

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК

**Отчет по
программе фундаментальных исследований
Отделения физических наук РАН**

**Нейтронные исследования
структуры вещества и фундаментальных
свойств материи**

Москва, 2010 год

“СОГЛАСОВАНО”

**Зам. Академика-секретаря
Отделения физических наук РАН
Руководитель секции ядерной физики**

“УТВЕРЖДАЮ”

**Академик-секретарь
Отделения физических наук РАН**

Академик А.Н.Скринский

Академик В.А. Матвеев

« ____ » _____ 2010 г.

**Отчет
по программе фундаментальных исследований
Отделения физических наук РАН**

**Нейтронные исследования
структуры вещества и фундаментальных
свойств материи**

Головная организация:
Соисполнители Программы:

ПИЯФ РАН (Гатчина),
ИЯИ РАН (Москва),
ФТИ РАН (Санкт-Петербург)
ФИАН РАН (Москва)
ИФМ УрО РАН *)
ИЯФ СО РАН *)
ИФ СО РАН *)

*) За счет собственных средств

Отчет по программе фундаментальных исследований Отделения физических наук РАН

Нейтронные исследования структуры вещества и фундаментальных свойств материи

Направление 1:

Исследование фундаментальных свойств нейтрона

Проект 1.1:

Прецизионное измерение времени жизни нейтрона

Подпроект 1.1.1.

Измерение времени жизни методом хранения ультрахолодных нейтронов (УХН) в материальной криогенной ловушке с гравитационным клапаном.

Руководитель проекта: проф. А.П. Серебров

С целью увеличения точности измерения времени жизни нейтрона до уровня 0.2 сек в Петербургском институте ядерной физики проектируется и изготавливается новая экспериментальная установка. Эта установка будет использовать метод хранения ультрахолодных нейтронов в материальной ловушке с гравитационным затвором. В течение 2009 года проведены работы по подготовке конструкторской документации. На базе этой документации в цехе экспериментального и технологического оборудования ПИЯФ изготовлена внешняя вакуумная оболочка установки, азотные ёмкости криогенной части установки и подставка под установку с возможностью юстировки ее положения. Вакуумная камера новой установки для измерения времени жизни нейтрона показана на Рис.1. Начато изготовление криогенной части установки. Проведено предварительное моделирование установки методом Монте-Карло. Моделирование показало, что систематические погрешности процедур измерения, обработки данных и экстраполяции не превышают 0.38 сек. На Рис.2 показан результат экстраполяции данных, полученных при моделировании, к времени жизни нейтрона.



Рис.1. Вакуумная камера новой установки для измерения времени жизни нейтрона в помещении цеха экспериментального и технологического оборудования ПИЯФ.

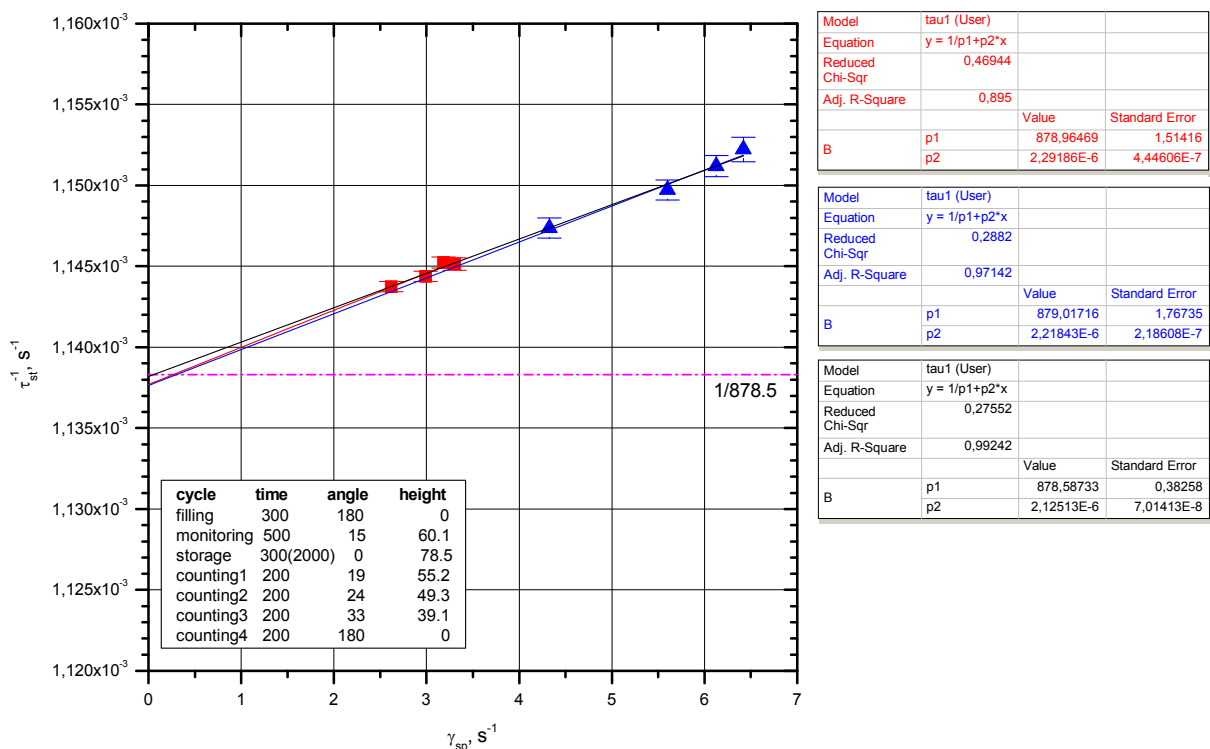


Рис.2. Результаты предварительного моделирования установки для измерения времени жизни нейтрона методом Монте-Карло.

Подпроект 1.1.2.

Измерение τ_n методом хранения ультрахолодных нейтронов в магнитной ловушке.

Руководитель проекта: к.ф.-м.н. В.Ф.Ежов

В 2009 году на пучке ультрахолодных нейтронов (УХН) реактора ИЛЛ были проведены исследования процесса охлаждения УХН при адиабатическом увеличении объема, в котором хранятся нейтроны. Охлаждение нейтронов при наполнении магнитной ловушки позволит значительно увеличить число нейтронов, хранящихся в ее объеме, и, соответственно, повысить статистическую точность измерения времени жизни нейтрона.

Ожидаемая величина понижения температуры может быть в первом приближении определена из термодинамики процесса адиабатического увеличения объема:

$$T_f = T_i (V_i / V_f)^{2/3} \exp(S_i - S_f).$$

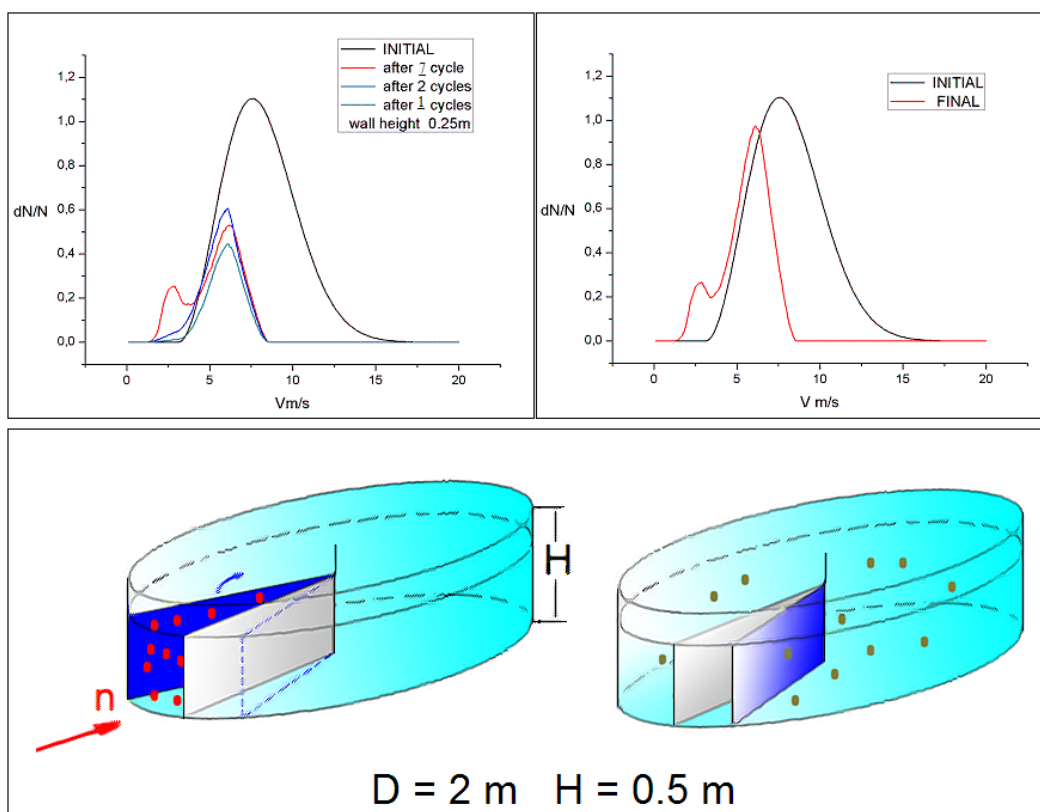
Здесь, T_f и V_f - конечные температура газа и объем ловушки,

T_i и V_i - начальные температура газа и объем ловушки, а

$S_i - S_f$ - изменение энтропии.

При полностью адиабатическом процессе изменение энтропии равно нулю, и все понижение температуры определяется только изменением объема. Для выполнения условия адиабатичности необходимо, чтобы скорость движения барьера была много меньше средней скорости нейтронов в этом объеме. Это условие легко выполнимо для ультрахолодных нейтронов. Увеличение объема в исследуемой ловушке обеспечивается движением 2-х радиальных стенок. Высота стенок выбрана таким образом, что между стенкой и верхом ловушки остается зазор. Наличие этого зазора обеспечивает перетекание нагретых нейтронов в объем, в котором происходит охлаждение нейтронов.

Конструкция ловушки и трансформация нейтронного спектра после различного числа вращений радиальных стенок приведены на рисунке.



Проведенные измерения подтвердили наличие эффекта охлаждения и эффективность его использования в экспериментах по измерению времени жизни нейтрона.

Проект 1.2:

Поиск электрического дипольного момента (ЭДМ) нейтрона.

Подпроект 1.2.1.

Поиск ЭДМ нейтрона магнитнорезонансным методом.

Мультикамерный ЭДМ спектрометр

Руководитель проекта:
 проф. А.П.Серебров (ПИЯФ РАН)
 акад. РАН Лобашев В.М.,
 к.ф.-м.н. Пирожков А.Н.

В 2008г. двухкамерный ЭДМ спектрометр ПИЯФ был перевезен и смонтирован в ИЛЛ (г.Гренобль, Франция) на одном из пучков турбины УХН. Проведена модернизация установки: в качестве боковых стенок камер хранения УХН используются кольца из ситалла; новая система мониторинга магнитных условий и стабилизации резонанса на основе восьми цезиевых магнитометров; шторочные механизмы оборудованы пневмоприводами; система размагничивания экранов включает в себя новое оборудование и электронное управление.

На установке получены резонансные кривые при различных временах хранения нейтронов. На ситалловых камерах удержания нейтронов с покрытием BeO получено время хранения УХН более 80 сек. Разработана и успешно испытана система дополнительной стабилизации магнитных резонансных условий в рабочем объеме спектрометра. Установка подготовлена для работы с высоким напряжением.

Разработан, изготовлен и в настоящее время проходит испытания новый высоковольтный источник $\pm 200\text{kV}$ объемом около 250 литров, давлением рабочего газа ~ 2 бар (элегаз, азот или их смесь) и с функцией переключения полярности выходного напряжения без разрыва цепи нагрузки. Идет изготовление и настройка аппаратуры управления источником по программе измерения ЭДМ нейтрона. Транспортировка высоковольтного источника в ИЛЛ запланирована на 2010г.

Чувствительность установки оценена по интенсивности нейтронного пучка на входе в спектрометр и статистике нейтронов после времени их хранения несколько десятков секунд. На практике интенсивность УХН на выделенном для работы пучке «МММ» оказалась в несколько раз ниже заявленной в информационных материалах ИЛЛ. Полученные оценки приблизительно соответствуют чувствительности установки на вертикальном канале УХН в Гатчине. Увеличение точности эксперимента возможно за счет увеличения напряженности электрического поля и продолжительности времени измерений.

Уникальные возможности магнитно-резонансной методики по поиску ЭДМ нейтрона позволили использовать ее, в частности, для поиска и получения новых ограничений на существование дальнедействующих псевдомагнитных сил между нуклонами, возможность существования которых обсуждается в теоретических работах (например, аксион с ненулевой массой). В двухкамерном спектрометре такие эксперименты требуют реверса направления постоянного магнитного поля в камерах хранения УХН при неизменности его абсолютного значения. Это является очень трудной задачей. В спектрометре используется система мониторинга магнитных условий и стабилизации резонанса на основе восьми цезиевых магнитометров, показания которых и используются для восстановления абсолютного значения среднего поля после его реверса и размагничивания экранов. Неконтролируемый (случайный) сдвиг резонанса после этой процедуры и определяет возможности такого эксперимента.

Теория предсказывает величину псевдомагнитного (аксионного) поля, рождаемого нуклонами вещества, пропорциональную плотности вещества, поэтому опыты проводились с алюминиевым (лёгким) и медным (тяжелым) центральным электродом. Коррелированный с переключением поля и зависящий от материала центрального электрода сдвиг резонанса мог бы указывать на наличие искомого взаимодействия поляризованных УХН с псевдомагнитным полем вещества. Однако, с точностью до чувствительности такой методики, корреляций обнаружено не было. Эти эксперименты вместе с опытами по деполяризации УХН при их длительном хранении позволили получить новое экспериментальное ограничение на произведение безразмерных скалярной и псевдоскалярной констант, на пять порядков превышающее существующее ранее (для области $10^{-4}\text{см} - 1\text{см}$).

Подпроект 1.2.2. Поиск ЭДМ нейтрона кристалл-дифракционным методом (проект ДЭДМ)

Руководитель проекта: проф. В.В.Федоров

В 2009г. была начата подготовка к полномасштабному эксперименту, основанному на использовании кристалла кварца. Проведено исследование совершенства образцов кристалла кварца, имеющих различное происхождение. Исследование проводилось методом отражения нейтронов под углом дифракции $\approx 90^\circ$. Показано, что наилучшим совершенством и однородностью обладают кристаллы кварца оптического качества, выращенные во Всероссийском институте синтеза минерального сырья (ВНИИСИМС, г. Александров). В результате тестирования из 22 образцов таких кристаллов отобрано 15 наилучшего качества, имеющих разброс в межплоскостном расстоянии $\Delta d/d_0 \leq 5 \cdot 10^{-6}$. Суммарный размер кристаллов составляет $100 \times 100 \times 500 \text{ мм}^3$. Ожидаемая чувствительность установки к ЭДМ

нейтрона с кристаллом кварца такого размера составляет $\sim (2-3) \cdot 10^{-25}$ е·см за сутки измерений.

Показана возможность использования данной методики эксперимента для поиска псевдомагнитного (обусловленного обменом псевдоскалярной частицей) взаимодействия нейтрона с веществом. Уже из имеющихся результатов измерений в тестовом эксперименте получено лучшее в настоящее время ограничение на данный тип взаимодействия в диапазоне расстояний $< 10^{-5}$ см.

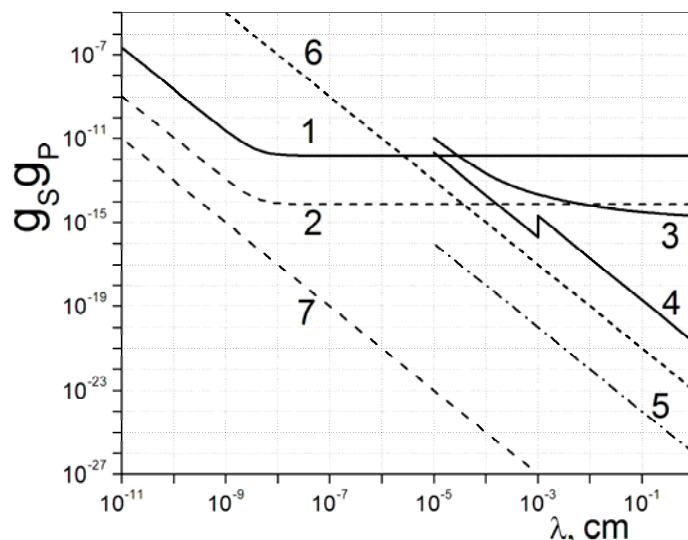


Рис. Сравнение различных методов. Кривая (1) – ограничение из кристалл-дифракционного эксперимента и (2) – возможность по повышению точности данного метода, (3) – эксперимент основанный на использовании гравитационных уровней нейтрона, (4) – эксперимент по деполяризации УХН (А.Р. Serebrov, ArXiv:0902.1056v1 [nucl-ex] 6 Feb 2009.), (5) – предложение (O. Zimmer, ArXiv:0810.3215v1 [nucl-ex] 17 Oct 2008.), (6) и (7) различные предсказания аксионной модели.

Проект 1.3:

Измерение асимметрий β -распада нейтрона.

Руководитель проекта:
проф. А.П.Серебров

Изготовлены охлаждаемые парами испаряющегося жидкого гелия токовводы для сверхпроводящей магнитной системы, рассчитанные на ток в 2000А. За основу технологии изготовления этих токовводов была взята работа [1]. В отличие от работы [1] мы планируем использовать токовводы на существенно больший ток в 2000А.

Изготовлен модуль электронной системы сбора данных и управления в стандарте VME.

В работах, связанных с производством ППД с наилучшими для регистрации электронов характеристиками была разработана технология формирования химического окисла, которая дает возможность уменьшить скорость поверхностной рекомбинации. Обработка поверхности Si(Li) детекторов в соответствии с разработанной технологией перед напылением палладия позволила получить тонкое входное окно и увеличить соотношение пик/фон до 2200.

Моделирование эксперимента по измерению электронной асимметрии в бета распаде нейтрона - А с учётом отражения электронов от мёртвого слоя ППД показало, что относительная точность в измерении А, которую можно достигнуть с использованием предлагаемого метода, составляет $8 \cdot 10^{-4}$. На данный момент необходима дальнейшая

разработка методики экспериментального измерения отражения электронов от мёртвого слоя ППД.

С целью достижения максимального соотношения сигнал/шум предлагается использовать метод задержанных совпадений. Для этого необходимо иметь возможность при детектировании отличать протоны от электронов. Используя свойство заряженных частиц дрейфовать в перекрёстных электрических и магнитных полях, нами траекторными расчётами на компьютере была доказана возможность разделения протонов и электронов в спектрометре. В наших расчётах предполагалось, что нейтронный пучок проходит на 5 см ниже оси соленоида и имеет на расстоянии 250 см от входа в соленоид поперечное сечение $5 \times 9 \text{ см}^2$. Получившийся размер протонного детектора составляет примерно $30 \times 20 \text{ см}^2$, а размер электронного - примерно $15 \times 17 \text{ см}^2$. Электронный детектор предлагается изготовить из пластик-сцинтиллятора, а в качестве протонного детектора использовать микроканальные пластины.

[1] K.R. Efferson "The Review of Scientific instruments", Vol.38, pp.1776-1779, (1967)

Проект 1.4:

Исследование формфактора нейтрона на пороге реакции $e^+ e^- \rightarrow n \text{ anti } n$

Руководитель проекта:

д.ф.-м.н. С.И. Середняков (ИЯФ СО РАН)

В настоящем проекте предлагается изучать процесс $e^+e^- \rightarrow n \text{ anti } n$ (e^+e^- аннигиляция в пару нейтрон-антинейтрон) на электрон-позитронном коллайдере ВЭПП-2000 с детектором СНД. Измерения сечения будут проводится вблизи порога процесса при полной энергии до 2000 МэВ. По измеренному сечению будет вычислен эффективный электромагнитный формфактор нейтрона, а также отношение электрического и магнитных формфакторов. Сегодня данные по формфактору вблизи порога практически отсутствуют и ВЭПП-2000 является единственным местом, где такие измерения будут проводится.

За предыдущие годы был достигнут большой прогресс в осуществлении проекта. Самым значительным результатом можно считать сборку детектора СНД и установку его на ВЭПП-2000 (рис.1). Также была запущена в пробный режим работы считывающая электроника, система ON-LINE и начаты непрерывные дежурства (Рис.2).



Рис.1 Внешний вид детектора СНД на коллайдере ВЭПП-2000.

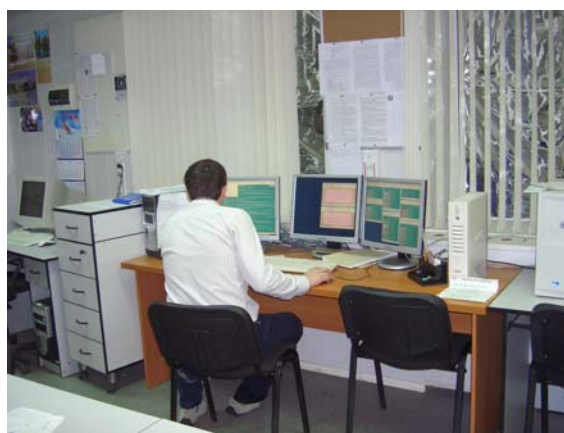


Рис.2 Пульта управления детектора СНД

Сейчас проводятся измерения в основном на космике. Также начаты измерения фоновых загрузок от пучков электронов и позитронов и наводок с мощных систем коллайдеров на чувствительные элементы детектора СНД – проволочки дрейфовых камер, зарядово-

чувствительные предусилители калориметра, блоки электроники. На рис.3 представлена картинка события электрон-позитронного взаимодействия, предположительно, от процесса $e^+e^- \rightarrow e^+e^- \mu^+\mu^-$.

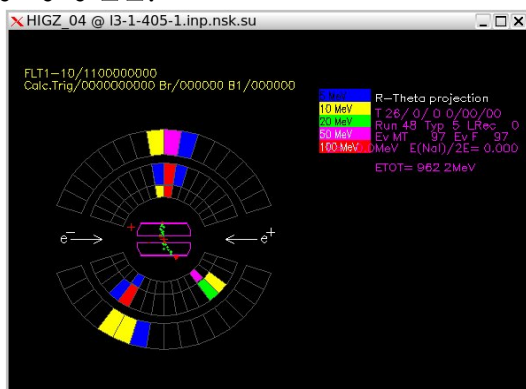


Рис.3 Вид события $e^+e^- \rightarrow e^+e^- \mu^+\mu^-$.

