
7. A.N.Pirogov, J.-G.Park, A.S.Ermolenko, A.V.Korolev, A.G.Kuchin, S.Lee, Y.N.Choi, J.Park, M.Ranot, J.Yi, E.G.Gerasimov, Yu.A.Dorofeev, A.P.Vokhmyanin. $\text{TbxEr}_{1-x}\text{Ni}_5$ compounds: An ideal model system for competing Ising-XY anisotropy energies// Phys. Rev. B, 2009, vol. 79, 174412.
8. V.Sadykov, N.Mezentseva, V.Muzykantov, D.Efremov, E.Gubanov, N.Sazonova, A.Bobin, E.Paukshtis, A.Ishchenko, V.Voronin, J.Ross, C.Mirodatos, A. van Veen, Real Structure - Oxygen Mobility Relationship in Nanocrystalline Doped Ceria-Zirconia Fluorite-Like Solid Solutions Promoted by Pt// Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 2009, Vol. 1122, Materials Research Society 1122-O, pp. 05-11.
9. V.V.Shchennikov, S.V.Ovsiyannikov, A.E.Karkin, S.TODO, Y.Uwatoko. Galvanomagnetic properties of fast neutron bombarded Fe_3O_4 magnetite: A case against charge ordering mechanism of the Verwey transition// Solid State Communications, 2009, vol. 149,

pp.759-762.

10. A.E.Karkin, J.Werner, G.Behr and B.N.Goshchitskii. Neutron-irradiation effects in $\text{LaO}_{0.9}\text{F}_{0.1}\text{FeAs}$ superconductor// arXiv:0904.1634.
11. В.А. Баринов, В.А. Цурин, В.И. Воронин, В.Т. Суриков, Неустойчивость фазы Fe_{23}V_6 при механотермической обработке// ФММ, 2009, том 108, с. 54-62.
12. В.И.Бобровский. Об учете пространственных эффектов при описании разрешения порошкового нейтронного дифрактометра с плоским монохроматором// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009, №1, С.7.
13. В.И.Бобровский. Описание интегральной интенсивности брэгговских пиков в порошковых нейтронных дифрактометрах с учетом пространственных эффектов// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2009, №5, С.63.
14. В.И.Бобровский. Об искажениях формы линии брэгговских пиков в порошковом нейтронном дифрактометре// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009, №6, С.22.
15. А.Л.Бузлуков, А.В.Солонинин, А.В.Скрипов, Е.Ю.Медведев, В.И.Воронин, И.Ф.Бергер. Позиции и подвижность атомов водорода в $\text{Hf}_2\text{CoH}_x(\text{D}_x)$ со структурой типа Ti_2Ni : исследование методами ЯМР и дифракции нейтронов// ФММ, 2009, т. 107, в. 1, с. 23-29.
16. Э.З.Валиев. Энтропия и магнитотепловые эффекты в ферромагнетиках с магнитными фазовыми переходами первого и второго рода// ЖЭТФ, 2009, т. 135, в. 1, с. 1-8.
17. А.П.Вохмянин. Симметричный анализ магнитных структур сплавов квазибинарной системы $\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{Sn}$ // ФММ, 2009, т. 107, в. 2, с. 126-133.
18. С.Ф.Дубинин, В.И.Соколов, В.Д.Пархоменко, В.И.Максимов, Н.Б.Груздев. Влияние легирования ионами никеля на структурное состояние кристалла оксида цинка// ФТТ, 2009, т. 51, в. 10, с. 1905-1908.
19. N.V.Kazantseva, N.I.Vinogradova, N.N.Stepanova, A.N.Pirogov, E.O.Golikova. Formation of Metastable Phases in a Ni–9.6 wt % Al–6.7 wt % Fe–1 wt % Cr Intermetallic Alloy// FMM, 2009, v. 107, No 4, p. 375.
20. Н.И.Коуров, А.Ю.Волков, Ю.В.Князев, М.А.Коротин, В.А.Казанцев. Влияние пластической деформации на электронные свойства сплава $\text{Cu}_{60}\text{Pd}_{40}$ // ФТТ, 2009, т. 51, в. 2, с. 221-227.
21. В.Г.Плещев, Н.В.Селезнева, В.И.Максимов, А.В.Королев, А.В.Подлесняк,

- Н.В.Баранов. Особенности структуры, магнитные свойства и теплоемкость интеркалированных соединений Cr_xTiSe_2 // ФТТ, 2009, т. 51, в. 5, с. 885-891.
22. D.P.Rodionov, I.V.Gervas'eva, Yu.V.Khlebnikova, V.A.Kazantsev, V.A.Sazonova. Creation of Ternary Ni–Cr–W Alloys with a Sharp Cube Texture and a Curie Temperature below 77 K to Produce Epitaxial Substrates for Superconducting Compositions// FMM, 2009, v.107, No 2, p. 185.
23. А.А.Титов, А.И.Меренцев, А.Е.Карькин, А.Н.Титов, В.В.Федоренко. Структура и свойства интеркалатного соединения Cu_xTiSe_2 // ФТТ, 2009, т.51, с. 217-220.