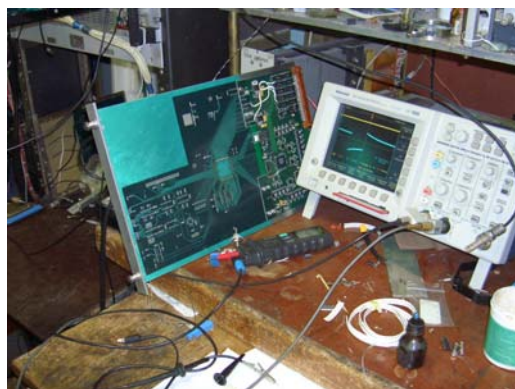


Рис.4. Настройка флэш-АЦП.

В 2009 году продолжались работы по созданию блоков электроники, специфичных для нейтронного эксперимента. Главный проблемный блок – флэш_АЦП на 40 МГц, 12 разрядный, 24 канала в одном модуле. Схема блока была разработана в ИЯФ СО РАН на основе технологии программируемых логических матриц ALTERA. Ввиду сложности монтажа, эта работа была передана в одну из электронных фирм Новосибирска. Были собраны два пробных модуля и сейчас ведется их настройка (Рис.4). В процессе настройки обнаружились ошибки в разработанной схеме и монтаже и ведется их устранение.

Были проведены также расчеты влияния временного разрешения канала калориметра от величины периода дискретизации. Как известно, в существующем варианте флэш_АЦП на 40 МГц этот период равен 25 нсек. Моделирование показывает, что этот период близок к оптимальному – при его увеличении или уменьшении разрешение изменяется незначительно.

Продолжалась работа по улучшению моделирования взаимодействия антинейтронов с веществом детектора СНД. Ранее у нас существовала проблема – при импульсах антинейтронов менее 150 МэВ/с расчетное сечение моделирование при использовании пакета GEANT-4 в несколько раз превышало эксперимент. Исследование показало, что в GEANT-4 использовались неправильные исходные данные. Исправить это было трудным делом, но оказалось возможным и сейчас это расхождение преодолено (Рис.5). Типичная картинка взаимодействия нейтрон-антинейтронного события в детекторе СНД показана на Рис.6. Линиями показаны направления движения частиц. Нейтрон (летит вверх) почти не виден, зато в нижней части виден мощный кластер от аннигиляции антинейтрона.

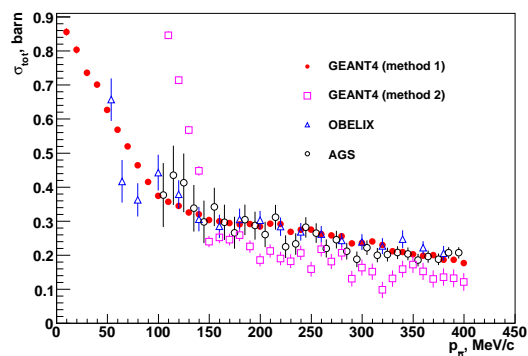


Рис.5 Сравнение сечения моделирования (красный цвет) с экспериментом.

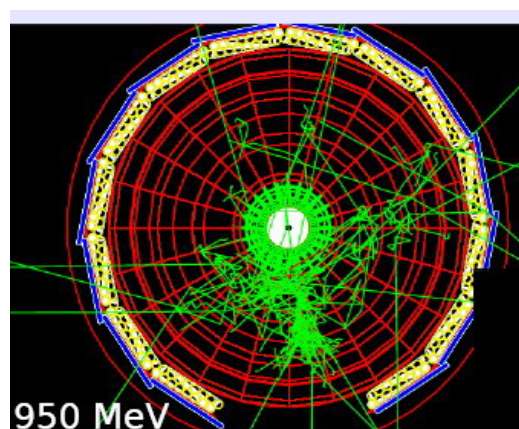


Рис.6. Картинка взаимодействия события нейтрон-антинейтрон в детекторе СНД.

Направление 2:

Поиск эффектов отклонения от Стандартной модели

Проект 2.1.

Поиск и исследование эффектов нарушения четности в реакциях взаимодействия нейтронов с легкими ядрами.

Руководитель проекта:
д.ф.-м.н. В.А.Весна

1. Улучшение фоновых условий на установке по измерению P-нечетной асимметрии γ -квантов

В 2007 году на пучке PF1В реактора ИЛЛ было проведено измерение P-нечетной асимметрии испускания гамма-квантов в реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}^* \Rightarrow \gamma \Rightarrow ^7\text{Li}(o.c.)$ при частоте переключения поляризации нейтронов 5 Гц и дальнейшей компенсацией флуктуация мощности реактора. Получена погрешность измерений $\sigma = 1.3 \cdot 10^{-7}$ в сутки. Расчетное значение погрешности $\sigma \sim (0.9 - 1.2) \cdot 10^{-7}$ в сутки.

Энергия гамма-квантов в реакции нейтронов с бором ($E = 0,48$ МэВ) мала по сравнению с энергией гамма-квантов от материалов конструкции и воздуха. Поскольку методика регистрации интегральная, небольшая интенсивность жестких гамма-квантов создает погрешность измерений выше ожидаемой. Этот факт приводит к необходимости затрачивать на «0-тесты» большое время для получения приемлемой точности измерений и не дает уменьшить погрешность измерений в основном эксперименте до значений соответствующих статистике

В 2009 году на пучке PF1 В реактора ИЛЛ был поставлен двухметровый нейтронпровод из борной резины, который наполнялся проточным гелием. Подобное усовершенствование проводки пучка нейтронов позволило получить погрешность измерений $\sigma = 1.1 \cdot 10^{-7}$ за сутки, что близко к расчетному значению. Основным выигрыш получился при измерениях эффекта на «нулевом» тесте, где погрешность измерений уменьшилась в 4 (четыре) раза за счет применения нейтронвода.

2. Измерение P-нечетной асимметрии в реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}^* \Rightarrow \gamma \Rightarrow ^7\text{Li}(o.c.)$

В 2009 году было предоставлено время на наиболее интенсивном пучке холодных нейтронов PF1В реактора ИЛЛ для продолжения измерений коэффициента P-нечетной асимметрии испускания γ -квантов в реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}^* \Rightarrow \gamma \Rightarrow ^7\text{Li}(o.c.)$ на рекордном уровне точности.

За 31 день измерений получено значение коэффициента P-нечетной асимметрии вылета γ -квантов

$$A_{P\text{-odd}}^{2009} = -(2.0 \pm 2.5) \cdot 10^{-8}.$$

Результат измерений «0-теста» (10 суток измерений)

$$A_0^{2009} = -(1.3 \pm 1.6) \cdot 10^{-8}.$$

Приведенные значения коэффициентов поправлены на величину поляризации нейтронов $P \geq 0.92$ и на конечный размер детектора $\Omega \approx 0.87$

С учетом ранее проведенных измерений (2001, 2002, 2007 гг.) суммарное значение коэффициента P-нечетной асимметрии вылета γ -квантов с учетом всех «0-тестов» равно

$$A_{P\text{-odd}} = -(0.1 \pm 2.4) \cdot 10^{-8}.$$

Расчетное значение коэффициента P-нечетной асимметрии с использованием кластерной модели ядерных реакций и «лучших значений» констант мезон-нуклонного

обмена слабого взаимодействия $f_{\pi} = 4.6 \cdot 10^{-7}$, $h_p = -11.4 \cdot 10^{-7}$ дает значение коэффициента Р-нечетной асимметрии:

$$A \approx 0.16 f_{\pi} - 0.028 h_p = 11 \cdot 10^{-8}.$$

Считается, что точность расчетов по кластерной модели составляет величину ~20-30%.

Оценку слабой нейтральной константы f_{π} можно получить из экспериментального значения асимметрии и значения $h_p = -11.4 \cdot 10^{-7}$, известного из экспериментов по р-р рассеянию. В результате получаем

$$f_{\pi}^B = -(2.1 \pm 1.5) \cdot 10^{-7},$$

или на 90% уровне достоверности

$$-4.5 \cdot 10^{-7} \leq f_{\pi}^B \leq 0.4 \cdot 10^{-7},$$

что не противоречит нашим результатам в изучении реакции ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$, где ограничение на слабую нейтральную константу $f_{\pi}^{\text{Li}} \leq 1.1 \cdot 10^{-7}$, и говорит о малости нейтрального тока.

Результаты измерений обрабатываются, и идет подготовка для направления результатов в печать.

Проект 2.2.

Исследование сверхразрешенных β -переходов и определение констант слабого взаимодействия в области нейтронноизбыточных ядер.

Руководитель проекта: д.ф.-м.н. И.А.Митропольский

Конструирование и подготовка спектрометрического комплекса для прецизионного изучения β -спектров нейтронноизбыточных ядер, призмный бета-спектрометр («ПРИЗМА»). В 2008 г. изготовлена вакуумная камера спектрометра (п.11 на рис.1 и фото на рис.2). Продолжено изготовление коллиматорной и фокусирующей частей спектрометра и прилегающих узлов вакуумного тракта (пп.4, 5, 6 на рис.1).

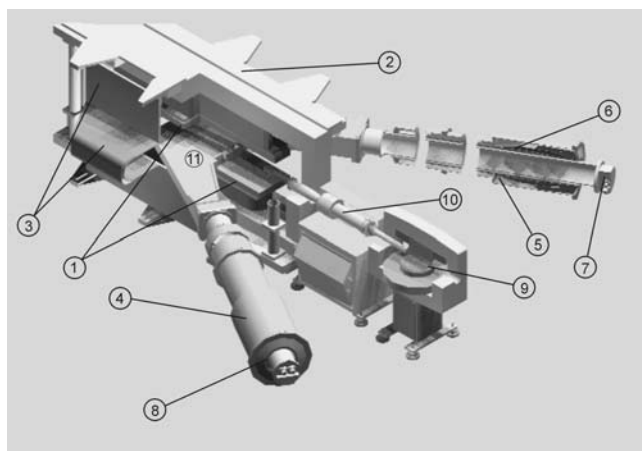


Рис. 1.



рис.2

Направление 3:

Поиск и исследования фундаментальных явлений, сопровождающих разрыв ядерной материи.

Проект 3.1:

Исследования динамики процесса деления тяжелых ядер при низких энергиях возбуждения

Руководитель проекта:
проф. Г.А.Петров

ПИЯФ РАН в рамках широкой международной коллаборации на высоко поточном реакторе Института Лауэ-Ланжевена, начиная со второй половины 90-х годов, проводит систематические исследования нового физического эффекта Т-нечетной асимметрии эмиссии легких заряженных частиц (TRI-эффект) в тройном делении тяжелых ядер холодными поляризованными нейтронами. В 2005 году при детальном исследовании этого Т-нечетного эффекта в тройном делении ^{235}U был неожиданно обнаружена его угловая зависимость и изменение знака. Это явление было объяснено вращением делящейся ядерной системы вокруг направления ее поляризации и получило название ROT-эффекта. Тогда же было выдвинуто предположение о том, что оба Т-нечетных эффекта теснейшим образом связаны с динамикой прохождения делящейся ядерной системы через потенциальный барьер и ее спуска к точке разрыва. Выполненные теоретические расчеты и детальный анализ накопленных экспериментальных данных по изучению зависимости величин TRI- и ROT-эффектов от различных параметров тройного деления $^{233,235}\text{U}$ в значительной степени подтвердили выдвинутое предположение. Весьма существенной особенностью проведенного теоретического анализа оказалось сильное влияние на характеристики эффектов параметров переходных состояний на барьере деления. При этом для обоих исследованных делящихся систем всегда имеется два поляризованных во взаимно противоположных направлениях переходных состояния, что существенно усложняет теоретический анализ. Это обстоятельство сделало принципиально важным выполнение поисковых исследований TRI- и ROT-эффектов в тройном делении ^{239}Pu , где может быть только одно поляризованное переходное состояние со спином $J=1^+$ (второе $J=0^+$). В IV-ом квартале 2008 года такие измерения были успешно проведены. При этом были обнаружены как TRI- так и ROT-эффекты. Теоретическая обработка полученной информации, выполненная в 2009 году позволила не только количественно обосновать гипотезу вращения делящейся ядерной системы, но и впервые разработать и предложить модель механизма формирования эффектов Т-нечетной асимметрии. Степень согласия теоретических расчетов ROT-эффекта по этой модели с экспериментальными данными представлена на примере следующей таблицы:

Reaction	J	$S_{ROT} (^\circ)$	$D_{TRI} (\times 10^3)$
$^{235}\text{U}(n,f)$	$3^-, 4^-$	0.215(5) 0.215	+1.7(2)
$^{233}\text{U}(n,f)$	$2^+, 3^+$	0.02(3) 0.02	-3.9(1)
$^{239}\text{Pu}(n,f)$	$0^+, 1^+$	0.020(3) 0.026	-0.23(9)

$\sigma(J=4)/\sigma(J=3) = 1.8$
(Yu. Kopatch)

$\sigma(J=3)/\sigma(J=2) = 1.5$
(BNL)

$\sigma(J=1)/\sigma(J=0) = 1.53$
(Old BNL)

Здесь красными цифрами показаны результаты расчетов по модели при использовании известных соотношений сечений деления через соответствующие переходные состояния.

Конфигурации делящихся систем при их разрыве выбирались по МНК так, чтобы удовлетворительно описывались такие известные характеристики легких заряженных частиц, как угловые и энергетические распределения. Важно отметить, что одновременно с ROT-эффектами удастся удовлетворительно описать и величины и знаки TRI-эффектов.

В соответствии с планом в 2009 году было подготовлено и представлено в Ученый Совет ИЛЛ научное предложение по поисковым исследованиям TRI- и ROT-эффектов в тройном делении ^{241}Pu , имеющим характеристики переходных состояний аналогичные ^{233}U . Предложение было принято с выделением пучкового времени во втором квартале 2010 года. Для проведения эксперимента произведена модернизация экспериментальной установки и подготовка узла мишени с ^{241}Pu .

Уже полученные результаты исследований эффектов T-нечетной асимметрии позволяют сделать заключение, что сформулировано и экспериментально обосновано совершенно новое и перспективное направление исследований динамики процесса деления тяжелых ядер при низких энергиях возбуждения. Одна из очевидных возможностей получения новых практически важных данных заключается в определении соотношений сечений деления тяжелых ядер нейтронами для их различных спиновых состояний.

Проект 3.2:

Экспериментальные исследования тройной T-нечетной корреляции эмиссии легких заряженных частиц и нейтронов в делении ^{235}U холодными поляризованными нейтронами

Руководитель проекта:
проф. Г.А. Петров

В 2009 году завершены поисковые исследования угловых и энергетических распределений быстрых нейтронов деления ^{233}U тепловыми нейтронами. Важной особенностью наших исследований является комплексный подход к решению поставленной задачи, а именно:

- исследования проводятся для четырех делящихся систем с разными делительными характеристиками, как то: $^{252}\text{Cf(sf)}$, $^{233,235}\text{U(n,f)}$, и $^{239}\text{Pu(n,f)}$.
- для каждой делящейся системы выполнялись два вида многопараметрических измерений, имеющих разную чувствительность к механизму эмиссии нейтронов, а именно: измерения угловых и энергетических распределений быстрых нейтронов, испускаемых осколками с известными массами и энергиями, и измерения вероятностей эмиссии пар быстрых нейтронов с разными энергиями и относительными углами разлета.

Измерения выполнялись на двух различных экспериментальных установках, размещенных на горизонтальных пучках реактора ВВР-М. Схемы экспериментальных установок представлены на Рис.1 и 2. К настоящему времени полностью выполнены исследования трех делящихся систем ($^{252}\text{Cf(sf)}$ и $^{233,235}\text{U(n,f)}$).

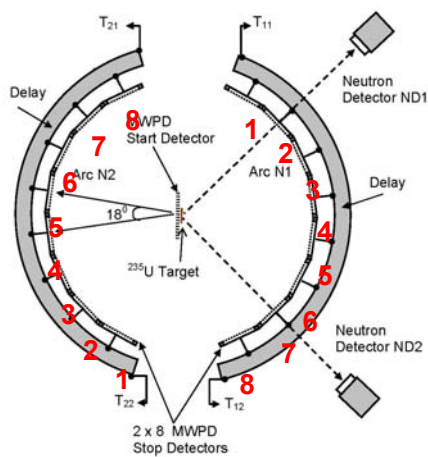


Рис.1. Схема установки при измерениях угловых и энергетических распределений быстрых нейтронов из пары осколков

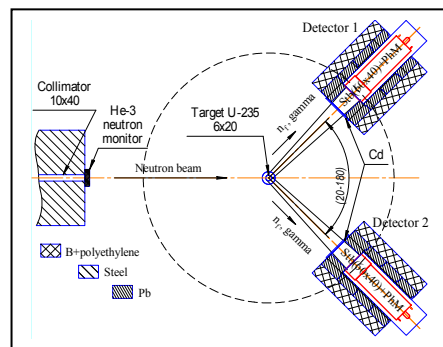


Рис.2. Схема установки при измерениях зависимостей вероятности эмиссии двух нейтронов от их энергий и углов разлета

Все экспериментальные результаты таких измерений обрабатывались совместно в рамках одних и тех же теоретических моделей и предположений. В результате получен большой объем физической информации, которая для случая деления ^{233}U частично иллюстрирована на Рис.3, 4. В целом установлено, что около 95% быстрых нейтронов, сопровождающих деление тяжелых ядер тепловыми нейтронами, испускается возбужденными осколками за времена меньше 10^{-18} сек. На Рис.3 темными линиями показана ожидаемая зависимость энергий нейтронов от углов их эмиссии относительно направления полета легких осколков в предположении их изотропного испарения в системе центра масс. Красными линиями показана та же зависимость, наблюдаемая в эксперименте. Имеющиеся при всех энергиях небольшие отличия связаны с отклонениями от изотропии эмиссии и с примесью нейтронов, испускаемых делящейся ядерной системой до формирования осколков деления (так называемые «pre-scission» и «scission» нейтроны).

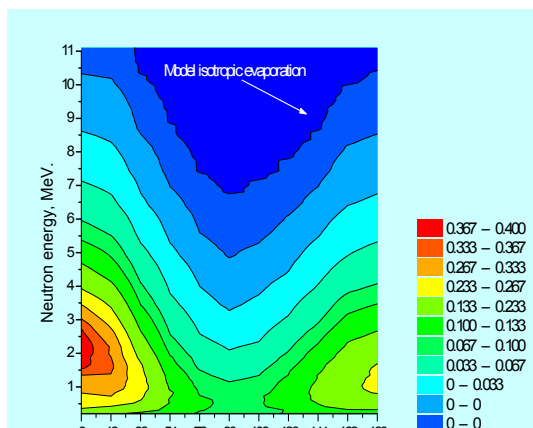


Рис.3. Зависимости энергий нейтронов от угла их эмиссии относительно направления полета легкого осколка

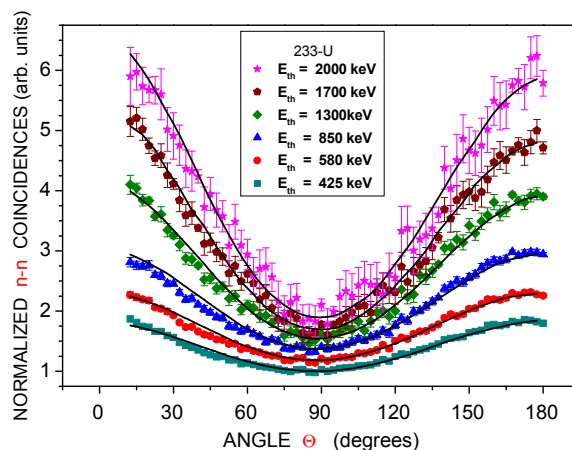


Рис.4. Зависимость вероятности эмиссии пары нейтронов от угла их разлета при разных энергетических порогах регистрации

На Рис.4 представлены экспериментальные (точки) и расчетные (кривые) угловые зависимости вероятностей эмиссии двух нейтронов при различных энергетических порогах их регистрации. Расчеты выполнены в предположении 5% примеси «мгновенных» нейтронов. Выполненный анализ всех полученных к настоящему времени экспериментальных данных

приводит к следующим величинам относительных вкладов таких «мгновенных» нейтронов в трех делящихся ядерных системах:

Делящееся ядро Параметры	$^{252}\text{Cf}(s.f.)$	$^{233}\text{U}(n,f)$	$^{235}\text{U}(n,f)$
Относительный вклад, %	(10 ± 2)	(5 ± 2)	(7 ± 2)
Средняя энергия, MeV	0,8	1,1	1,0

Такие сравнительные характеристики нейтронов, испускаемых делящимися ядерными системами при низких энергиях возбуждения вблизи момента их разрыва, получены впервые и не только представляют значительный интерес для изучения динамики деления, но и имеют практическое значение при выполнении различных ядерных расчетов.

Проект 3.3:

Спектрометрия по времени замедления нейтронов в свинце

Руководитель проекта:
д.ф.-м.н. Э.А.Коптелов (ИЯИ РАН)

В ИЯИ РАН совместно с ГНЦ РФ-ФЭИ (г. Обнинск) на спектрометре третьего поколения по времени замедления нейтронов в свинце СВЗ-100 в ноябрьском сеансе этого года завершен комплекс масштабных измерений сечений деления резонансными нейтронами всех изотопов америция (^{241}Am , ^{243}Am) и кюрия (^{243}Cm , ^{244}Cm , ^{246}Cm , ^{247}Cm , ^{248}Cm), точные данные о которых необходимы для решения проблемы трансмутации младших актинидов – наиболее радиотоксичных отходов ядерной энергетики. Результаты будут включены в национальную библиотеку ядерных данных БРОНД-3. Теоретический анализ вероятности глубоко подпорогового деления даст возможность уточнить структуру и параметры барьеров деления ядер америция и кюрия, экспериментальная информация о которых до настоящего времени была крайне ограниченной и неточной.

Проведена работа по созданию измерительной аппаратуры нового поколения и последующая калибровка нейтронного спектрометра СВЗ-100. Анализ полученных данных будет опираться на результаты калибровки спектрометра.

В 2009 году была продолжена обработка результатов исследований энергетических зависимостей сечений деления младших актинидов в резонансной области энергий нейтронов по результатам сеансов 2006-2007 гг., полученных в совместной работе ИЯИ РАН и ГНЦ «Физико-энергетический институт» (ФЭИ).

- Экспериментальные результаты по ^{236}U занесены в международную базу данных (<http://www.nndc.bnl.gov>) Брукхейвенской лаборатории. Это первый результат, занесенный в международную базу, полученный на Нейтронном комплексе ИЯИ РАН.
- Завершена обработка результатов измерений сечения деления ядер ^{242m}Am и ^{245}Cm в области энергии нейтронов 0.03 эВ – 20 кэВ. Полученные результаты сравниваются с имеющимися данными и рекомендованными оценками. Впервые динамический диапазон спектрометра класса СВЗ расширен до области эпитепловых энергий нейтронов (анализируемая область времен замедления нейтронов до 6 мс).
- Подтверждено наличие промежуточной структуры в сечениях для ядер, деление составного ядра у которых проходит существенно выше барьера деления. Проведенное сравнение с имеющимися данными позволило выявить недостатки в рекомендованных данных ENDF/B-VII по сечениям деления ядер ^{242m}Am и ^{245}Cm .