Доклады на международных и российских конференциях:

1. В.Л. Арбузов, Б.Н. Гощицкий, С.Е. Данилов, Ю.Н. Зуев, А.Е. Карькин, В.В. Сагарадзе. Радиационные дефекты и дейтерий в двухфазной аустенитно-мартенситной стали при низкотемпературном нейтронном облучении. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
2. V.I.Bobrovskii. Neutron diffraction study of internal stresses in materials for nuclear reactor. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
3. V.Bobrovskii, V.Kazantsev, A.Mirmelstein, N.Mushnikov, N.Proskurnina, V.Voronin, A.Podlesnyak. Spontaneous and field-induced magnetic transitions in $\text{RBaCo}_2\text{O}_{5.5}$. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 55.
4. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, В.В.Сагарадзе, Б.Н.Гощицкий. Влияние предварительной обработки на структурное состояние облученных быстрыми нейтронами интерметаллидов Fe-Ni-Ti. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 36.
5. В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, А.Е.Карькин, Э.З.Валиев, Б.Н.Гощицкий. Низкотемпературные исследования магнитного и кристаллического состояния радиационно-разупорядоченного $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 69.
6. А.Е.Карькин, В.И.Воронин, И.Ф.Бергер, В.А.Казанцев, Ю.С.Поносов, В.Г.Ральченко, В.И.Конов, Б.Н.Гощицкий. Электронная структура CVD-алмаза, облученного быстрыми нейтронами. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с. 69.

7. A. Mirmelstein, E. Clementyev, O. Kerbel, Yu. Akshentsev, D. Kozlenko, V. Voronin, I. Berger, D. Chernyshov, Pressure Effects in CeNi, 8 Международный Уральский Семинар «Радиационная физика металлов и сплавов», 23 февраля- 1 марта, Снежинск, Россия, 2009, с. 55.
8. А.М. Мосин, А.В. Козлов, Е.Н. Щербаков, Ю.Г. Чукалкин, В.Л. Панченко, В.С. Шихалев, П.И. Яговитин. Влияние деформационного воздействия на изменение структуры, физических и магнитных свойств аустенитной стали типа X18H10T. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
9. В.В.Сагарадзе, В.А.Шабашов, А.В.Литвинов, В.М.Колосков, В.Д.Пархоменко. Влияние нейтронного облучения на растворение и выделение интерметаллидов Ni3Me в сталях. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
10. В.Д.Пархоменко, С.Ф.Дубинин, С.Г.Теплоухов. Влияние химического состава на аморфизацию быстрыми нейтронами сплавов на основе никелида титана.
11. Ю.Г.Чукалкин, Б.Н.Гощицкий. Превращения кристалл - аморфное твердое тело при облучении быстрыми нейтронами: закономерности и механизмы. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
12. В.А.Шабашов, А.Е.Заматовский, С.В.Борисов, А.В.Литвинов, Н.Ф.Вильданова, В.И.Воронин. Моделирование наноструктурного состояния в сплаве Fe-18Cr-8Ni при ионной имплантации и сильной холодной деформации. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009, с.114.
13. Е.Н.Щербаков, А.М.Мосин, М.В.Евсеев, В.Л.Панченко, И.А.Портных, Н.В.Глушкова, Ю.Г.Чукалкин, А.В.Козлов. Влияние радиационного воздействия на изменение структуры, физических, механических и магнитных свойств стали X18H9. VIII Межд. Уральский семинар “Радиационная физика металлов и сплавов”, Снежинск, февраль-март 2009.
14. N. Mironova-Ulmane, A. Kuzmin, J. Grabis, I. Sildos, M. Pärs, V. I. Voronin, Phonon-Magnon coupling in nanosized NiO. International Baltic Sea Conference “Functional materials and nanotechnologies 2009”, Riga, 31 march-3 april, p.61.
15. А.Н.Пирогов, Н.В.Кудреватых, С.Г.Богданов, А.Е.Теплых, А.Г.Попов, В.П.Вяткин, Д.Ю.Василенко. Нейтронографическое определение степени текстуры в постоянных магнитах на основе Nd2Fe14B. XXI Международная конференция

“Новое в магнетизме и магнитных материалах” (НМММ-XXI), Москва, июнь-июль 2009.

16. Смирнова З.И., Марков В.Ф., Воронин В.И., Маскаева Л.Н., Синтез и механизм получения тонких пленок твердых растворов замещения PbSe-SnSe методом ионного обмена. XVII Международная конференция по химической термодинамике в России RCCT 2009, 29 июня - 3 июля, 2009 г. Казань, р.34.
17. В.И.Максимов, С.В.Дубинин, В.Д.Пархоменко. Нейтронографическое исследование особенностей атомной структуры и магнитного состояния монокристалла Y₃Co. XLIII Зимняя школа ПИЯФ, Репино Лен. обл., март 2009
18. А.Н.Пирогов, С.Г.Богданов, Ю.А.Дорофеев, Ю.Н.Скрябин, А.Е.Теплых, Н.В.Кудреватых, С.В.Андреев, А.Н.Богаткин. Структурное состояние быстрозакаленных сплавов R₂Fe₁₄B (R= Nd, Y). III Всероссийская конференция по наноматериалам (Нано-2009), Екатеринбург, апрель 2009. Тезисы докладов. Уральское изд-во, Екатеринбург, с. 367-368.