- Завершена обработка результатов измерений сечения деления для ядра ^{244}Cm в области энергии нейтронов 0.03 эВ – 20 кэВ. Получены значения параметров площади резонанса и делительной ширины для нижних s-нейтронных резонансов. Оценены параметры промежуточной структуры в сечении подбарьерного деления ^{244}Cm . Полученные результаты сравниваются с имеющимися данными и рекомендованными оценками.
- Исследовано сечение деления $^{243}\text{Cm}(n,f)$ в резонансной области энергий (ниже 20 кэВ). В области энергий 20 эВ – 20 кэВ получено согласие с единственно имеющимися экспериментальными результатами, полученными время-пролетной методикой на бомбовом источнике нейтронов. Экспериментальные данные для нейтронов с энергиями 15 эВ – 0,03 эВ **получены впервые**. Ранее прямых измерений в этой области не было, и поведение сечения дается оценкой ENDF/B-VII и извлечением данных из измерений реакторным методом.

Публикации:

А.А. Алексеев, А.А. Бергман, А.И. Берлев, Э.А. Коптелов, Б.Ф. Самылин*, А.М. Труфанов*, Б.И.Фурсов*, В.С. Шорин* (* ГНЦ РФ “Физико-энергетический институт имени А.И. Лейпунского”). «Сечение подбарьерного деления ^{236}U ». *Ядерная физика* (2008), том 71, №8, с.1379-1388.

А.А. Алексеев, А.А. Бергман, А.И. Берлев, Э.А. Коптелов, Б.Ф. Самылин*, А.М. Труфанов*, Б.И.Фурсов*, В.С. Шорин* (* ГНЦ РФ “Физико-энергетический институт имени А.И. Лейпунского”). «Исследования деления ядер на нейтронном спектрометре по времени замедления в свинце (СВЗ-100): $^{242\text{m}}\text{Am}(n,f)$ и $^{245}\text{Cm}(n,f)$ ». *Атомная энергия*, 106 (2009) №2, с.106-111.

А.А. Алексеев, А.А. Бергман, А.И. Берлев, Э.А. Коптелов, Б.Ф. Самылин*, А.М. Труфанов*, Б.И.Фурсов*, В.С. Шорин* (* ГНЦ РФ “Физико-энергетический институт имени А.И. Лейпунского”). «Нейтронное сечение деления ^{243}Cm ». *Атомная энергия*. 107 (2009) №2, с.86-90.

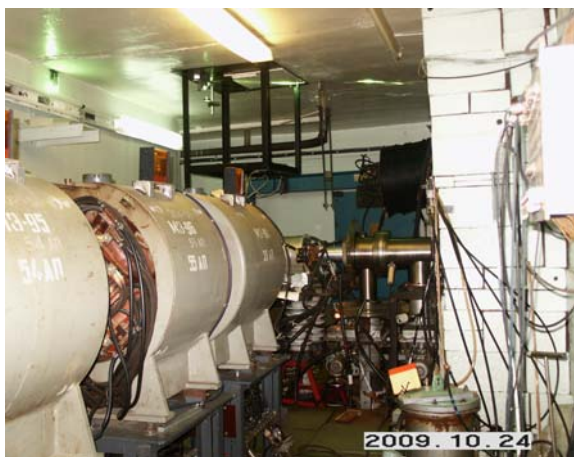
Препринты ИЯИ РАН тех же авторов: № 1182/2007, май 2007; № 1198/2008, июль 2008; №1212/2009, март 2009; № 1231/2009, август 2009.

Проект 3.4:

Нейтронно-избыточные ядра

Руководитель проекта:
к.ф.-м.н. В.Н.Пантелеев

В 2009 г. произведен физический запуск новой универсальной лазерной ионизационно-спектроскопической системы (УЛИСС). Для резонансной селективной ионизации стабильных изотопов ^{203}Tl и ^{205}Tl в лазерном ионном источнике использовалась схема двухступенчатой ионизации на атомных переходах 276.873 nm (ультрафиолетовая область) и 510.6 nm (область видимого света). Данная система с установкой ИРИС на пучке синхроциклотрона ПИЯФ представляет собой уникальный комплекс, позволяющий исследовать ядра вблизи границы нейтронной и протонной устойчивости, а также получать интенсивные пучки радиоактивных изотопов высокой чистоты для исследований по физике твердого тела и медицины. Полученные значения эффективности (2%) и селективности (120) позволяют перейти к измерениям радиоактивных изотопов. Установку УЛИСС также планируется использовать в экспериментах на одном из нейтронных пучков реактора ПИК для изучения формы крайне удаленных нейтронно-избыточных нуклидов.



Мишенная комната с протонным трактом и лазерным мишенно-ионным устройством масс-сепараторного комплекса ИРИС.



Экспериментальный зал ИРИС. Получен первый резонансный сигнал на ^{205}Tl .

В рамках коллаборации ПИЯФ - LNL - GANIL – Orsay на установке ИРИС проведены on-line исследования мишени с массой мишенного вещества (карбида урана) 700 граммов. Это самая массивная мишень из используемых в настоящее время на работающих ISOL установках. Измерены выходы короткоживущих изотопов Cs и Fr. Анализ полученных данных показывает, что увеличение массы мишенного вещества в восемь раз приводит к значительному (до 10 раз) уменьшению выходов короткоживущих нейтронно-дефицитных изотопов из-за увеличения времени их задержки в массивной мишени. В то же время отмечено увеличение в 4-5 раз выхода нейтронно-избыточных изотопов благодаря значительному росту числа реакций на вторичных нейтронах, образуемых в веществе массивной мишени. Полученные результаты имеют большую ценность для дальнейших разработок урановых мишеней большой массы (до 2 кг) для ISOL установок следующего поколения.

Проведены on-line исследования мишенного материала UC с размером зерна мишенного материала 5 микрон в виде порошка плотностью 7.5 г/см^3 . Измерены выходы короткоживущих изотопов щелочных металлов Cs и Fr из данного мишенного вещества с пористостью около 60%. В настоящее время ведется обработка полученных результатов.

Проект 3.5

Исследование влияния резонансного окружения на значения наблюдаемых периодов полураспада возбужденных состояний атомных ядер.

Руководители проекта:
к.ф.-м.н. Ю.Е.Логинов,

Ранее, в 2007-2008гг, нами было обнаружено последовательное увеличение наблюдаемого значения $T_{1/2}$ изомера $^{119\text{m}}\text{Sn}$ ($E = 23.8 \text{ кэВ}$, $T_{1/2} = 18 \text{ нс}$) в зависимости от увеличения числа стабильных ядер ^{119}Sn , окружавших распадающиеся ядра изомера (Письма в ЖЭТФ, том 87, вып.1 с.7-9).

В 2009г. нами предложено модельное описание наблюдаемого явления. Согласно модели, наблюдаемый эффект обязан гамма-излучению изомерных ядер $^{119\text{m}}\text{Sn}$, вновь образующихся в результате резонансного захвата стабильными ядрами ^{119}Sn , составлявшими окружение, гамма-квантов, испущенных при распаде изомера. Работа принята к публикации в ж-ле “Ядерная физика”, ориентировочно, в №11, том 72. В целях апробации модели

проводятся аналогичные измерения на другом “мессбауэровском” ядре - ^{161m}Dy ($E = 26$ кэВ, $T_{1/2} = 30$ нс).

Проект 3.6

Ядерно-физические методы элементного и изотопного анализа.

Руководители проекта:

к.ф.-м.н. Ю.Е.Логинов, к.ф.-м.н. В.Г.Зиновьев

Разработана методика нейтронно-активационного анализа объемных образцов (ИНАОО) нефти объемом до 50см^3 . Увлечение массы аналитического образца при облучении сильно увеличивает эффекты самоэкранирования, самопоглощения нейтронов при облучении и поглощения гамма излучения материалом образца при регистрации спектра. Поэтому была проведена серия экспериментов на выведенном из реактора пучке нейтронов, а также серия облучений в сухом канале реактора для определения и расчета поправочных коэффициентов для образцов нефти разной массы и формы. Рассчитаны коэффициенты экранирования нейтронов, при облучении (рис. 1 и 2), и гамма излучения при регистрации спектра.

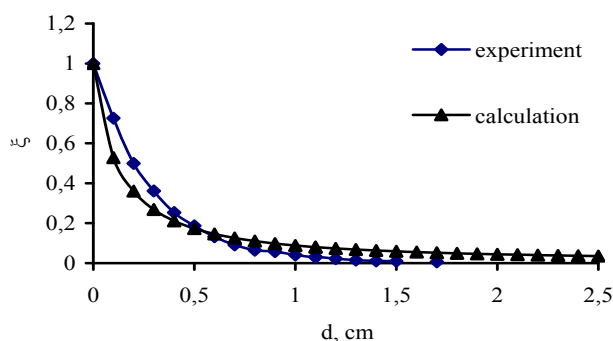


Рис. 1. Зависимость коэффициента самоэкранирования ξ тепловых нейтронов от толщины образца d .

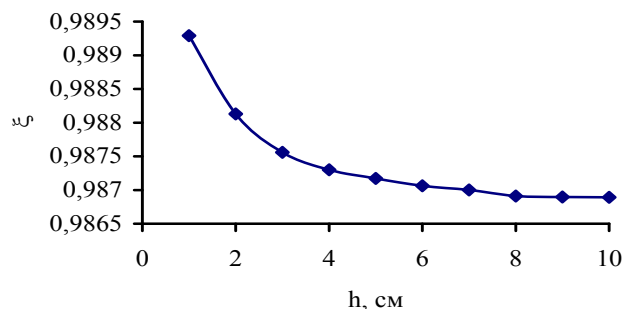


Рис. 2. Зависимость коэффициента самоэкранирования тепловых нейтронов ξ для цилиндрического образца ($\varnothing 3$ мм) от его высоты h .

Установлено что, при анализе неомогенных образцов сырой нефти с низким содержанием определяемых элементов вплоть до 10^{-10} %, использование объемных образцов нефти увеличивает воспроизводимость и чувствительность ИНАА, а так же позволяет расширить диапазон определяемых элементов и улучшить их пределы обнаружения (ПО), таблица 1. Показано, что ПО для ИНААОО нефти лучше, чем для обычного ИНАА. При этом погрешности определения для большинства определяемых элементов порядка 10-20 %, но для Са, К, Ni и Си, погрешности определения могут быть до 40 %.

Таблица 1. ПО для ИНААОО и обычного ИНАА при анализе сырой нефти, ppm.

Элемент	ПО ИНАА	ПО ИНААОО	Элемент	ПО ИНАА	ПО ИНААОО	Элемент	ПО ИНАА	ПО ИНААОО
Na	0.5	0.1	Sr	0.4	0.1	Tb	0.0007	0.0002
K	1	2	Zr	0.2	0.02	Dy	0.02	0.004
Ca	50	10	Mo	0.002	0.0003	Ho	0.0001	0.00007
Sc	0.0003	0.0001	Ag	0.005	0.001	Tm	0.0006	0.0002
Cr	0.08	0.006	Cd	0.01	0.001	Yb	0.001	0.0001
Fe	3	0.6	Sn	0.4	0.007	Lu	0.0001	0.00003
Co	0.004	0.0005	Sb	0.0007	0.0001	Hf	0.006	0.0005
Cu	1	0.2	Cs	0.003	0.00002	Ta	0.0006	0.00002

Zn	0.3	0.2	Ba	0.1	0.02	W	0.001	0.00007
Ga	0.003	0.0003	La	0.0006	0.0002	Ir	0.00002	0.000008
Ge	1	0.2	Ce	0.02	0.0004	Pt	0.002	0.0007
As	0.0002	0.0001	Nd	0.008	0.002	Au	0.00003	0.0000007
Se	0.01	0.003	Sm	0.00006	0.00002	Hg	0.0008	0.0002
Br	0.0005	0.0003	Eu	0.0003	0.00006	Th	0.0007	0.0002
Rb	0.06	0.01	Gd	0.01	0.002			
Te	0.03	0.0005	U	0.00006	0.00001			

Был выполнен анализ объемных образцов из различных месторождений Сибири.

По результатам РФА анализов была проведена оценка возраста анализируемой нефти по содержанию V и S (Таб. 4). Содержание V и S было определено для 36 образцов нефти с помощью ИНАА и РФА. Анализ полученных результатов приведен на рисунках 3 и 4. Как видно из графика существует корреляция между содержанием V и S в образце.

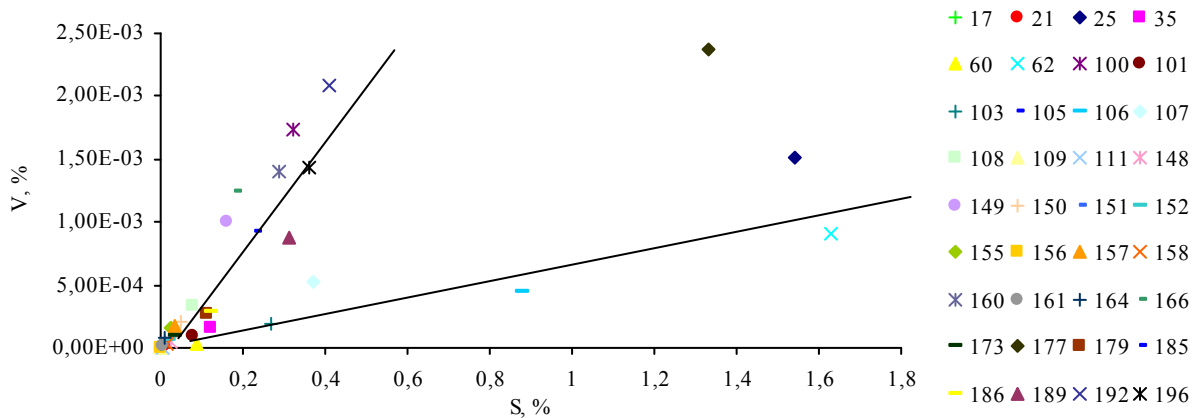


Рис. 3. Корреляция между содержанием V и S в образцах нефти.

Корреляция между отношением C_V/C_S и содержанием серы в образце для образцов нефти дана на рис. 4.

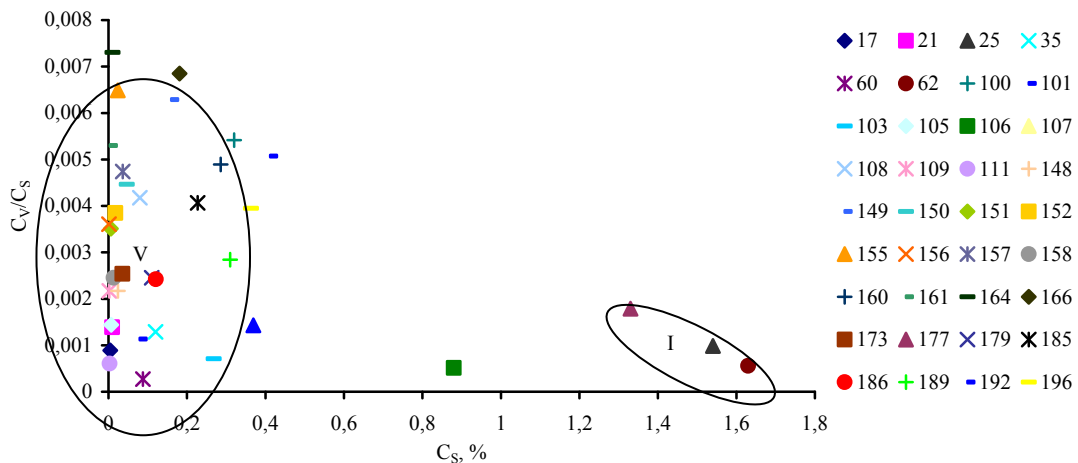


Рис. 4. Корреляция между отношением C_V/C_S и концентрацией серы в образцах нефти. Образцы 25, 62 и 177 принадлежат к первому, а остальные к пятому типу

Таб. 4. Зависимость содержания V и S в образце от возраста нефти. [1]

Тип	C_V/C_S	C_S	Эра	Период
I	$1,2 \cdot 10^{-3}$	2-6%	палеозой	девонский, каменноугольный
II	$(4-5) \cdot 10^{-3}$	2-5%	палеозой	девонский, пермский
III	$(5-8) \cdot 10^{-3}$	1,5-2 %	мезозой	юрский, меловой
IV	$>8 \cdot 10^{-1}$	2-5 %	Гипергеномодифицированные палеозойские нефти	девонский, пермский
V	$<3 \cdot 10^{-3}$	$<1,3$ %	палеозой	девонский, пермский

Определение элементного состава образцов на РФ-спектрометре с полным отражением.

Прибор позволяет определить относительную концентрацию элементов в образцах металлов и сплавов, минералов и других веществ в порошке или в твердом виде. Абсолютную концентрацию элементов можно измерить в растворе методом внутреннего стандарта, добавляя в исследуемый раствор один из элементов в заданной концентрации. Необходимое для анализа количество твердого вещества меньше одного микрограмма, а чувствительность составляет 0.1 процента при минимальной пробоподготовке. В растворах же можно определить абсолютную концентрацию элементов на уровне меньше 0.1 мг /л. На рисунке приведена кривая чувствительности прибора, изображающая зависимость минимальной детектируемой элемента в нанogramмах от его порядкового номера в периодической системе.

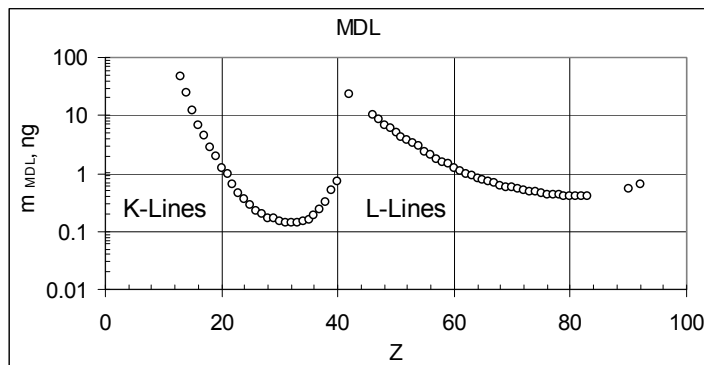


Рис.5 Минимально детектируемая масса для элементов от Al до U

Для иллюстрации приведем спектр природной воды, полученный после выпаривания капли объемом 5 мкл на кремниевой подложке. В спектре визуально просматривается больше 10 элементов, программная обработка позволяет выявить до 15 и определить их абсолютную концентрацию.

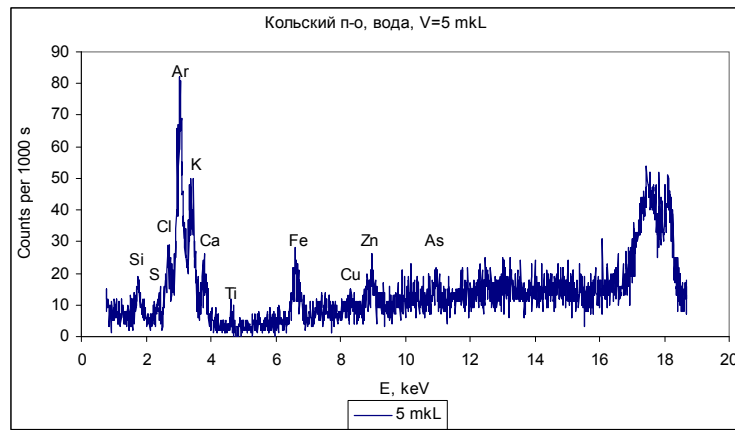


Рис. 6. Кольский п-о, Лавозерские тундры, район о. Сейдозеро, р. Светлая (экспедиция Г.И.Шуляка, июнь 2009 г.)

Список литературы

[1] А.А.Рюмин, М.С. Копяткевич, В.В.Грибов. Геология нефти и газа. т.6 1989, Москва, Геоинформ.

Направление 4:

Исследование структуры, динамики и неординарных свойств вещества нейтронными методами.

Проект 4.1.

Исследование сильно коррелированных фермионных систем, мультиферроиков с магнито-электрическими свойствами с помощью дифракции нейтронов.

Проф. В.П. Плахтий, к.ф.-м.н. Ю.П. Черненко,
к.ф.-м.н. О.П. Смирнов, к.ф.-м.н. В.И. Федоров
к.ф.-м.н. С.В. Гаврилов, д.ф.-м.н. И.В.Голосовский

4.1. Исследования мультиферроиков методами дифракции нейтронов, рентгеновских лучей и нейтронной поляриметрии.

4.1.1. Исследование магнитной структуры мультиферроика $Tb_{0.95}Bi_{0.05}MnO_3$ методами нейтронографии и магнитного резонансного рассеяния синхротронного излучения.

Исследования систем, в которых сосуществуют магнитный и электродипольный порядок сегодня одно из самых интересных направлений в физике твердого тела. Основная мотивация исследовать хорошо изученный мультиферроик $TbMnO_3$, допированный Bi , исходила из наблюдения необычных эффектов в магнитных и диэлектрических измерениях (В. Санина и У. Головенчиц), в частности, обнаружение проводимости при больших частотах и небольшого ферромагнитного момента в допированной системе.

Нейтроннографические эксперименты с $Tb_{0.95}Bi_{0.05}MnO_3$ проводились на дифрактометре E2, Центра нейтронного рассеяния (BENSC) Института Хан-Мейтнер (Берлин). Для исследования магнитного упорядочения Tb спинов мы использовали нейтронную дифракцию и рентгеновское магнитное резонансное рассеяние на линиях $L_{2,3} Tb$ (8.251 кэВ) и нерезонансное рентгеновское рассеяние (12.4 кэВ) на станции MAGS источника синхротронного излучения BESSY.

При низких температурах наблюдается обычное магнитное поведение, подобное поведению наблюдаемому в $TbMnO_3$. При 40 К появляется волна атомных смещений с волновым вектором τ_{nucl} и поперечная спиновая волна на ионах Mn с волновым вектором $\tau_{mag} \sim \tau_{nucl} / 2$. При понижении температуры, при 27 К, появляются перпендикулярная компонента Mn_z спинов и индуцированная компонента моментов Tb_x . При этой температуре появляется электрическая поляризация. Система магнитных спиралей соответствует А-моду. Из профильного анализа измерены величины магнитных моментов, которые оказались близкими к известным для $TbMnO_3$. Однако, вместо дальнего магнитного порядка моментов Tb ниже 8 К, как хорошо известно для $TbMnO_3$, в допированном образце наблюдается мощное диффузное рассеяние, свидетельствующее о ближнем порядке (см. рисунок 1). Таким образом, допирование Bi разрушает дальний магнитный порядок в Tb системе.

Кроме того, в допированном образце отсутствует сдвиг в величине вектора распространения при появлении собственного магнитного порядка в Tb системе, как в $TbMnO_3$. Более того, в экспериментах с синхротронным излучением зафиксирована небольшая разница между $1/2\tau_{nucl}$ and τ_{mag} . Пока неясно, является ли это результатом систематических ошибок, однако стоит заметить, что рассогласование волны атомных смещений и спиной волны не противоречит теории

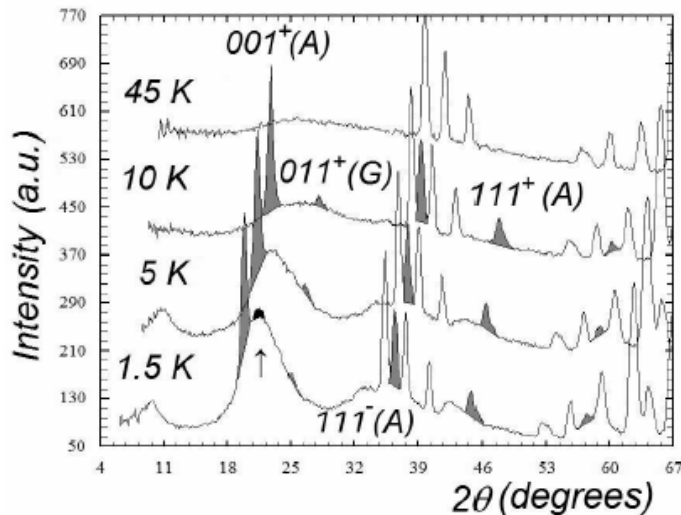


Рис. 1.

Диффузное рассеяние при разных температурах. Магнитные сателлиты показаны серым цветом.

Другая новая особенность, обнаруженная в допированном образце – это сильный эффект сжатия элементарной ячейки, порядка 0.8 % по объему, при приложении магнитного поля 5Т. Причем эффект необратим и ячейка остается меньшей при снятии поля. Наблюдались и другие эффекты, в частности аномалии в температурных зависимостях параметров решетки, которые соответствуют температурам магнитных переходов.

По результатам подготовлена публикация. Однако ее направление в редакцию нами задержано. Дело в том, что хотя нейтронная дифракция на порошке действительно показывает существование слабых ферромагнитных компонент, чтобы подтвердить или опровергнуть их существование мы решили провести дополнительные прецизионные измерения магнитных свойств на SQUID-магнетометре, что сейчас и делается.

Работа была доложена на 43-ей Зимней школе ПИЯФ. "Физика Конденсированного Состояния", 2009.

4.1.2. Исследование киральных флуктуаций в антикиральном мультиферроике $YMnO_3$ с помощью неупругого рассеяния поляризованных нейтронов.

Экспериментально доказано существование нового класса магнетиков, антикиральных. До сих пор обсуждались два основных класса кристаллов с атомными магнитными моментами, спинами S_n , упорядоченными ниже некоторой критической температуры: ферромагнетики с ненулевым суммарным моментом в элементарной ячейке ниже температуры Кюри и антиферромагнетики с нулевым моментом ниже температуры Нееля. В обоих случаях существуют корреляции спинов ближайших атомов в области критических температур. Последнее время интенсивно изучаются так называемые киральные магнетики со спиральным упорядочением спинов. Их параметр порядка помимо обычной спиновой переменной S_n включает в себя еще и новую переменную, а именно киральность – аксиальный вектор $C = [S_n \times S_m]$, обозначающий вращение спиновой спирали по или против часовой стрелки. Исследованный нами $YMnO_3$ является первым примером антикирального магнетика. В его кристаллической решетке есть две спиновых подрешетки, имеющих противоположную киральность в магнитоупорядоченной фазе (рис. 1). По этой причине суммарная киральность в элементарной ячейке должна равняться нулю, так же как и суммарный магнитный момент в антиферромагнетике. Этот факт (нулевая суммарная киральность) был экспериментально подтвержден в наших более ранних экспериментах. Теперь нам с помощью неупругого рассеяния поляризованных нейтронов удалось зарегистрировать киральные флуктуации в парамагнитной фазе вблизи критической точки (температуры Нееля). Интенсивность рассеяния нейтронов, т.е. сечение рассеяния на флуктуациях, чрезвычайно слабая. Тем не менее показано (рис. 2), что разница спектров

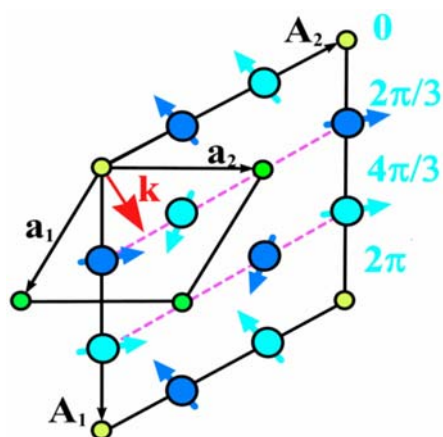


Рис. 1. Проекция магнитных моментов атомов Mn на базисную плоскость (x,y): синие – $z = 0$, голубые – $z = 1/2$. \mathbf{k} – волновой вектор, при движении вдоль которого происходит поворот спинов.

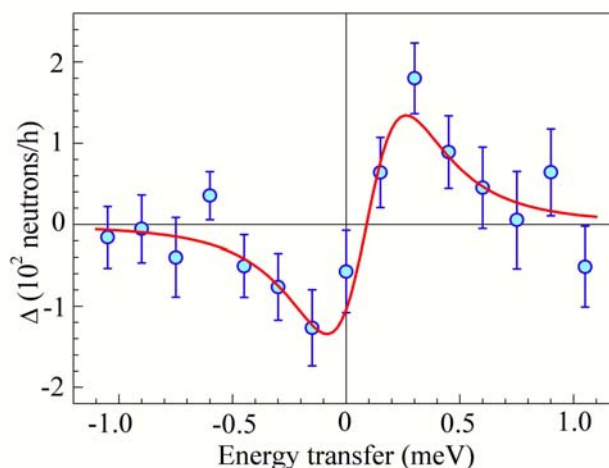


Рис. 2. Разница спектров для противоположных направлений поляризации нейтронов.

(ω - передача энергии нейтрона) для противоположных направлений поляризации нейтронов является ω -нечетной функцией, характерной для четырехспиновых киральных флуктуаций. Полученный результат может стать серьезным стимулом для более подробного теоретического и экспериментального исследования как киральных, так и антикиральных магнитных материалов. Результаты исследований подготовлены к публикации.

4.1.3. Исследование тонкой магнитной структуры CsCuCl₃

В случае фрустрированных магнетиков, к которым принадлежит и CsCuCl₃, большую роль в возникновении и изменении магнитной структуры играют чрезвычайно слабые искажения кристаллической структуры. С помощью дифракции нейтронов в CsCuCl₃ обнаружен изоструктурный переход в фазу с пространственно фрустрированной спиральной кристаллической решеткой, связанный с упорядочением спинов. Из-за спин-орбитальной связи этот переход минимизирует обменную энергию. Он имеет решающее значение для формирования магнитного порядка во фрустрированных магнетиках и позволяет объяснить наблюдавшуюся нами сложную модулированную структуру CsCuCl₃. Результаты опубликованы в Phys. Rev. B 79, 012410 (2009).

Проект 4.2.

Исследование спиновой киральности в интерметаллидах,
спиновой структуры многослойной системы,
магнитного рассеяния в тяжелофермионных соединениях,
мезоструктуры функциональных материалов

ПИЯФ РАН при участии Самарского ГУ.
Проф.А.И. Огороков, проф. В.П.Плахтий,
кфмн С.В Григорьев, кфмн В.В.Рунов,
кфмн Г.П.Гордеев, кфмн О.П.Смирнов,
Г.П Копица, В.А.Дядькин, Ю.О.Четвериков,
В.В. Пиядов

4.2.1. Изучение магнитных спиральных структур методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов.

4.2.1.1. Исследования спиновой спиральной структуры в системе $Mn_{1-x}Fe_xSi$ методами малоуглового рассеяния нейтронов и спин-эхо спектроскопии.

Методом малоуглового рассеяния и спин-эхо спектроскопии исследованы критические геликоидальные флуктуации в кубическом нецентросимметричном магнетике $MnSi$. Для интерпретации данных впервые получены аналитические выражения для восприимчивости в реальном пространстве. В соответствии с предложенной теорией температурный диапазон может быть поделен на три части с различным типом критических флуктуаций: (i) близкий к ферромагнитному; (ii) изотропный геликоидальный и (iii) анизотропный геликоидальный. Флуктуации появляются со случайно ориентированной, но лево-винтовой спиралью с вектором \mathbf{k} по мере приближения к $T_C = 29$ К. Закон масштабирования обратной корреляционной длины κ демонстрирует кроссовер при $\kappa \cong k$. Величина критической экспоненты ν меняется от $\nu_1 = 0.40(6)$ вблизи T_C к $\nu_2 = 0.68(1)$ при высоких температурах. Критическое поведение коэффициента диффузии Γ вдоль легкой подчиняется закону динамического масштабирования $\Gamma \sim \kappa^Z \sim \tau^{\nu Z}$ с кроссовером при температуре, где $\kappa \cong k$ с $Z_1 = 2.5(1)$ для высоких температур и $Z_2 = 1.10(3)$ близко к T_C . Флуктуации оказываются 100 % лево-винтовыми кри температурах ниже точки кроссовера. Наблюдаемый кроссовер обусловлен растущей ролью взаимодействия Дзялошинского – Мория при понижении температуры.

4.2.1.2. Исследования взаимосвязи структурной и магнитной киральности в кубических магнетиках без центра инверсии (с взаимодействием Дзялошинского – Мория).

Дифракция синхротронного излучения и поляризованных нейтронов использована для определения абсолютной кристаллографической структуры и киральности спиновой спирали в образцах $Mn_{1-x}Fe_xSi$. Показано, что лево-винтовая и правовинтовая формы кристаллов могут быть получены чистого $MnSi$ и для допированных железом составов $Mn_{1-x}Fe_xSi$ при $x = 0.06, 0.08, 0.09, 0.10, 0.11, 0.12, 0.13, 0.16, \text{ и } 0.29$. Структурная киральность во всех случаях жестко определяет магнитную киральность для всех изученных составов: лево-(право)-винтовая кристаллографическая структура приводит к левой (правой) киральности магнитной спирали.

4.2.1.3. Исследование парной и трехчастичной корреляционных функций в критической области вблизи перехода пара- ферромагнетик в монокристалле Ni.

Исследовано критическое малоугловое рассеяние поляризованных нейтронов на спиновых флуктуациях в монокристалле Ni в специальной «наклонной» геометрии магнитного поля. Метод наклонной геометрии позволяет наряду с парными, исследовать трехчастичные спиновые корреляции, которые определяют асимметричный относительно переданного импульса \mathbf{q} , поляризационно-зависимый вклад в рассеяние. Этот вклад зависит от q как $1/(q^2 + \xi^2)^{5/2}$ и линейно растет с полем H в области слабых полей, а затем насыщается. Полученные результаты находятся в хорошем согласии с теорией подобия.

4.2.1.4. Исследование Н-Т фазовой диаграммы магнитной структуры в Y/Dy многослойной системе методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Методом рефлектометрии поляризованных нейтронов изучена магнитная структура металлических (Dy/Y) многослойных систем. В экспериментах использовались образцы с различной толщиной Dy и Y слоев. Установлено, что средняя спиновая киральность структуры наводится магнитным полем и имеет сложный характер в зависимости от температуры. В частности показано, что в случае, если $k_S d_{Dy} > \pi$ (k_S – волновой вектор спирали, d_{Dy} – толщина Dy слоя), то киральности системы положительна, а при $k_S d_{Dy} < \pi$, киральность отрицательна. Высказано предположение, что киральность определяется взаимодействием Дзялошинского-Мория на интерфейсах Dy и Y слоев.

4.2.2. Исследование кинетических процессов в металлических сплавах при внешнем воздействии методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов (совместно с Самарским ГУ)

4.2.2.1. Исследование сплавов Cu-Be с различным содержанием Be и контролируемой примесью 3d металлов.

Продолжены исследования влияния слабого магнитного поля ($\mu\text{H} \ll \text{kT}$) на кинетические процессы при старении Cu-Be сплавов, которые являются естественным продолжением нашей совместной с СамГУ работы опубликованной в J. Phys.: Condens. Mater. **20**, 104226 (2008). В работе установлена корреляция в изменении интегрального сечения рассеяния нейтронов в процессе отжига с модуляцией постоянного магнитного поля $0 < H < 1$ Тл. Экспериментальные результаты интерпретируются как влияние магнитного поля на кинетику фазообразования при искусственном старении диамагнитного Cu-Be сплава. Для объяснения результатов эксперимента предложена модель изменения масштабов рассеивающих неоднородностей в процессе отжига. Однако механизм реализации этой модели пока непонятен. Одним из первых шагов для понимания этого механизма являются эксперименты на сплавах Cu-Be с различным содержанием Be и контролируемой примесью 3d металлов. За отчетный период выполнены измерения на 5 образцах Cu-Be сплава с различным содержанием Be (0.5-3%). Получен большой объем информации по кинетике в сплавах Cu-Be в присутствии магнитного поля. Выполнен предварительный анализ экспериментальных данных. В целом, результаты исследований подтверждают влияние магнитного поля на кинетические процессы при старении Cu-Be сплавов. Идет обработка полученной информации.

4.2.3. Исследование мезоструктуры и спиновой динамики в системах со структурными фазовыми переходами методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов:

4.2.3.1. Обработка данных малоуглового рассеяния в сплавах с магнитной памятью формы $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ в области концентраций совмещенного магнитоструктурного перехода.

Обработаны данные малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов (SAPNS) в сплавах с магнитной памятью формы $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ при концентрациях $x = 0.18-0.36$ в магнитных полях $0 < H \leq 5.7$ кЭ. В этом диапазоне концентраций в сплаве наблюдается совмещенный магнитоструктурный переход, причем при $x < 0.18$ мартенситный переход наблюдается, как обычно, в ферромагнитном состоянии, т.е. $T_m < T_C$ (T_m , T_C - температуры мартенситного и магнитного переходов). Однако при $x > 0.27$ меняется соотношение характерных температур, т.е. $T_m > T_C$. Данные SAPNS показывают, что в исследуемом диапазоне концентраций происходит сложная перестройка магнитной и атомной структуры. Все фазовые переходы имеют температурный гистерезис в рассеянии и поляризации, характерный для переходов 1-го рода. Определены характерные параметры мезоструктуры сплавов. Дан сравнительный анализ мезоструктуры сплавов $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ и $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$, изученных SAPNS методом. Показано, что в сплавах $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ ($x = 0.18-0.36$) нет гомогенизации в мезоскопическом масштабе при переходе в мартенситное состояние, характерной для сплавов с Mn обогащением, обладающих хорошим эффектом магнитной памяти формы. Результаты исследований в печати в журнале ФТТ.

Публикация:

В.В. Рунов, М.К. Рунова, В.В. Ховайло. Мезоструктура $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ сплавов в области концентраций, соответствующих совмещенному магнитоструктурному переходу. ФТТ (2009) в печати.

4.2.4 Статические и динамические свойства спиновой системы сплава Pd-Fe-Mn.

4.2.4.1. Измерение малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов в малых (до 100 Э) магнитных полях в диапазоне температур от 10 К до 60 К с целью изучения динамики спиновой системы.

Продолжалась обработка данных измерений лево-правой асимметрии рассеяния поляризованных нейтронов на сплаве Pd-Fe-Mn. Из представленных в таблице 1 данных следует, что спин-зависимая часть рассеяния (СЗР) максимальна при $T_C = 42$ К, при которой происходит переход из парамагнитного в ферромагнитное состояние. При этой температуре СЗР симметрично относительно знака переданного импульса Q , и, по-видимому, связано с магнито-ядерным интерференционным рассеянием на критических флуктуациях. При $T < T_C$ интенсивность СЗР начинает падать, и при $T = 28$ К практически исчезает. Однако, при более низких температурах ($T < 28$ К) интенсивность СЗР появляется вновь, и при $T = 24$ К наблюдается разница A интенсивностей СЗР для $Q < 0$ и $Q > 0$, и она равна (-104 ± 60) . Отметим, что в экспериментах по нейтронной деполяризации с этим образцом температура $T \sim 28$ К была также характерной. При охлаждении образца в малых полях ($H < 10$ Э) температурная зависимость деполяризация описывала максимум при $T \sim 35$ К, а при $T \sim 28$ К практически исчезала, и снова возрастала при более низких температурах.

При той же коллимации в области более малых углов рассеяния ($L = 8$ м) после охлаждения в магнитном поле $H=250$ Э до температуре $T = 26$ К асимметрия A спин-зависимой части сечения рассеяния становится равной (-90 ± 10) . Заметим, что при такой величине магнитного поля наблюдался значительный магнито-ядерный интерференционный вклад в СЗР для $\mathbf{Q} \perp \mathbf{H} \parallel \mathbf{P}$, который, по-видимому, маскирует исследуемый ассиметричный вклад в общее рассеяния. Тем не менее, мы обнаружили, что $A \neq 0$.

Однако, систематические ошибки не дают полной уверенности в величине эффекта. С этой целью планируется новый эксперимент и представлено соответствующее предложение в GKSS.

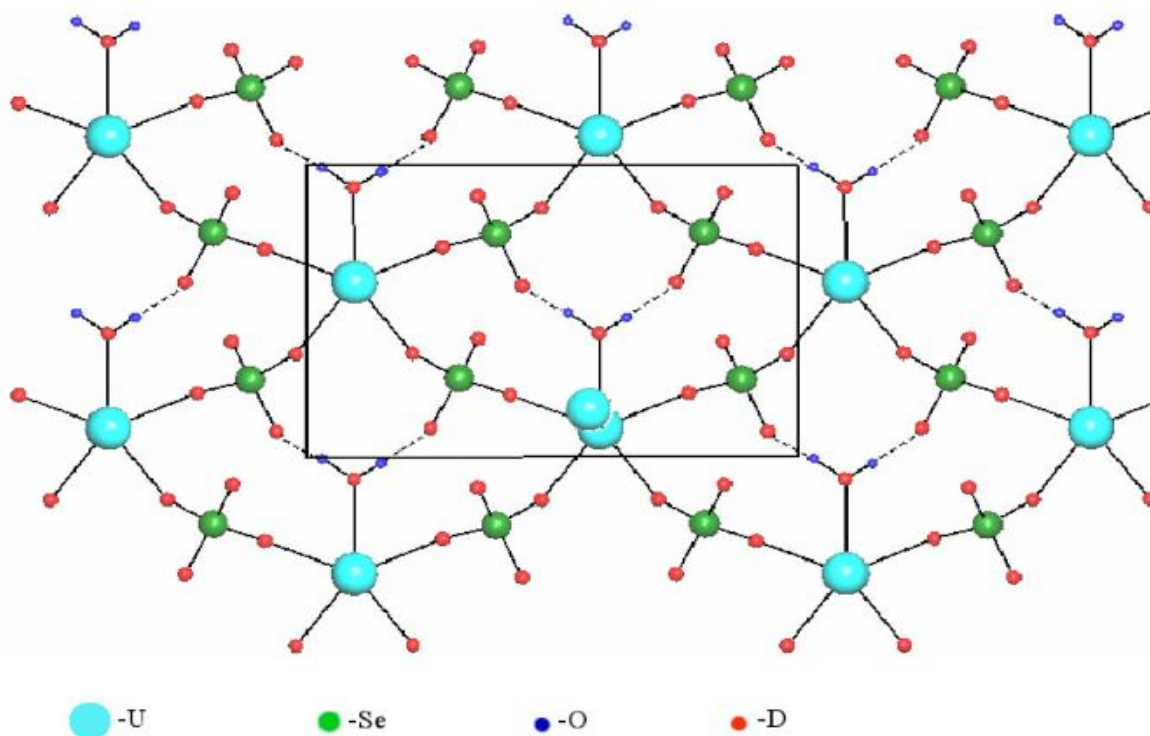
Таблица 1. Разность $I_{up} - I_{down}$.

T, K	$Q < 0$	$Q > 0$	Другие параметры
60	40 ± 30	30 ± 30	$H = 7 \text{ \AA}$ $L = 3 \text{ м}$
42	170 ± 30	200 ± 30	
40	50 ± 40	40 ± 40	
36	100 ± 40	40 ± 40	
28	0 ± 40	30 ± 40	
26	-25 ± 40	25 ± 40	
24	-100 ± 40	4 ± 40	
26	-235 ± 7	-147 ± 6	$H = 250 \text{ \AA}$ $L = 8 \text{ м}$

4.2.5. Нейтрон-дифракционные исследования водородных связей в гидратах уранила, используемых при обогащении урановых руд.

4.2.5.1. Нейтронографическое определение позиций водорода в кристаллах дигидрата ацетата уранила и подготовка публикации.

Совместно с Самарским государственным университетом выполнено нейтронографическое исследование порошкообразного образца дейтерированного дигидрата диселенатуранилата рубидия $Rb_2UO_2(SeO_4)_2 \cdot 2D_2O$, кристаллизующегося в ромбической сингонии, пр. гр. $Pna2_1$, параметры элементарной ячейки $a = 13.654(2)$, $b = 11.863(2)$, $c = 7.625(1) \text{ \AA}$, $Z = 4$, $R_F = 3.77$, $R_I = 6.12$ и $\chi^2 = 2.21$.



Основными структурными единицами вещества являются слои $[UO_2(SeO_4)_2 \cdot D_2O]^{2-}$, относящиеся к кристаллохимической группе $AB^2_2M^1$ ($A = UO_2^{2+}$, $B^2 = SeO_4^{2-}$, $M^1 = D_2O$) комплексов уранила. Атомы водорода молекул воды, входящих в состав слоя, образуют

внутрислоевые водородные связи с концевыми атомами кислорода селенат-ионов. Внешнесферные молекулы воды координированы ионами рубидия и участвуют в образовании водородных связей с атомами кислорода соседних слоев $[\text{UO}_2(\text{SeO}_4)_2 \cdot \text{D}_2\text{O}]^{2-}$. На рисунке показана проекция слоя $[\text{UO}_2(\text{SeO}_4)_2 \cdot \text{D}_2\text{O}]^{2-}$ на плоскость (100). Прямоугольник указывает границы элементарной ячейки, пунктиром обозначены водородные связи, образованные атомами молекулы воды. Работа принята к печати в Журнал Неорганической Химии.

Проект 4.3

Исследование корреляций между структурными особенностями и аномалиями функциональных свойств оксидов и интерметаллоидов редкоземельных элементов, манганитов со свойствами колоссального магнитосопротивления.

Нейтронно – синхротронная аттестация нано- и композитных материалов, используемых в водородной энергетике (накопители водорода, протон-проводящие мембраны и электролиты, катализаторы).

ПИЯФ РАН: проф. В.А.Трунов, дфмн А.И.Курбаков,
кфмн В.А. Рыжов, кфмн А.В.Лазута,
кфмн С.В. Григорьев, кфмн Е.А. Дядькина,
к. ф.-м. н., В.А. Ульянов, к. ф.-м. н. А.Е.Соколов,
ИФ СО РАН: проф.Г.А.Петраковский,
СПбГУ: И.А. Зверева

4.3.1.. Исследование фазового разделения и магнитосопротивления в сложных манганитах при половинном легировании на примере $\text{Sm}_{0.32}\text{Pr}_{0.18}\text{Sr}_{0.5}\text{MnO}_3$.

Методом порошковой дифракции высокого разрешения проведено исследование фазового разделения и микроскопической природы магнитосопротивления в сложных манганитах при половинном легировании на примере $\text{Sm}_{0.32}\text{Pr}_{0.18}\text{Sr}_{0.5}\text{MnO}_3$. Обнаружено существование структурного фазового перехода от высокотемпературной ромбической $Pbnt$ фазы к смеси двух фаз: ромбической $Pbnt$ (I) и моноклинной $P2_1/m$ (II). Анализ магнитного вклада в экспериментальные нейтронограммы при низких температурах указывает, что основное магнитное состояние исследуемого соединения является фазоразделенным и представляет собой смесь трех магнитных фаз, образующихся при разных температурах: ферромагнитной (F), антиферромагнитной А-типа (AF-A) и антиферромагнитной зарядоупорядоченной SE-типа (AF-CE). F упорядочение формируется в районе комнатной температуры. Оно соответствует высокотемпературной ромбической структуре I, единственной, существующей при температурах начала F упорядочения. При более низких температурах, вплоть до гелиевых, можно продолжать однозначно утверждать, что ферромагнетизм проявляется только в фазе I. AF-A состояние формируется при $T_N \approx 170$ К. Оно развивается в моноклинной кристаллической фазе II. AF-A состояние развивается в структуре с орбитальным упорядочением, имеющим место в ab плоскости. AF-CE состояние формируется при $T \approx 120$ К. Оно также может быть отнесено к кристаллической фазе II. Описана микроскопической природы магнитосопротивления, которое проявляется в понижении величины ρ на несколько порядков при приложении магнитного поля в 7 Тл. Работа завершена, готовятся публикации.

4.3.2. Завершение экспериментальных работ по построению магнитной и структурной фазовой диаграммы $\text{Sm}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($0.16 \leq x \leq 0.63$) перовскитных манганитов на основе систематических исследований методом порошковой нейтронной дифракции высокого разрешения, температурных магнитных и транспортных измерений.

Завершены экспериментальные работы по нейтронографии высокого разрешения и выполнена математическая обработка всего массива данных, направленные на построение магнитной и структурной фазовой диаграммы $\text{Sm}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($0.16 \leq x \leq 0.67$) перовскитных манганитов. Построена предварительная фазовая диаграмма. Первые результаты опубликованы в виде статьи Курбаков А.И. «Фазовая диаграмма $\text{Sm}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ -перовскитных манганитов» *ФТТ* 51 (2009) 1143-1148 и доложены на Международной конференции по магнетизму: «Phase diagram of $\text{Sm}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ perovskite manganites, A. Kurbakov, A.Lazuta, V.Ryzhov. International Conference on Magnetism ICM2009, Karlsruhe, Germany. Работа будет продолжена и завершена в 2010г.

4.3.3. Исследования состояний выше и ниже фазового перехода парамагнетик – ферромагнетик в кобальтитах:

4.3.3.1. Нейтронографические исследования поликристаллических соединений $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_3$ и $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$

На суперпозиционном нейтронном порошковом дифрактометре ПИЯФ проведены измерения дифракционных спектров соединений с $x = 0.18$ и 0.20 при комнатной и гелиевой температурах. Проводится ритвельдовская обработка данных методом полнопрофильного анализа. Полученные предварительные результаты лягут в основу подробного нейтронографического исследования (в широком температурном интервале в ферромагнитной и парамагнитной областях), намеченного на 2010 год.

4.3.4. Особенности структуры и взаимные превращения катион-упорядоченных перовскитоподобных слоистых фаз, как основа создания новых функциональных материалов.

4.3.4.1. Получение кристаллохимических данных и исследование структурных изменений известных и новых слоистых соединений, относящихся к полностью упорядоченным фазам Раддлсдена-Поппера, Диона-Якобсона и Ауривиллиуса в широком температурном интервале.

Были синтезированы образцы ферроэлектриков, относящихся к полностью упорядоченным фазам Раддлсдена-Поппера, Диона-Якобсона и Ауривиллиуса. Основное внимание было уделено синтезу и исследованию двухслойным фазам Ауривиллиуса $\text{Bi}_2\text{LnNbTiO}_9$, где $\text{Ln} = \text{Nd-Gd, Bi}$. Кроме того, были синтезированы и исследованы образцы с $\text{Ln}=\text{Bi}$, в которых проведено частичное замещение в позиции (Nb,Ti) марганцем. Получено, что такое замещение гомогенно только до $x=0.2$. На всех синтезированных образцах проведены рентгеноструктурные исследования при комнатной температуре. На образце $\text{Bi}_2\text{NdNbTiO}_9$ проведены нейтронографические исследования на суперпозиционном нейтронном порошковом дифрактометре ПИЯФ при комнатной температуре и $T=820^\circ\text{C}$.

Первые результаты доложены на Международной конференции «Основные тенденции развития химии в начале XXI века. Санкт-Петербург. 21-24 апреля 2009г. «Фазы Ауривиллиуса: механизм образования, структура, свойства» А.Б. Миссюль, И.А. Зверева, А.И. Курбаков, Т.Т.М. Палстра. Работа будет продолжена в 2010 году.

4.3.5. Исследование гигантского инжекционного магниторезистивного эффекта в гранулированных пленках $\text{Co}(\text{SiO}_2)$ на подложке GaAs и Si методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Изучена зависимость инжекционного магниторезистивного эффекта от материала подложки методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Исследованы профили намагниченности вглубь гетероструктур SiO_2 (Co 70 ат. %)/GaAs и SiO_2 (Co 70 ат. %)/Si. Было установлено существенное влияние интерфейса на распределение намагниченности вглубь гетероструктуры. Кроме того обнаружено, что при комнатной температуре и при одном и том же значении внешнего магнитного поля средняя намагниченность гранулированной пленки, нанесенной на GaAs подложку, в 3 раза выше, чем в случае Si подложки.

4.3.6. Исследование строения компонентов водородных топливных элементов, получаемых алиовалентным замещением РЗМ подрешетки систем со структурой пироклора и обладающих высокой ионной ($\sim 10^{-2}$ См/см) и смешанной проводимостью.

На 48-детекторном нейтронном дифрактометре (9-й канал реактора ВВР-М) были проведены исследования супериоников на основе титаната иттербия со структурой пироклора (рис. 1).

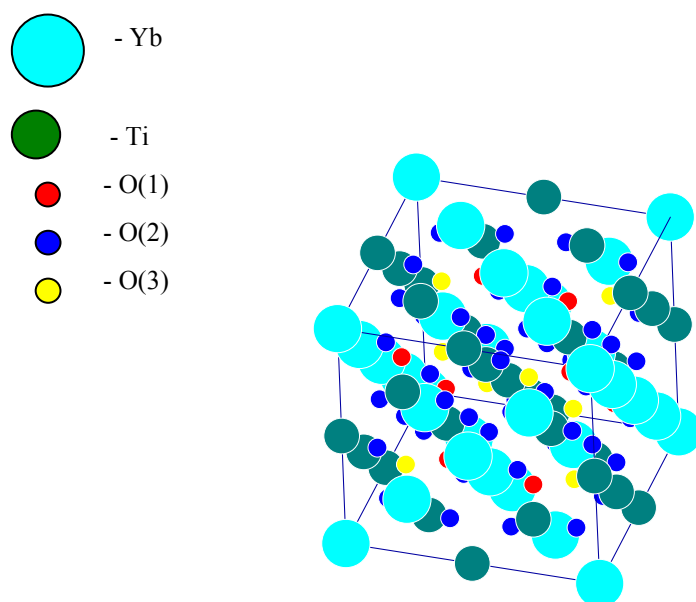


Рис.1. Структура пироклора

Yb₂Ti₂O₇

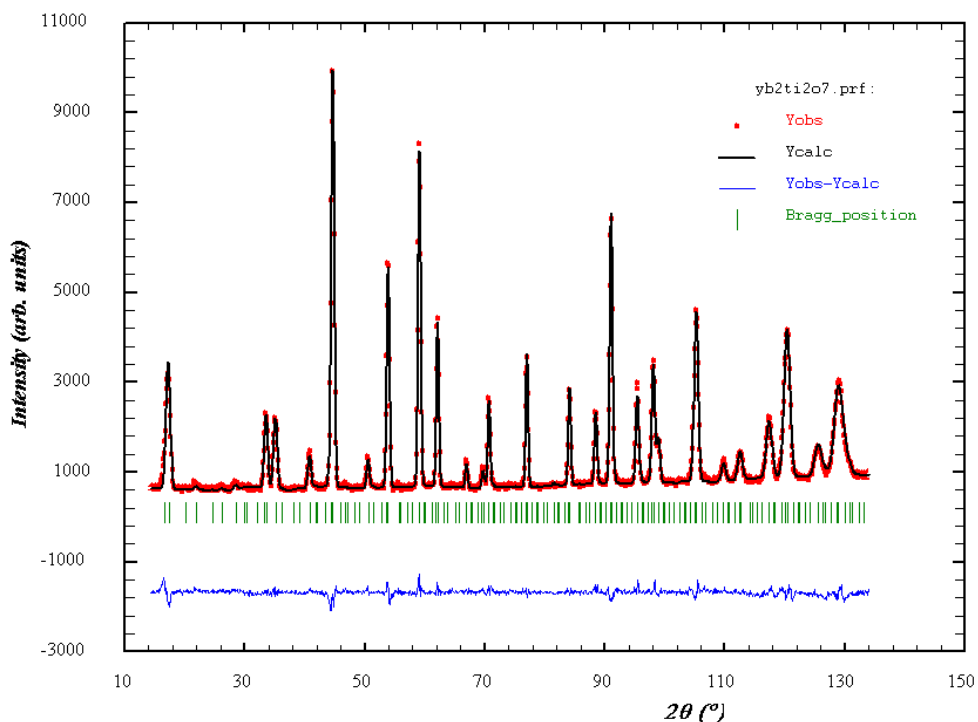


Рис.2. Экспериментальный дифракционный профиль, расчётный профиль и разностная кривая для образца Yb₂Ti₂O₇.

Электропроводность (Yb_{0.9}Ca_{0.1})₂Ti₂O₇, максимальна среди всех известных на сегодня пироксенов и достигает 4×10^{-2} S/cm при 740°C (0.2 S/cm при 1000°C). Предварительные исследования показали, что величина электропроводности существенным образом зависит от строения кислородной подрешетки, что обусловило выбор нейтронной дифракции как метода исследования. В качестве образцов были выбраны чистый стехиометрический Yb₂Ti₂O₇, нестехиометрический Yb_{2.15}Ti_{1.85}O₇, замещенные (Yb_{0.9}Ca_{0.1})₂Ti₂O₇ и (Yb_{0.9}Mg_{0.1})₂Ti₂O₇. Измерения проводились при различных температурах (комнатная, 750°C, 820°C) что позволило изучить возможные эволюционные процессы в этих структурах. В настоящее время ведется обработка полученных экспериментальных данных методом полнопрофильного анализа. Типичные экспериментальный и расчетный профили показаны на рис.2.

Предварительные результаты опубликованы в [1] и доложены на Международной конференции «Актуальные проблемы физики твердого тела» [2].

[1]. Шляхтина А.В., Соколов А.Е., Ульянов В.А., Трунов В.А., Богуславский М.В., Левченко А.В., Щербакова Л.Г. Исследование эволюции кристаллической структуры кислородпроводящих твердых растворов (Yb_{1-x}Ca_x)₂Ti₂O₇ (x=0, 0.05, 0.1) методом дифракции нейтронов // Кристаллография, том 54, N 1, 2009, с. 31.

[2]. Соколов А.Е., Трунов В.А., Шляхтина А.В., Щербакова Л.Г. Исследования особенностей строения структуры пироксенов на основе Yb₂Ti₂O₇ методом нейтронной дифракции // Актуальные проблемы физики твердого тела: Сб. докладов Международной научной конференции 20-23 октября 2009 г., Минск. Т.3, с.114.

4.3.7. Исследование структуры материалов для изготовления альтернативных хлориду цезия нерастворимых изотопных источников для радиоэкологии и медицины.

В настоящее время в качестве активной части цезиевых источников применяют хлорид цезия, который не удовлетворяет современным требованиям экологической безопасности, поскольку хорошо растворим в воде и обладает высокой коррозионной активностью. В качестве альтернативного материала предлагается использовать соединение CsMgPO_4 .

Для проверки параметров ячейки и однофазности образца проведены измерения на рентгеновском дифрактометре. Результаты обработаны, используя полнопрофильный анализ. Результаты обработки показали наличие 2-ой фазы, если образец хранится в комнатных условиях и поглощает воду из воздуха. Поэтому в дальнейшем образцы перед проведением съемки подвергали отжигу при 150 С.

Для уточнения кристаллической структуры CsMgPO_4 были проведены измерения на порошковом нейтронном 48 детекторном суперпозиционном дифрактометре при комнатной (300К) температуре. Результаты измерений при комнатной (300К) были обработаны методом Ритвельда при помощи программы полнопрофильного анализа FullProf. В качестве модели была использована пр. гр. Pnma . Результаты обработки показаны на Рис. 1.

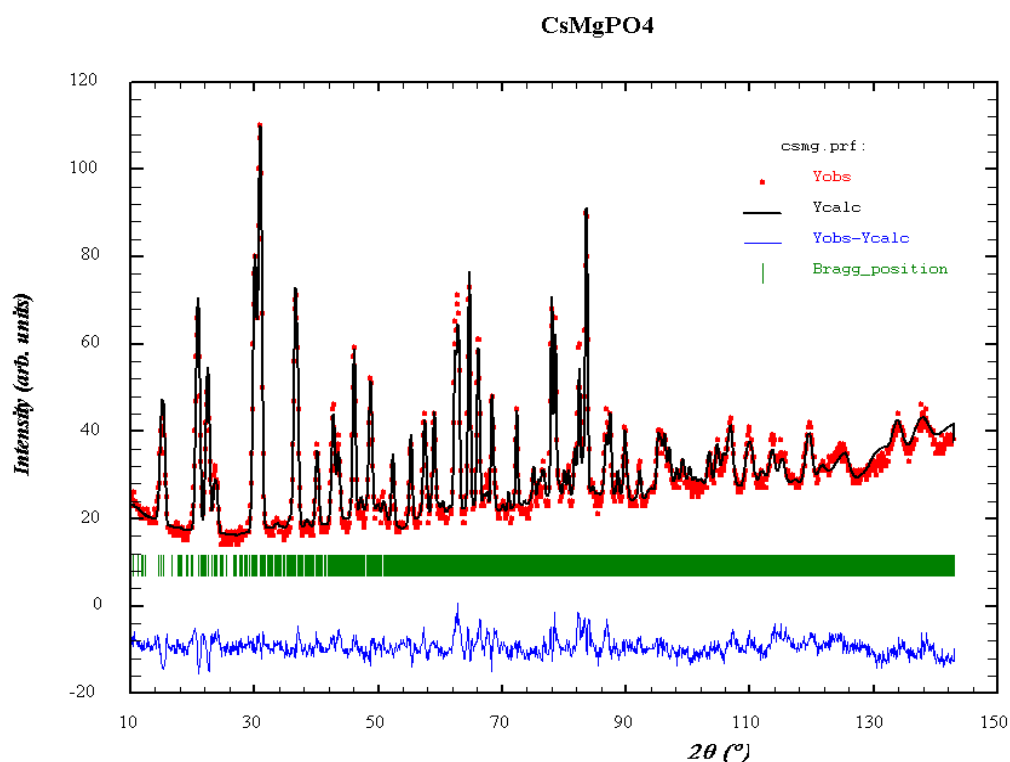


Рис. 1. Результаты обработки нейтронограммы порошкового образца CsMgPO_4 снятой при 300К.

Для выяснения температурной стабильности кристаллической структуры CsMgPO_4 были проведены измерения при низкой (2.5К) температуре. Было обнаружено изменение в нейтронограмме при понижении температуры от 300 до 2.5К. Результаты показаны на Рис.2.

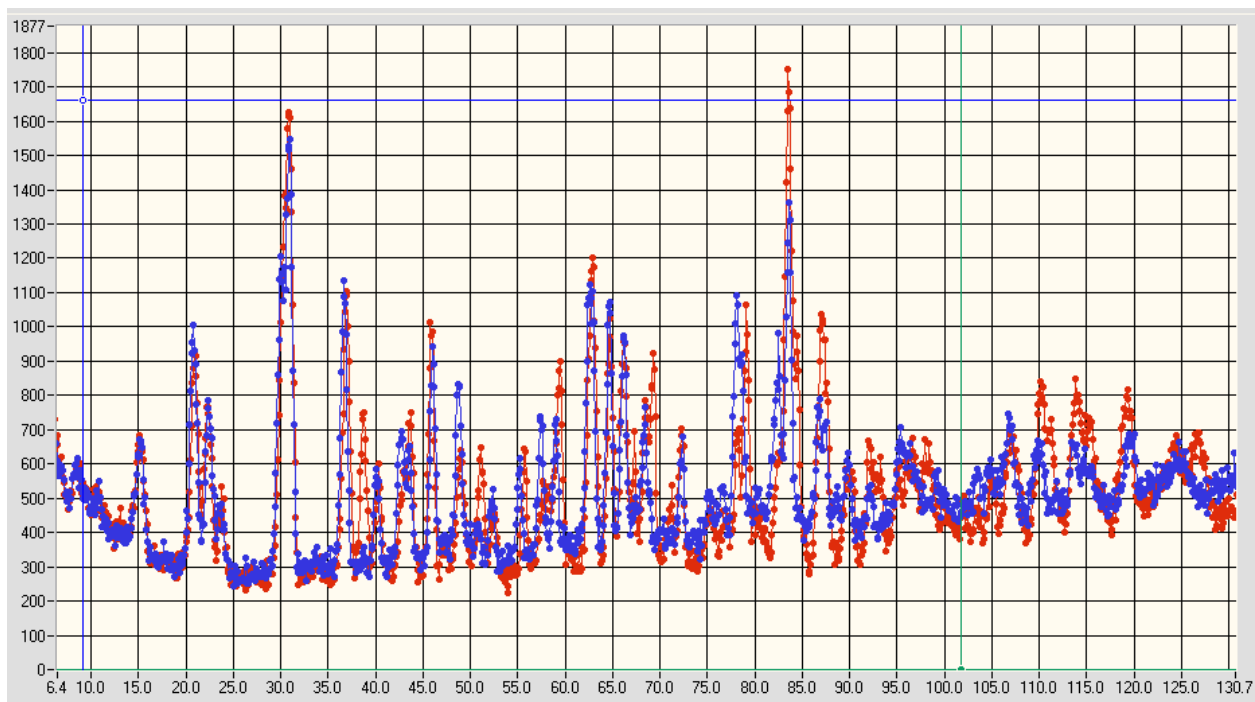


Рис.2. Нейтронограммы CsMgPO₄ при 300K (синие точки) и 2.5K (красные точки).

Результаты измерений при низкой (2.5K) температуре в настоящее время обрабатываются методом Ритвельда при помощи программы полнопрофильного анализа FullProf. В рамках модели пр. гр. Pnma нейтронограмму при низких температурах описать не удастся. Обработка результатов при 2.5K продолжается в рамках ряда других моделей.

4.3.8. Исследование структуры новых каталитических и протонпроводящих материалов, используемых для хемозлектрических преобразований.

Были проведены исследования гибридных полимерных протонпроводящих материалов и была показана очевидная связь внутренней микроструктуры с проводящими свойствами. При оптимизации состава возможно получить мембранные материалы по характеристикам, сравнимые с Нофиёном. Было показано, что такие материалы могут быть широко использованы в медицине. Выполнены 2 публикации:

1. V.N.Pavlyuchenko, O.V.Sorochinskaya, S.S.Ivanchev, S.Ya.Khaikin, V.A.Trounov, V.T.Lebedev, E.A.Sosnov, I.V.Gofman New Silicone Hidrogels Based on Interpenetrating Polymers Networks Comprising Polysiloxane and Poly(Vinyl Alcohol) Networks, **Polym. Adv. Technol.** **2009**, **20** 367–377

2. С.С.Иванчев, С.Я.Хайкин, В.Н.Павлюченко, О.Н. Примаченко, В.А.Трунов, В.Т.Лебедев, Д.Н.Орлова, Ю.В.Кульвелис. Гибридные полимерные протоннопроводящие мембранные материалы: взаимосвязь структуры и проводящих свойств. Препринт ПИЯФ-2009, 2813.

4.3.9. Исследование методом нейтронной дифракции магнитной структуры соединения NaFeGe₂O₆.

Железо-натриевый германат NaFeGe₂O₆ является одним из представителей семейства пироксенов с общей формулой Me¹⁺Me³⁺Si(Ge)₂O₆. Эти системы, как новый класс мультиферроиков, которые одновременно являются магнетиками, ферроэлектриками и ферроэластиками, имеют интересные магнитные свойства и прикладное значение [1].

Эксперимент по нейтронному рассеянию в температурном диапазоне 1.6 – 100 К на порошковом дифрактометре DMC [2] в Институте Пауля Шеррера, Швейцария. Длина волны $\lambda = 2.4576 \text{ \AA}$. Обработка полученных данных проведена с помощью программы

FULLPROF [3]. Для определения магнитной структуры при $T=1.6$ К парамагнитный спектр при $T=30$ К был вычтен из экспериментального спектра при $T=1.6$ К для нахождения только магнитных пиков нейтронного рассеяния.

В парамагнитном состоянии эксперимент подтвердил моноклинную кристаллографическую структуру с пространственной группой $C 2/c$ и параметрами элементарной ячейки $a=10.008$ Å, $b = 8,948$ Å, $c=5.523$ Å, $\beta= 107.59^\circ$. Ниже температуры магнитного фазового перехода обнаружено большое количество магнитных Брэгговских пиков (рис.1). Температурная зависимость наиболее интенсивного магнитного пика показана на рис. 2. Температура магнитного фазового перехода определена как $T_N=13$ К.

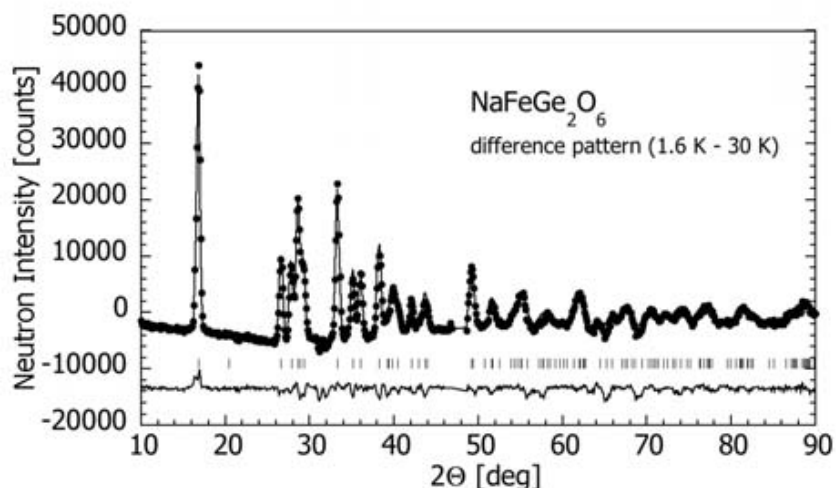


Рис. 1. Разность спектров нейтронного рассеяния (1.6 – 30 К), показывающая чисто магнитные пики (•). Сплошные кривые – модельный спектр и его отклонение от экспериментального.

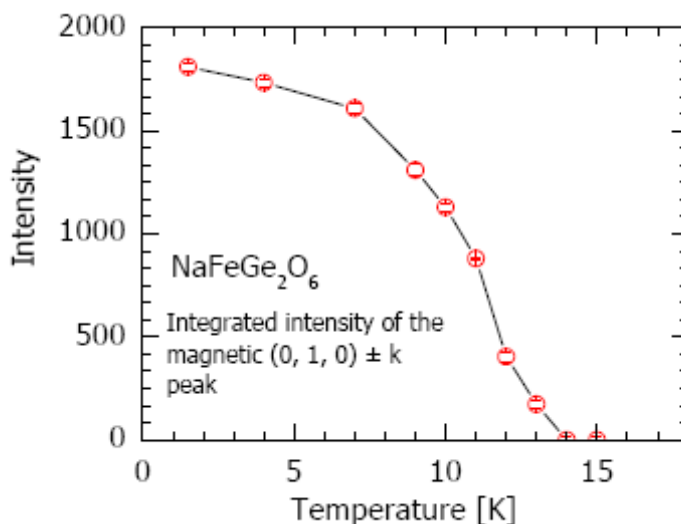


Рис. 2. Интегральная интенсивность сильнейшего магнитного пика $(0, 1, 0) \pm \mathbf{k}$ как функция температуры ($T_N=13$ К).

Анализ положения магнитных пиков выявил несоизмеримую магнитную структуру при $T=1.6$ К с волновым вектором $\mathbf{k} = (0.3357(4), 0, 0.0814(3))$. Как положение магнитных моментов при $T=1.6$ К, так и их интенсивности хорошо описываются двумя моделями. Обе модели представляют из себя антиферромагнитные пары ионов железа с несоизмеримой модуляцией вдоль вектора распространения \mathbf{k} . Первая модель описывает синусоидальную модуляцию моментов, вторая – геликоидальную. Значения R-фактора и χ^2 при моделировании спектров однозначно указывают, что реализуется вторая модель. Результаты эксперимента по нейтронному рассеянию представлены в Таблице 1.

TABLE I. Results for a helical spin arrangement at 1.6K

Propagation vector	$\mathbf{k} = (0.3357(4), 0, 0.0814(3))$
Moment arrangement:	helical modulation of antiferromagnetically coupled pairs
The ordered moment per Fe^{3+} ion	$M = 2.55(1) \mu_B$
Plane of moments	close to a-c plane (small component along b)
Reliability factors of refinement	$R_p = 4.5, \chi^2 = 4.43$

Полученная картина упорядочения магнитных моментов в элементарной ячейке показана на рис. 3.

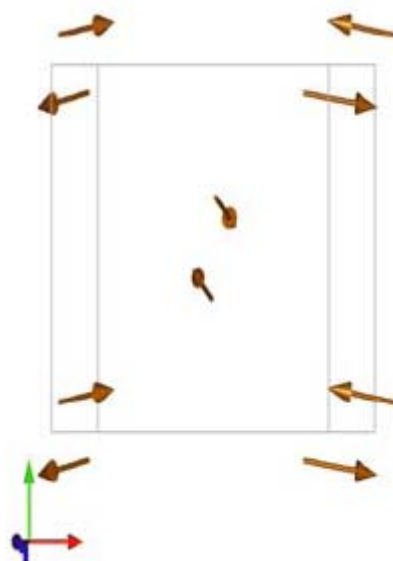


Рис. 3. Магнитные моменты ионов железа в элементарной ячейке $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ ($T=1.6$ K). Вид вдоль оси c.

Магнитные моменты в основном лежат в (ac) плоскости. Наблюдается небольшая проекция магнитных моментов на ось b из-за скоса магнитных моментов на угол ~ 10 градусов.

Модуляция магнитной структуры на нескольких элементарных ячейках показана на рис. 4.

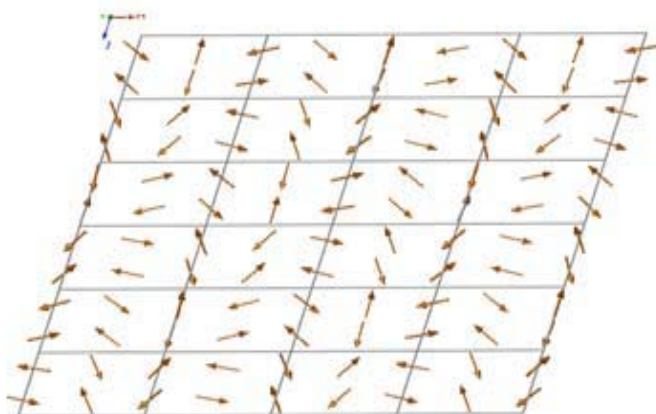


Рис. 4. Несоизмеримая модуляция магнитной структуры $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ в плоскости (ac).

Таким образом, определена магнитная структура железо-натриевого германата $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ методом нейтронного рассеяния. Ниже $T_N = 13$ К $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ претерпевает фазовый переход в несоизмеримую магнитную структуру. Антиферромагнитно связанные магнитные моменты ионов железа имеют несоизмеримую модуляцию с вектором распространения $\mathbf{k} = (0.3357(4), 0, 0.0814(3))$ при $T = 13$ К в плоскости (ac).

Результаты работы опубликованы в:

1. T. Drokina, G. Petrákovskii, L. Keller, J. Schefer, D. Ivanov. Magnetic structure and properties of pyroxene $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$. China. Rare Metals, v.28, 2009, 398-400.
2. J. Schefer, L. Keller, T. Drokina, G. Petrákovskii. Incommensurate magnetic structure of $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ pyroxene investigated by neutron powder diffraction. Thesis. International conference on Neutron Scattering (ICNS 2009). 3-7 May, 2009. Knoxville, Tennessee, USA.
3. T. Drokina, G. Petrákovskii, L. Keller, J. Schefer. Magnetic structure in pyroxene $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$. Тезисы. 5-ая международная конференция “Функциональные материалы” (ICFM'2009), 5-10 октября 2009, Крым, Украина.
4. T. Drokina, G. Petrákovskii, L. Keller, J. Schefer. Investigation of the magnetic structure in $\text{NaFeGe}_2\text{O}_6$ using neutron powder diffraction. Journal of Physics: Conference Series (отправлено в печать) 2009.

Литература

- [1] Jodlauk S, Becker P, Mydosh J A, Khomskii D I, Lorenz T, Streltsov S V, Hezel D C and Bohaty L 2007 *J. Phys. Cond. Matter* **19** 432201
- [2] Fischer P, Keller L, Schefer J and Kohlbrecher J 2000 *Neutron News* **11** 19
- [3] Rodriguez-Cravajal J 1993 *Physica* **B 192**, 55

4.3.10. Выращивание поликристаллов и монокристаллов соединений ферроборатов $\text{RFe}_3(\text{BO}_3)_4$ (R= Er, Pr) с изотопом ^{11}B для нейтронных исследований.

Выращены поликристаллы соединений ферроборатов $\text{RFe}_3(\text{BO}_3)_4$ (R= Er, Pr) с изотопом ^{11}B для нейтронных исследований. Проведены рентгеновские и предварительные нейтронографические исследования полученных образцов.

Проект 4.4

Исследование функциональных свойств материалов и методика специального облучения образцов.

Проф. А.И. Окороков, д.ф.-м.н. В.Т. Лебедев,
проф. Р.Ф. Коноплева, к.ф.-м.н. С.П. Беляев,
к.ф.-м.н. В.А. Чеканов, к.ф.-м.н. И.В. Назаркин,
Е.Е. Дамаскинская, Г.В. Колобанов

4.4.1. Физические свойства облученных материалов.

4.4.1.1. Исследовать влияние содержания кристаллической фазы на электросопротивление наноструктурированного аморфно-кристаллического сплава Ti-Ni-Cu с памятью формы при различных флюенсах нейтронов.

Выполнены исследования температурных зависимостей электросопротивления аморфно-кристаллического сплава Ti-Ni-Cu с различным содержанием кристаллической фазы. Установлено, что с увеличением доли кристаллической составляющей возрастают температуры мартенситных превращений и уменьшается электросопротивление. Изменение сопротивления и кинетики фазовых превращений, по-видимому, обусловлены переходом

структуры от нанокристаллической к микрокристаллической с увеличением содержания кристаллической фазы.

4.4.1.2. Методом компьютерного моделирования изучить возможность залечивания радиационных дефектов путем многократного термоциклирования в интервале температур, не превышающих температуру облучения.

Методом компьютерного моделирования в одномерной модели решена задача об изменении радиуса дислокационной петли межузельного типа в процессе многократных закалок облученного нейтронами металла при зарождении и исчезновении неравновесных вакансий.

4.4.1.3. Выполнить комплексное исследование упругих свойств и релаксационных характеристик наноконпозиционных материалов на основе детонационных наноалмазов методом ультразвуковой резонансной спектроскопии.

Проведены исследования температурной зависимости внутреннего трения и модуля Юнга образцов наноалмаза с пироуглеродом, облученном различными флюенсами быстрых нейтронов реактора. Показано, что наблюдаемые релаксационные зависимости могут быть объяснены в рамках представлений о перераспределении примесных атомов и радиационных дефектов, вводимых облучением, вдоль границ зерен наноалмаза под действием знакопеременной внешней нагрузки.

4.4.1.4. Исследовать влияние отжига на акустическую эмиссию в сплаве TiNi с памятью формы.

Проведены эксперименты по регистрации акустической эмиссии, возникающей при термоциклировании образцов из TiNi. Установлено, что при нагреве наблюдается увеличение активности АЭ в диапазоне температур, соответствующем мартенситному превращению. При охлаждении активность АЭ остается на уровне

4.4.1.5. Низкотемпературная петля на реакторе ВВР-М: провести тестовые измерения параметров измерительной сборки с магниточувствительными датчиками в процессе облучения в гелиевой петле на реакторе ВВР-М.

Для исследования параметров датчиков магнитного поля в рамках проекта ИТЭР разработана методика дистанционного измерения эффекта Холла и температуры на образцах сенсоров во время облучения в канале ВТСР реактора ВВР-М.

4.4.2. Исследование строения и физической природы радиационных дефектов в аморфно-кристаллических материалах методами рассеяния холодных нейтронов.

- 4.4.2.1. Модернизация экспериментального оборудования для выполнения задач:**
- разработка, конструирование и изготовление модулей для размещения образцов в зоне реактора ВВР-М с целью облучения быстрыми нейтронами;
 - создание специализированного узла образца малоуглового нейтронного дифрактометра для проведения структурных исследований облученных материалов;
 - расчет и оптимизация условий экспериментов нейтронного рассеяния по параметрам углового разрешения, плотности потока нейтронов на образцах с учетом их поглощающей и рассеивающей способности для холодных нейтронов;

Для задач исследований физической природы радиационных дефектов в аморфно-кристаллических материалах методами рассеяния нейтронов проведена модернизация

экспериментального оборудования: разработаны, сконструированы и изготовлены специализированные модули для размещения образцов в зоне реактора ВВР-М с целью облучения быстрыми нейтронами с энергиями $E \sim 0.1-1$ МэВ. Конструкция модулей предусматривала экранирование образцов от воздействия потока медленных нейтронов (кадмиевые экраны), попадания воды первого контура с радиоактивными ионами, минимизацию активирования материала модуля ионизирующими излучениями в зоне реактора. Для постановки экспериментов по малоугловому рассеянию нейтронов на облученных материалах разработан и создан специализированный узел образца, удовлетворяющий конструктивным требованиям работы в составе дифрактометра “Мембрана-2” (возможности юстировки по горизонтали и вертикали с точностью ± 0.1 мм, угловой юстировки вокруг вертикальной оси (± 0.1 угл. градуса), нормам радиационной безопасности (предупреждение радиоактивных загрязнений окружающего оборудования, уровень радиационного фона).

С учетом геометрии дефектов (точечные, линейные, глобулярные), физической природы (аморфизированные области, индуцированные облучением дислокации, поры, фрактальные структуры, возникающие при каскадных процессах и т.д. (рис. 1) и сечений различных типов радиационных дефектов проведено моделирование экспериментов рассеяний холодных нейтронов на указанных типах дефектов с учетом реальных условий (мощность реактора и плотность потока холодных нейтронов, уровень фона, возможности коллимирования пучков, требования соблюдения режима однократного рассеяния при наличии поглощения и некогерентного рассеяния ядрами элементов, состав образцов). Схема образования различных типов дефектов в кристаллическом кварце (точечные, линейные, глобулярные) при облучении его нейтронами представлена на рис. 2. Проведенные исследования позволили определить характерную минимальную объемную долю наноразмерных радиационных дефектов ($\sim 10^{-5}$) при которой возможно получение достоверной структурной информации (Рис. 3).

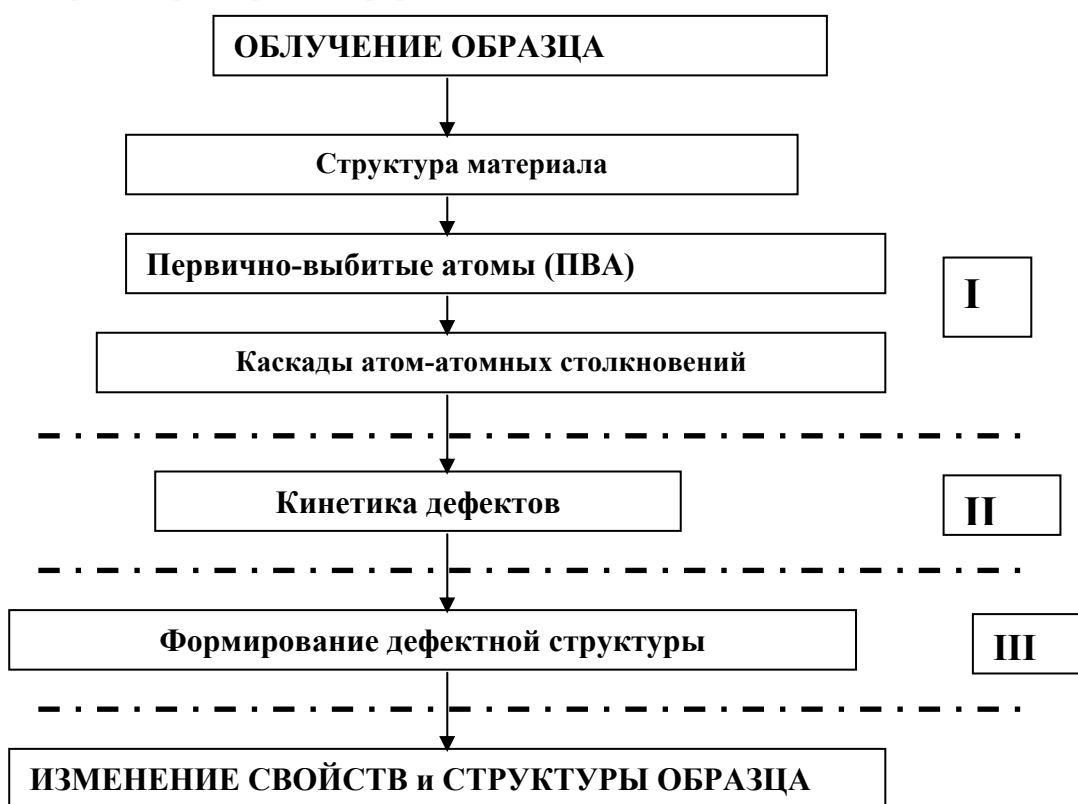


Рис. 1. Схема основных стадий радиационной повреждаемости материалов: I - динамическая стадия, II – диффузионная стадия, III – стадия эволюции стоков (аннигиляция дефектов, поглощение мелких дефектов более крупными).

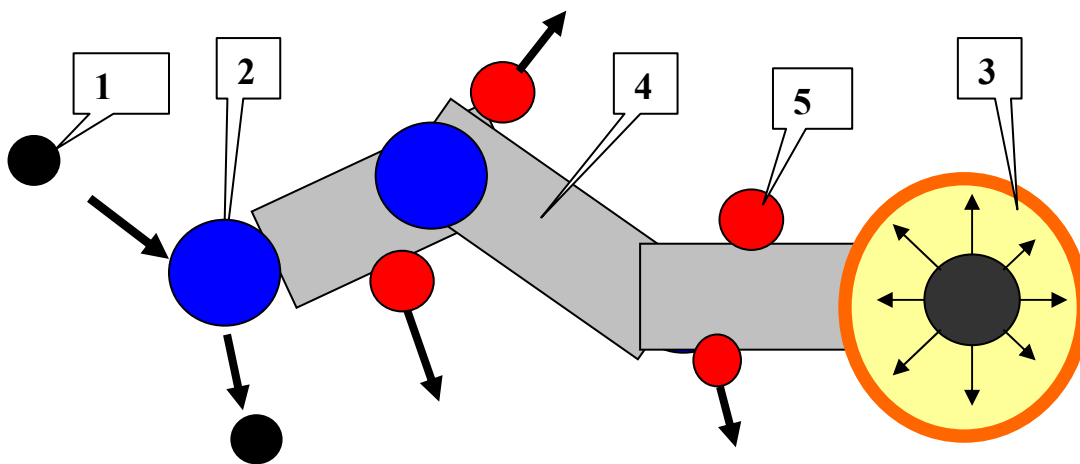


Рис. 2. Схема каскадного процесса при облучении кристалла SiO₂ быстрыми нейтронами ($E_n \sim 1$ МэВ): 1 – налетающий нейтрон; 2 – выбитый из решетки атом (Si или O); 3 – аморфизированная область («пик смещения» или глобула радиусом до 50 нм); 4 – протяженные дефекты (каналы радиусом 2-3 нм); 5 – точечные дефекты объемом ~ 1 нм³.

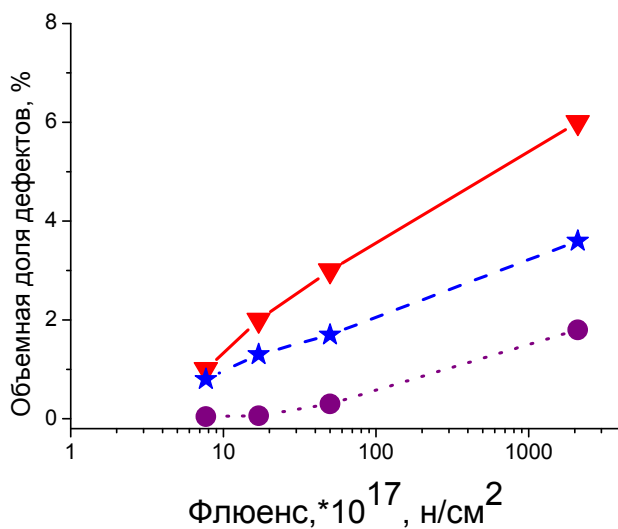


Рис. 3. Зависимость объемной доли дефектов в облученном кварце от флюенса нейтронов: кружки – объемные дефекты с $R_G \sim 50$ нм, звездочки – протяженные дефекты - каналы радиусом $r = 2-3$ нм, треугольники вниз – точечные дефекты (пары Френкеля) объемом 1 нм³.

4.4.2.2. Постановка экспериментов по изучению структуры исходных (необлученных) образцов в диапазоне пространственных масштабов 1-100 нм.

В диапазоне пространственных масштабов 1-100 нм проведены нейтронные эксперименты по изучению структуры исходных (необлученных) образцов конструкционных материалов ядерных реакторов (сплавы САВ-1, Al-Mg-Si, защитные оболочки тепловыделяющих элементов, трубопроводы, баки, экспериментальные каналы, конструкции в активной зоне реакторов), работающих в широком диапазоне радиационных полей, обладающих комплексом функциональных свойств (физико-химические, механические, радиационные) и низкой степенью активации при облучении в сочетании с высокой коррозионной стойкостью в пароводяных средах, но подверженные явлениям старения и имеющие низкую температуру плавления. Фазовый состав сплавов (авиали) зависит от соотношения концентраций основных легирующих элементов (магний, кремний), основными фазами в сплаве САВ-1 являются $\alpha(\text{Al})+\text{Mg}_2\text{Si}+\text{Si}$. При облучении сплава САВ-1 в результате ядерных реакций с нейтронами происходит увеличение содержания кремния. Взаимодействуя с атомами в составе сплава, кремний может изменить соотношение фаз и

вызвать напряжения, способствующие появлению микропор (трещин) и ухудшению прочностных свойств материала. По этой причине важно изучение надатомной структуры сплавов с целью диагностики такого рода дефектов как предвестников разрушения материала.

В результате исследований методом малоуглового рассеяния нейтронов образцов сплава САВ-1 (исходного необлученного) показано (рис. 4), что наблюдаемые высокие значения сечений рассеяния связаны с наличием в материале наноразмерных пор радиусами $R \sim 5-50$ нм (рис. 5), тогда как для возможных включений фаз Mg_2Si и Si факторы контраста и предельные объемные доли приводят к оценкам сечений на 2 порядка меньше наблюдаемых в эксперименте.

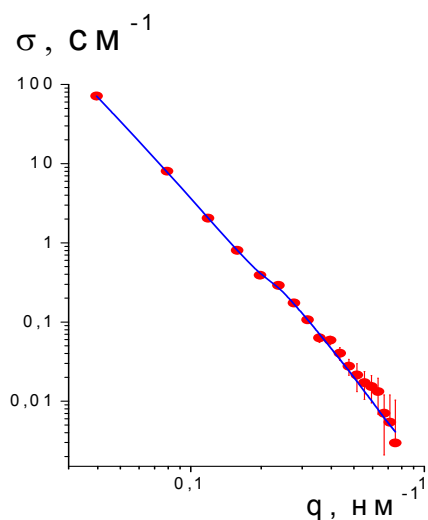


Рис. 4. Сечения рассеяния для необлученного образца сплава САВ-1 (Al-Mg-Si) в зависимости от переданного нейтронного импульса. Кривые – функции аппроксимации, соответствующие распределениям рассеивающих частиц по размерам (рис. 2)

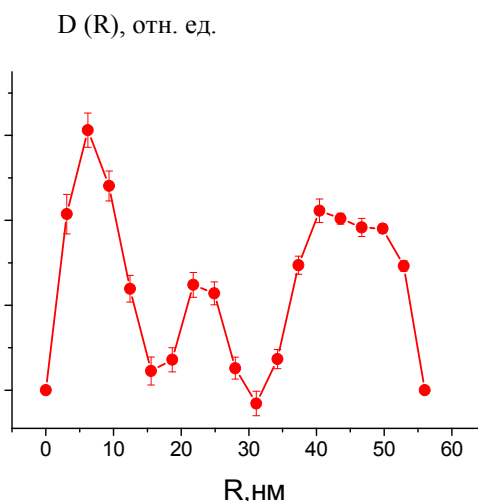
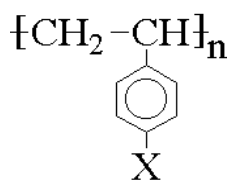


Рис. 5. Объемные доли $D(R) = (4\pi/3)R^3N(R)$ рассеивающих объектов в приближении однородных сфер радиуса R в необлученном (исходном) образце сплава САВ-1, где функция $N(R)$ характеризует число объектов определенного радиуса R .

Выполнены разработка и проектирование модулей детекторного блока для решения задач исследования наноструктур в диапазоне масштабов $\sim 1-100$ нм и области переданных импульсов $q \sim 0.03-2$ нм⁻¹ при использовании нейтронов с длиной волны от 0.3-1.0 нм в условиях варьирования базы образец-детектор (0.50 – 7.68 м) и замены детекторов (одномерный – двумерный). Работы выполнены на основании тестовых измерений рассеяния нейтронов на полимерах и других наноструктурах (тетрафторэтилен в блоке с ламеллярными кристаллами из цепей в складчатой конформации, толщина ламелей ~ 10 нм, межцепное расстояние ~ 0.5 нм; феррожидкости на основе магнетита с низкомолекулярным и полимерным поверхностно-активным веществом типа плуроника, растворы иономеров). В тестовых опытах определено пространственное разрешение двумерного детектора (~ 2 мм по осям X,Y), в ходе опытов на стандартном образце (слой легкой воды 1 мм) - эффективность регистрации нейтронов в зависимости от координат в плоскости детектора (200x200 мм²). Для извлечения максимальной информации о структуре образцов разработаны комбинированные методы анализа данных рассеяния, сочетающие моделирование в импульсном пространстве и пространстве координат (приближение гауссовых цепей, модифицированных моделей мицелл, везикул, решеточных кластеров макромолекул, сеток).

Проведены эксперименты по малоугловому рассеянию нейтронов в растворах иономеров сульфированного полистирола (степень полимеризации ~ 1000) с ионогенными группами

SO₃Na и SO₃H (молярное содержание групп 1-4 %). Структура сульфированного мономерного звена показана на схеме ниже, где заместителем (X) может являться группа SO₃Na или SO₃H.



С использованием восстановления пространственных корреляционных функций, установлена связь структурных превращений иономеров на молекулярном и надмолекулярном уровнях с химической природой и содержанием ионогенных групп. Показано, что иономер испытывают конформационный переход клубок-глобула при малой доле групп SO₃Na (1.35 %), взаимодействующих через электрические дипольные потенциалы, а увеличение доли групп до 2.6 % ведет к сборке сегментов цепи в мицеллоподобный сферический слой с группами внутри. Внедрение в цепи SO₃H-групп усиливает процессы внутренней ассоциации и вызывает превращение макромолекул в мицеллоподобные частицы. При доле SO₃H-групп 2.6 %, частицы образуют цепные кластеры, а при сульфировании до 4.47 % создают в растворе высокоупорядоченные трехмерные структуры - фрагменты простой кубической решетки (рис.6).

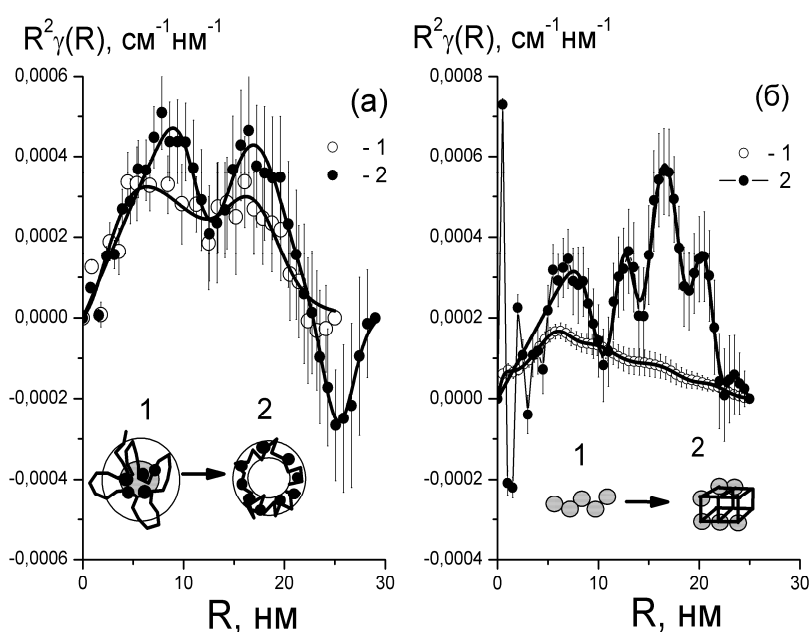


Рис.6. Корреляционные функции иономеров в хлороформе зависимости от радиуса молекулярных корреляций: (а) 1 и 2 – образцы СПС-Na-1 и СПС-Na-2 (содержание групп SO₃Na - 1.35 и 2.6 % мол.) на вставке внизу показано изменение структуры макромолекулы при увеличении содержания групп SO₃Na; (б) 1 и 2 – образцы СПС-H-1 и СПС-H-2 (содержание групп SO₃H - 2.6 и 4.47 % мол.), на вставке внизу: 1 – цепные агрегаты мицелл СПС-H-1; 2 – фрагменты простой кубической решетки из мицелл СПС-H-2. Линии – функции аппроксимации (1), (2) (а) и (3), (4) (б).

Публикации:

1. Лебедев В.Т., Мельников А.Б., Виноградова Л.В., Торок Д. Нейтронные исследования самоорганизации в растворах иономеров на основе сульфированного полистирола. // Высокомолек. соед. А. 2009. Т. 51. № 3. С. 407-413.
2. Лебедев В.Т., Мельников А.Б., Виноградова Л.В., Торок Д. Особенности внутри- и межмолекулярной организации иономеров сульфополистирола в растворах по данным нейтронного рассеяния. // Высокомолек. соед. А. 2009. Т. 51. № 4. С. 572-581.
3. Лебедев В.Т., Орлова Д.Н., Мельников А.Б., Виноградова Л.В. Исследование ассоциации иономеров сульфополистирола с варьируемым содержанием ионогенных групп методом рассеяния холодных нейтронов в D-толуоле. Журнал прикладной химии. 2009. Т. 82. № 4. С. 661-668.
4. Лебедев В.Т., Орлова Д.Н., Мельников А.Б., Виноградова Л.В. Нейтронные исследования самоорганизации иономеров сульфополистирола с варьируемым содержанием ионогенных групп в толуоле. // Высокомолек. соед. А. 2009. Т. 51. № 9. С. 1587-1596.

Проект 4.5

Фазовые переходы в материалах с колоссальным магнетосопротивлением

К.ф.-м.н. В.А.Рыжов, В.П.Хавронин,
к.ф.-м.н. Ю.П.Черненко, к.ф.-м.н. А.В.Лазута,
к.ф.-м.н. О.П.Смирнов, д.ф.-м.н. С.М.Дунаевский,
к.ф.-м.н. С.В. Григорьев.

4.5.1. Комплексное изучение фазовых переходов в манганитах, обладающих свойством КМС, со структурой, близкой к кубической.

Выполненные исследования магнитных свойств (линейной и нелинейной восприимчивостей, электронного магнитного резонанса) псевдокубического $\text{La}_{0.82}\text{Ca}_{0.18}\text{MnO}_3$ манганита с ферромагнитным (Ф) диэлектрическим основным состоянием подтвердили предположение о необычности фазового перехода парамагнетик-ферромагнетик (П-Ф) в этом соединении. Как и в ранее исследованных $\text{Nd}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$ ($x = 0.23, 0.25$) и нестехиометрическом $\text{La}_{0.88}\text{MnO}_3$ манганитах П-Ф переход в данном манганите начинается как переход второго рода, затем ниже $T^* > T_C$ образуется гетерофазное магнитное состояние: в парамагнитной матрице возникают ферромагнитные кластеры с квазиметаллической проводимостью. Этот результат является важным аргументом в пользу универсальности данного сценария П-Ф перехода в манганитах с Ф основным состоянием, как правило, обладающих свойством колоссального магнетосопротивления (КМС) вблизи T_C . Данный сценарий перехода играет, видимо, существенную роль в формировании КМС.

Проведенные исследования полевых и температурных зависимостей нелинейной восприимчивости второго порядка в температурной области трансформации симметричной петли гистерезиса в несимметричную в $\text{La}_{0.78}\text{Ca}_{0.22}\text{MnO}_3$ манганите показали, что при изменении частоты развертки постоянного магнитного поля в технически доступном диапазоне (от 10 до 1 Гц) не наблюдается изменения этого эффекта при ее понижении. Для окончательной проверки сделанного предположения, что данный эффект связан с повышением блокирующей температуры ферромагнитных кластеров, нелинейный отклик которых соответствует не суперпарамагнитному, а блокирующему режиму, требуется модернизация техники, обеспечивающей развертку H , для обеспечения низких частот развертки (до 10^{-3} Гц) и приемника установки для расширения полосы его пропускания в области низких частот. Это планируется на этапе 2010 г.

Запланированные исследования малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов на обоих образцах перенесены на более поздний срок, после окончания модернизации блока детекторов.

Выполнена обработка экспериментальных данных для линейной и нелинейной восприимчивостей, магнитного резонанса и электросопротивления, полученных на обладающих КМС псевдокубических манганитах $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.2; 0.22$) с диэлектрическим основным состоянием и переходом диэлектрик-металл соответственно.

Публикации.

Результаты доложены на II Международном, Междисциплинарном Симпозиуме «Среды со Структурным и Магнитным Упорядочением» (MULTIFERROICS-2) и опубликованы в его трудах.

В.А. Рыжов, А.В. Лазута, В.П. Хавронин, П.Л. Молканов, Я.М. Муковский, Д.А. Шулятев. Фазовый переход парамагнетик-ферромагнетик и транспортные свойства монокристалла $\text{La}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{MnO}_3$. Proceedings of the International meeting Multiferroic-2009, 23-28 September 2009, Rostov-on-Don-Loo, Russia, p. 134-137.

Заканчивается подготовка журнальной статьи.

4.5.1.1. Обработка полученных на псевдокубических манганитах $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x = 0.2; 0.22$) экспериментальных данных для линейной и нелинейной восприимчивостей, электронного магнитного резонанса, нейтронной дифракции и подготовка публикации.

Выполнены исследования фазового перехода из парамагнитного (П) в ферромагнитное (Ф) состояние в псевдокубическом $\text{La}_{0.82}\text{Ca}_{0.18}\text{MnO}_3$ манганите. Уровень его допирования соответствовал области вблизи границы появления Ф упорядочения вместо антиферромагнитного при сохранении диэлектрического основного состояния. Целью исследования была проверка универсальности обнаруженного ранее в $\text{Nd}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$ (NdBa) манганитах сценария необычного П-Ф перехода с образованием гетерофазного магнитного состояния выше температуры Кюри, T_C , в этой области фазовой диаграммы широко исследуемой $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ (LaCa) системы. Исследование второй гармоники намагниченности продольного нелинейного отклика M_2 в области радиочастот ($f_{excitation} = 15.7$ МГц) показало образование Ф кластеров ниже $T^* \approx 230 \text{ K} > T_C \approx 173(3) \text{ K}$ (определена из данных M_2) в процессе развития перехода второго рода в парамагнитной матрице. В отличие от NdBa манганитов в данном составе LaCa системы, как и в ранее исследованных $x = 0.2; 0.22$ составах, образование Ф кластеров начинается лишь немного ниже температуры начала перехода второго рода в парамагнитной матрице ($\approx 240 \text{ K}$), которая детектируется по появлению характерного сигнала $M_2(H)$.

Зависимость электросопротивления от температуры в $\text{La}_{0.82}\text{Ca}_{0.18}\text{MnO}_3$ имеет особенность вблизи T_C , что свидетельствует, как и в случае NdBa манганитов, о формировании подсистемы Ф кластеров с квазиметаллической проводимостью. Ниже T_C образец остается в диэлектрическом состоянии.

Зависимость линейной восприимчивости $\chi(T)$ в области низких частот ($f_{excitation} = 95$ кГц) показывает два экстремума: (i) вблизи T_C ; (ii) вблизи температуры структурного перехода ($T_{эктр} \approx 90 \text{ K}$), известной из литературных данных.

Данные третьей гармоники намагниченности в области низких частот ($f_{excitation} = 20$ кГц) свидетельствуют о протекании ниже T_C и вплоть до температуры структурного перехода процесса доменообразования, который сопровождается сложной трансформацией петли полевого гистерезиса в $M_2(H)$ зависимостях.

Данные электронного магнитного резонанса (ЭМР) свидетельствуют также о развитии перехода второго рода в парамагнитной матрице: в спектрах присутствует один лоренциан до $T \approx 180 \text{ K}$. Ниже этой температуры относительный объем Ф кластерной фазы становится достаточным для появления от нее сигнала ферромагнитного резонанса (двух дополнительных лоренцианов) и спектр ЭМР (с учетом сигнала от парамагнитной матрицы) описывается тремя лоренцианами. Этот результат подтверждает образование Ф кластеров в парамагнитной матрице выше T_C . Ниже T_C парамагнитная матрица упорядочивается и трудно учитываемое размагничивание не позволило продолжить количественную обработку результатов.

Проведение экспериментов по исследованию деполяризации поляризованных нейтронов на $\text{La}_{0.82}\text{Ca}_{0.18}\text{MnO}_3$ перенесено на более поздний срок в связи с проводимыми работами по модернизации нейтронных детекторов.

4.5.1.2. Исследования полевых и температурных зависимостей линейной и нелинейной восприимчивостей и малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов $\text{La}_{0.78}\text{Ca}_{0.22}\text{MnO}_3$ манганита в критической области выше температуры Кюри, где образуется неоднородное состояние (ферромагнитные кластеры в парамагнитной матрице), для поиска физических причин трансформации симметричной петли гистерезиса в несимметричную в зависимостях восприимчивости второго порядка от H . Это необычное поведение было обнаружено при выполнении плана предыдущего этапа.

В исследованиях полевых и температурных зависимостей второй гармоники намагниченности $M_2(H, T)$ продольного нелинейного отклика в области радиочастот ($f_{excitation} = 15.7$ МГц) на монокристалле $\text{La}_{0.78}\text{Ca}_{0.22}\text{MnO}_3$, проведенных при выполнении плана предыдущего этапа (этап 2008 г.) было найдено, что ниже температуры $T^* \approx 239$ К $> T_C \approx 189$ К образуются Φ кластеры в парамагнитной матрице с развивающимся переходом второго рода. Этот состав испытывает переход диэлектрик-металл (Д-М) при $T_{Д-М} \approx 200.7$ К $> T_C$. При образовании концентрация кластеров мала и они не взаимодействуют друг с другом. Тем не менее, их поведение не соответствует суперпарамагнитному режиму, поскольку сигнал от них обладает петлей H -гистерезиса (она является симметричной) и остаточной намагниченностью. Как отмечено в работе [Lazuta A.V., et al. *Funct. Mater.* **15** (2008) 178], это возможно в случае, когда Φ кластеры находятся при температуре ниже блокирующей температуры, определяемой объемом кластера и эффективной магнитной анизотропией (Φ момент кластера ориентирован вдоль оси анизотропии и изменение знака H должно сопровождаться изменением направления момента). Поведение системы в блокирующем режиме зависит от экспериментальных условий (времени измерений, применения внешнего поля и т.д.). В данных экспериментах использовалась частота сканирования постоянного поля H , $f_H = 10$ Гц. Было найдено, что при дальнейшем понижении температуры ниже $T_{ns} \approx 217$ К петля H -гистерезиса трансформировалась в несимметричную (кривая обратного хода по H при инверсии относительно точки $H = 0$ переставала совпадать с кривой прямого хода). При приближении к T_C критический сигнал от матрицы становился преувеличивающим и ниже 191 К вклад сигнала от Φ кластеров в $\text{Re}M_2$ становился пренебрежимо малым, а сигнал $\text{Re}M_2$ - безгистерезисным. В $\text{Im}M_2$ компоненте вклад сигнала от кластеров оставался заметным, но петля H -гистерезиса (ниже 191 К) становилась симметричной. Однако ниже T_C при $T < 175$ К симметрия петли гистерезиса снова нарушалась в обоих фазовых компонентах. Задачей этапа 2009 г. было проверить: сохранится ли режим с несимметричной петлей гистерезиса при понижении частоты сканирования H ? Предполагалось, что ниже T_{ns} возможно образование Φ кластеров большего объема за счет частичной перколяции, поскольку эта температура близка к температуре Д-М перехода. Это будет приводить к существенному увеличению времени переворота момента Φ кластера при изменении знака H . Можно ожидать, что уменьшение скорости развертки H скомпенсирует это увеличение и симметрия петли гистерезиса восстановится.

Проведенные исследования полевых и температурных зависимостей $M_2(H, T)$ при технически доступном в настоящее время диапазоне изменения частоты сканирования постоянного поля от 10 до 1 Гц не позволили получить симметричную петлю гистерезиса сигнала от Φ кластеров из несимметричной в зависимостях $M_2(H)$ в соответствующих температурных областях. Вопрос о физической причине образования несимметричной петли остается открытым и для получения ответа на него требуется техническая модернизация установки, обеспечивающая возможность регистрации зависимостей $M_2(H, T)$ при изменении частоты сканирования f_H от 10 Гц до 10^{-3} Гц, что будет внесено в план 2010 г.

Проведение экспериментов по исследованию деполяризации поляризованных нейтронов на $\text{La}_{0.78}\text{Ca}_{0.22}\text{MnO}_3$ перенесено на более поздний срок в связи с проводимыми работами по модернизации нейтронных детекторов.

4.5.1.3. Комплексное исследование фазового перехода из парамагнитного (П) в ферромагнитное (Ф) состояние в псевдокубическом манганите $\text{La}_{0.82}\text{Ca}_{0.18}\text{MnO}_3$ с уровнем допирования вблизи образования вблизи границы появления Ф упорядочения вместо антиферромагнитного для проверки универсальности найденного в $\text{Nd}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$ системе сценария необычного П-Ф перехода с образованием гетерофазного магнитного состояния выше T_C в этой области фазовой диаграммы:

- i) линейной и нелинейной восприимчивостей;**
- ii) электронного магнитного резонанса в X-диапазоне;**
- iii) малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов.**

Выполнена обработка экспериментальных данных для линейной и нелинейной восприимчивостей, магнитного резонанса и электросопротивления, полученных на обладающих КМС псевдокубических манганитах $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.2$; 0.22) с диэлектрическим основным состоянием и переходом диэлектрик-металл соответственно.

4.5.1.4. Выполнить расчеты возможных ступенчатых магнитных структур легированных манганитов стехиометрических составов

Выполнены расчеты возможных ступенчатых структур легированных манганитов стехиометрических составов.

Дополнительно к этому пункту плана на 2009г. рассмотрены манганиты (мультиферроики), в упорядоченной магнитной структуре которых может возникать спонтанный магнитный момент (ферроэлектричество). По этой теме был прочитан доклад (“Ferroelectricity in doped manganites”) на международной конференции “Функциональные материалы” (ICFM-2009, Partenit, Crimea, Ukraina). Статья с аналогичным названием выйдет в 2010 году в журнале “Functional Materials”.

Нами методом сильной связи выполнены расчёты спектра ϵ_g электронов $E(k)$ и соответствующих плотностей состояний для различных ферромагнитных (ФМ) ступенчатых цепочек атомов марганца, содержащих от двух до восьми атомов в одномерной элементарной ячейке. В результате вычислений получены значения концентрации носителей, при которых в антиферромагнитных (АФ) структурах, состоящих из рассмотренных цепочек, может возникнуть состояние “зонного” изолятора.

Наибольший интерес представляют результаты расчета магнитной структуры, состоящей из одномерных симметричных ФМ ступенчатых (3×3) цепочек, поскольку при одновременном учете двойного обмена и деформации кислородных октаэдров в такой магнитной структуре возможно возникновение гигантской спонтанной поляризации P , вызванной дополнительным смещением ионов кислорода, принадлежащих ферромагнитной цепочке (Рис.1). Для СЕ структуры поляризация 2D элементарной ячейки обращается в ноль, однако для магнитной структуры на основе (3×3) цепочек вектор спонтанной поляризации P снова отличен от нуля. В предположении, что смещения ионов кислорода по сравнению с Е структурой не изменились, легко показать, что для манганита $\text{La}_{1/3}\text{Ca}_{2/3}\text{MnO}_3$ спонтанная поляризация может иметь гигантское значение $P_{(3 \times 3)} = P_{(1 \times 1)} / 3 \approx 0.2 - 4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, сравнимое со значением поляризации в традиционных сегнетоэлектриках.

Публикации

1. С. М. Дунаевский, В. В. Дериглазов. Взаимосвязь магнитной структуры и состояния “зонного” диэлектрика в легированных манганитах, ФТТ **52**, 2010 (в печати).
2. А.А. Григорькин, С. М. Дунаевский. Оптическое поглощение в нанотрубке со спиральной симметрией при продольной поляризации излучения, ФТТ **51**, 403-409, 2009.
3. Dunaevsky S.M. Ferroelectricity in doped manganites, Abstracts of International Conference “Functional Materials”, p.217, 2009
4. Chabanenko V. et al. and Dunaevsky S Dynamics of charge system and phase separation in half-doped manganites, Abstracts of International Conference “Functional Materials”, p.150, 2009

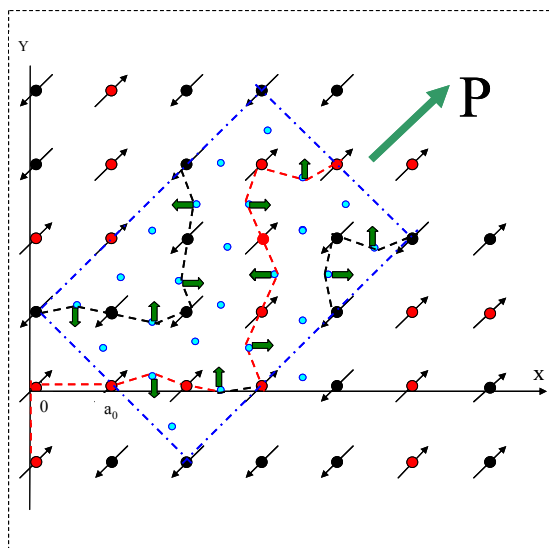


Рис.1 Возникновение **спонтанной поляризации P** вследствие смещения атомов кислорода (жирные стрелки), принадлежащих только цепочкам (3×3), которые обозначены пунктиром. Атомы кислорода показаны только внутри 2D элементарной ячейки (штрих-пунктир).
 $P(3 \times 3) = P(1 \times 1) / 3 \approx 0.2 - 4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$.

4.5.1.5. Исследование явления гигантского магнитосопротивления в пленках Co/SiO₂, напыленных на полупроводящую подложку

4.5.1.5.1. Исследование гигантского инжекционного магниторезистивного эффекта в гранулированных пленках Co(SiO₂) на подложке GaAs и Si методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Изучена зависимость инжекционного магниторезистивного эффекта от материала подложки методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Исследованы профили намагниченности вглубь гетероструктур SiO₂ (Co 70 ат. %)/GaAs и SiO₂ (Co 70 ат. %)/Si. Было установлено существенное влияние интерфейса на распределение намагниченности вглубь гетероструктуры. Кроме того обнаружено, что при комнатной температуре и при одном и том же значении внешнего магнитного поля средняя намагниченность гранулированной пленки, нанесенной на GaAs подложку, в 3 раза выше, чем в случае Si подложки.

Проект 4.6

Исследования надмолекулярной структуры композиционных полимерных материалов и сегнетокерамик нового поколения

ФИАН им.П.Н. Лебедева, к.ф.-м.н.С.П. Кузнецов

4.6.1. Исследования надмолекулярной структуры (НМС) композиционного материала на основе полиэтилена и наночастиц слоистого природного минерала монтмориллонита.

Известно, что введение слоистых нанонаполнителей в полимерную матрицу позволяет существенно улучшить макросвойства композиционного материала. Ранее [2], рассеяние очень холодных нейтронов (ОХН) было применено для исследования наноструктуры композиционного материала ПЭ/ММТ в процессе создания метода полимеризационной эксфолиации. В результате было показано, что практически полное разрушение (эксфолиация) слоистой структуры ММТ достигается при определенном сочетании катализатора и интеркалятора. Созданный материал представлял собой ПЭ наполненный тонкими (практически однослойными) наночастицами ММТ). Оказалось, что введение всего 1-3 объемных процентов монтмориллонита позволяет существенно понизить (по сравнению с полиэтиленом) газопроницаемость и горючесть полученного композита и повысить его термостабильность. В этом году методом рассеяния ОХН проведены исследования наноструктуры образцов ПЭ/ММТ полученных более простым методом плавления смеси полимер/наполнитель под давлением и в присутствии специальных связующих агентов на основе малеинированного полиэтилена высокой плотности (Polybond 3109 и Polybond 3009) [3].

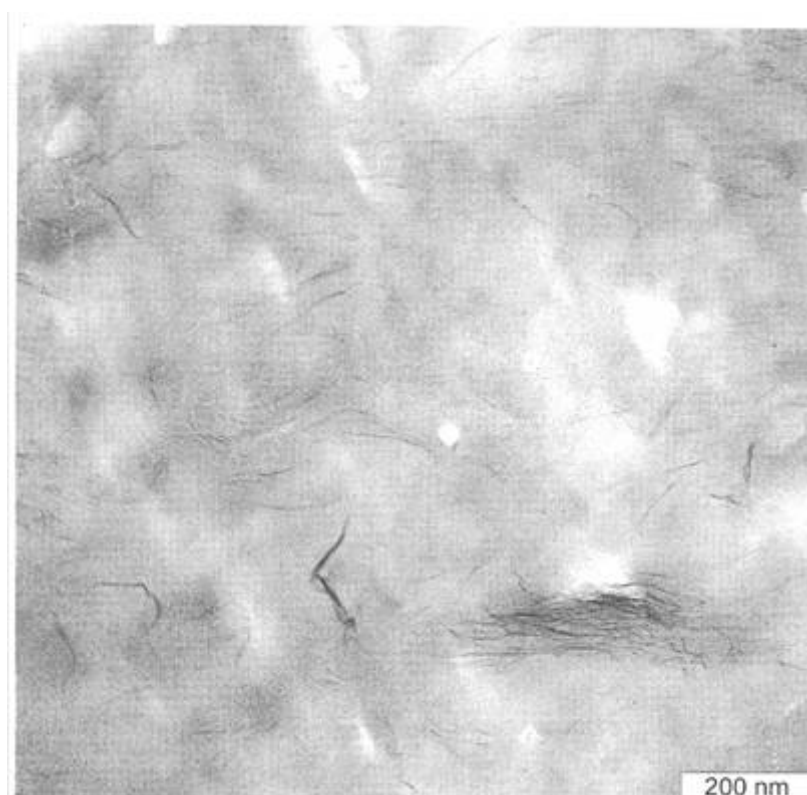


Рис.1 Электронно-микроскопический (ЭМ) снимок структуры композита ПЭ/ММТ

На рис.1 представлен ЭМ снимок структуры композита ПЭ/ММТ. Главная особенность этой структуры – одновременное наличие единичных однослойных наночастиц

ММТ и крупных частиц с неэкслоирированной структурой. Основная задача, которая решалась с помощью метода рассеяния ОХН заключалась в определении степени эксфолиации слоистой структуры наполнителя.

Для описания рассеяния ОХН на наночастицах ММТ использовалась зависимость, полученная для сечения рассеяния ОХН на изолированных тонких дисках.

$$\Sigma_{\text{НМС}} = 4 \pi \cdot V \cdot \phi \frac{\text{Tau}^2}{k^2 \cdot R^2} \left[\ln \left(\frac{1}{\sin(\theta)} \right) - \int_{2 \cdot k \cdot R \cdot \sin(\theta_d)}^{2 \cdot k \cdot R} \left(\frac{J_1(2x)}{x^2} \right) dx \right]$$

где V – объем рассеивателя, k – модуль волнового вектора нейтрона, ϕ – объемная доля изолированных дисков в образце, $\text{Tau} = \Delta N b$, N – плотность ядер, b – амплитуда когерентного рассеяния нейтронов на ядрах образца, θ_d – угловой размер детектора, R – радиус диска.

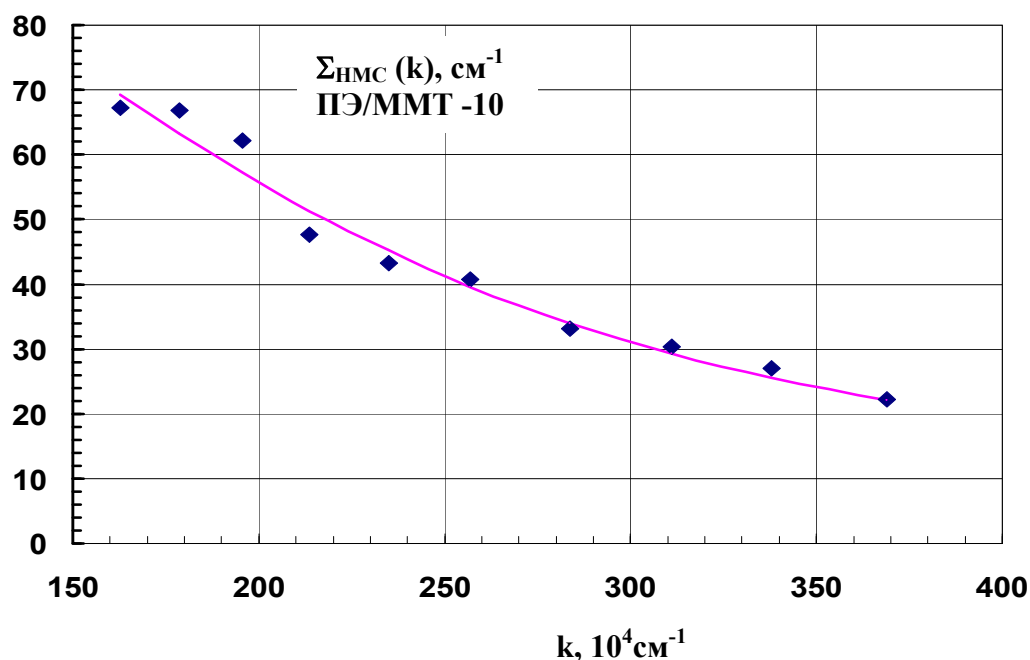


Рис. 2 Экспериментальная (◆) и теоретическая (-) зависимости $\Sigma_{\text{НМС}}(k)$, полученные для образца ПЭ/ММТ (PE-10).

Типичные экспериментальная и теоретическая зависимости $\Sigma_{\text{НМС}}(k)$, полученные методом рассеяния ОХН представлены на рис.2. Сравнение этих зависимостей позволило определить степень эксфолиации слоистой структуры ММТ в композите. Наблюдение за разрушением слоистой структуры ММТ осуществлялось также с помощью рентгеновской дифракции. Исчезновение дифракционного пика соответствующего межслоевому расстоянию в структуре ММТ свидетельствовало о полной эксфолиации структуры. Основные результаты исследований представлены в таблице 1. Показано [4,5], что полная эксфолиация достигается при использовании метода полимеризационного наполнения и при использовании полибонда в качестве полимерной матрицы. Высокая степень эксфолиации достигается также при использовании РВ3009 в образце с объемной концентрацией наполнителя 1,6%. При увеличении концентрации наполнителя и при использовании РВ 3109 с низкой молекулярной массой степень эксфолиации уменьшается.

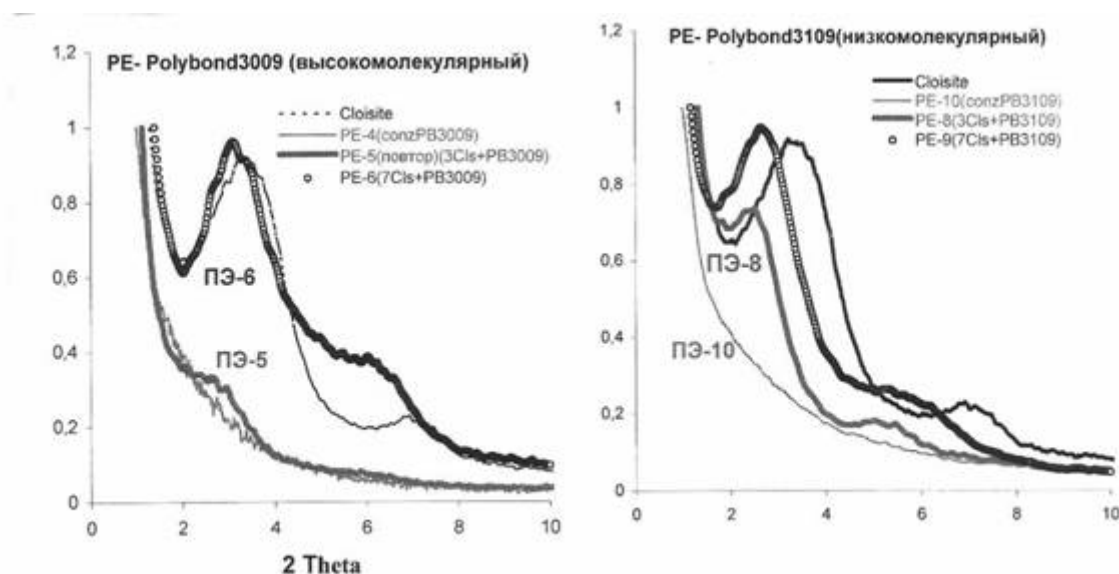


Рис.3 Рентгеновские дифракционные пики соответствующие Межслоевому расстоянию в ММТ.

Таблица 1 Степень эксфолиации в зависимости от концентрации наполнителя типа и концентрации связующего агента

Образец	Полная доля наполнителя, χ	ϕ , % (ОХН)	Степень эксфолиации ϕ/χ , %	Связующий агент, Polybond (PB)		Дифракционный пик
				тип	доля, %	
PE-20	0.5	0.45	90	-	0	нет
PE-10	1.6	1.54	97	PB3109	100	нет
PE-8	1.6	0.83	50	PB3109	8	есть
PE-5	1.6	1.0	65	PB3009	8	слабый
PE-6	3.8	1.52	58	PB3009	19	есть

4.6.3. Исследования НМС композиционного материала на основе полипропилена наполненного частицами наногرافита.

Введение углеродных нанонаполнителей в полимерную матрицу является перспективным направлением в процессе создании новых материалов с улучшенными макросвойствами. Использование многослойных углеродных нанотрубок, в частности, приводит к созданию многофункционального материала с высоким модулем упругости и большой электро- и теплопроводностью. Ранее [6] рассеяние ОХН было использовано для исследования однородности распределения нанотрубок в полимерной матрице, поскольку макросвойства композита зависят от параметров этого распределения. В 2009 году начаты исследования наноструктуры композиционного материала на основе полипропилена (ПП) и наногرافита (НГ- однослойные (графен) и многослойные наночастицы графита). На рис. 4

представлен ЭМ снимок структуры композита НГ/ПП. Структура характеризуется наличием скрученных и расплавленных изолированных и агломерированных слоистых частиц НГ.

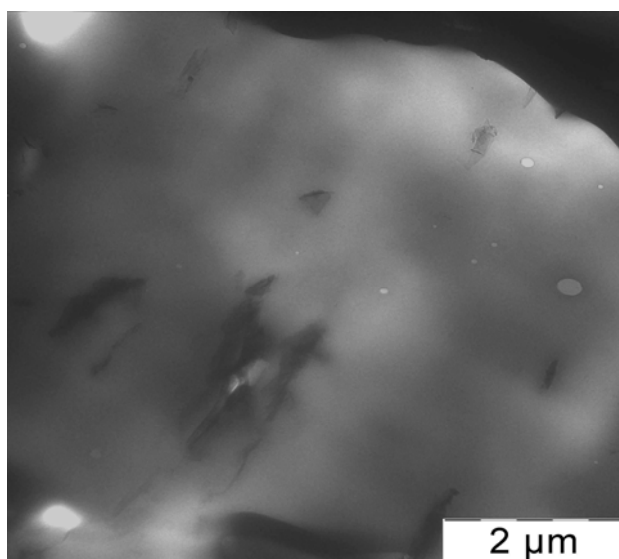


Рис. 4. ЭМ снимок композиционного материала НГ/ПП.

Для описания рассеяния ОХН на столь сложной НМС в качестве первого приближения мы попытались использовать корреляционные функции диска и структуры фрактального типа [5]. На рис.3 представлены экспериментальная и теоретическая зависимости $\Sigma_{\text{НМС}}(V)$, полученные для рассеяния ОХН на образце НГ/ПП (№3) с концентрацией наполнителя 5,7%.

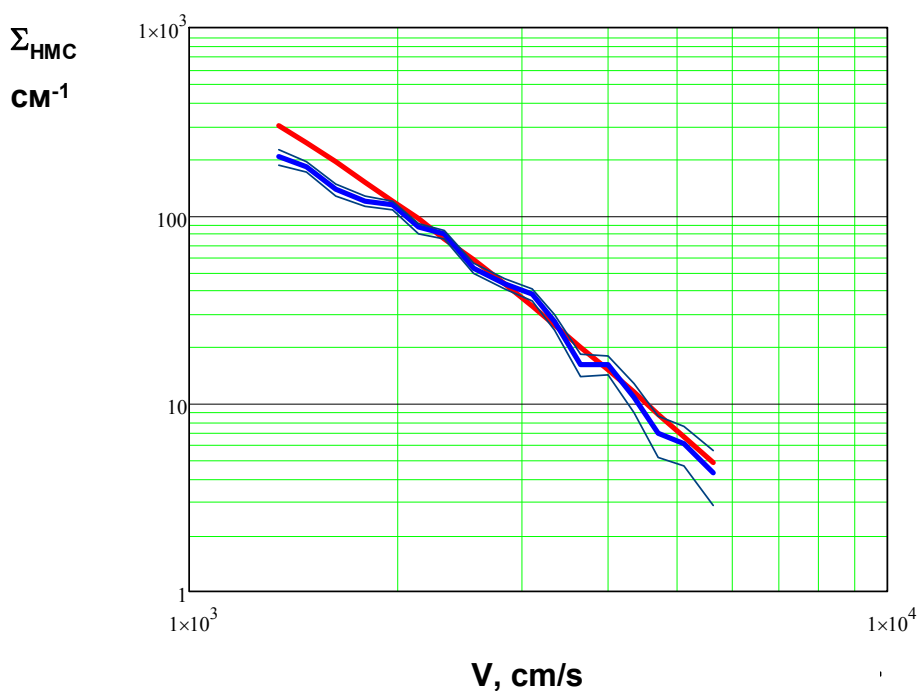


Рис. 5 Экспериментальная (-) и теоретическая (-) зависимости $\Sigma_{\text{НМС}}(V)$, полученные для рассеяния ОХН на образце НГ/ПП (№3).

Полученные результаты представлены в Таблице 2.

Таблица 2. Параметры образцов НГ/ПП полученные методом рассеяния ОХН

Образец	Наполнение, Объемные %	D, фрактальная размерность	H, нм средняя толщина частицы	ϕ_1 , % объемная доля изолированных дисков	ϕ_2 , % объемная доля фракталов
НГ/ПП - 1	2,5	2,8	50	0,25	1,5
НГ/ПП - 2	3,9	2,8	50	0,4	2,0
НГ/ПП - 3	5,7	2,8	50	0,6	2,0

Обращает на себя внимание завышенная, на наш взгляд, фрактальная размерность, определяемая плотностью упаковки фрактальной структуры, несоответствие объемной доли рассеивателей полному объему наполнителя. Дальнейшие перспективы этого направления исследований связаны с поиском корреляционных функций более адекватно описывающих структуру НГ/ПП.

Модернизация вакуумной системы спектрометра.

Все экспериментальные зависимости $\Sigma_{\text{нмс}}(k)$ были получены на спектрометре ОХН разработанном в ФИАН [1] и установленном на реакторе ИРТ МИФИ. Все основные блоки спектрометра вакуумируются с целью уменьшения поглощения ОХН на 6-ти метровой пролетной базе от прерывателя до образца. В этом году была произведена модернизация безмасляной откачной системы спектрометра. Замена магниторазрядных насосов на турбомолекулярный позволила отказаться от предварительной откачки цеолитовыми насосами, привела к уменьшению времени выхода на рабочий вакуум и повысила производительность спектрометра.

Литература

- [1] А.В. Антонов, А.И. Исаков, С.П. Кузнецов, И.В. Мешков, А.Д. Перекрестенко, А.В. Шелагин. Физика твердого тела, **26**, 1585-1587 (1984)
- [2] Н. Ю. Ковалева, П. Н. Бревнов, В. Г. Гринев, С. П. Кузнецов, И. В. Позднякова, С. Н. Чвалун, Е. А. Синевич и Л. А. Новокшонова, Высокомолекулярные соединения, Т. 46А, №. 6, 651 (2004)
- [3] S. P. Kuznetsov , I. L. Dubnikova, V. S. Litvin, I.V. Meshkov, A.V. Shelagin, A. I. Udovenko, Determination of polyolefin based composites nano structure parameters by very cold neutrons scattering, The book of abstracts, Eleventh annual conference YUCOMAT 2009, Herceg Novi, Montenegro, August 31 – September 4, 2009, P.65 (2009)
- [4] S. P. Kuznetsov , I. L. Dubnikova, V. S. Litvin, I.V. Meshkov, A.V. Shelagin, A. I. Udovenko, Determination of polyolefin based composites nano structure parameters by very cold neutrons scattering, Acta Physica Polonica A (by Institute of Physics, Polish Academy of Sciences), (2009) in print
- [5] С. П. Кузнецов, И. Л. Дубникова, В. С. Литвин, И. В. Мешков, А. И. Удовенко, А. В. Шелагин, Исследование параметров наноструктуры композиционных материалов на основе полиолефинов методом рассеяния очень холодных нейтронов, тезисы доклада на VII Национальной конференции "Рентгеновское, Синхротронное излучения, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-Био-Инфо-Когнитивные технологии" (РСНЭ-НБИК 2009), Москва, 16-21 ноября 2009 г.
- [6] Irina L. Dubnikova, Evgeniya V. Kuvardina, Vadim G. Krasheninnikov, Sergey M. Lomakin, Igor A. Tchmutin, Sergey P. Kuznetsov, The effect of multiwalled carbon nanotubes dimensions and surface modification on the morphology and properties of polypropylene - based composites, Journal of Applied Polymer Science (2009) in print.

Проект 4.7

Изучение структуры и динамики молекулярных и надмолекулярных биологических комплексов методами рассеяния нейтронов

К.ф.-м.н. В.В. Исаев-Иванов,
к.б.н. М.В. Филатов, проф. В.А. Трунов

Впервые предложено решение прямой задачи – компьютерный расчет кривых малоуглового рассеяния нейтронов (МРН) и функций распределения по расстояниям (ФРР) для произвольной упаковки нуклеосом в супернуклеосомную структуру хроматина ядер эукариот высших. В отчетный период разрабатывались алгоритмы построения геометрии супернуклеосомных структур хроматина (до миллиона нуклеосом), позволяющие описать все возможные степени его конформационной подвижности и алгоритмы расчета спектра МРН и функции распределения парных расстояний методом Монте-Карло для физической модели нуклеосомы **на основе полноатомной структуры нуклеосомы (PDB 1KX5)**. При этом конформация нуклеосомы считалась фиксированной. В режиме свободной генерации параметры интерфейса выбирались случайным образом, с запретом самопересечений. Режим генерации в объеме накладывает еще одно ограничение, сферическую или кубическую стенку с бесконечным потенциалом. Для полученных супернуклеосомных структур хроматина были получены первые расчетные спектры МРН и функции распределения парных расстояний и показана их зависимость от плотности структуры.

- С использованием возможностей нейтронного малоуглового рассеяния, проведено сравнительное исследование факторов, способствующих дестабилизации нуклеосомной организации хроматина в ядрах клеток эритроцитов курицы и лейкоцитов селезенки крыс и ядрах клеток человека HeLa и линии A238 хомяка (характерный размер нуклеосом и межнуклеосомные расстояния) ;

За отчетный период обрабатывались препаративные процедуры выделения нативных целых ядер из клеток эритроцитов курицы, лейкоцитов селезенки крыс, HeLa и линии A238 для измерений с помощью малоуглового рентгеновского и нейтронного рассеяния. В этих клетках, по сравнению с контролем осуществлялась дестабилизация нуклеосомной организации хроматина в составе ядер с помощью обработки РНК-зой, путем подавления транскрипции (обработка актиномицином А, или амантином), ингибирования АТФ-зависимой перестройки хроматина (обработка новобиоцином), ингибирования деацетилаз (обработка бутиратом натрия). В качестве одного из контролей происходящих изменений в структуре исследуемых ядер использовалась атомная силовая микроскопия (АСМ). На рисунке 1 приведены 3-х мерные изображения ядер эритроцитов курицы и ядер клеток HeLa в нативном состоянии и после удаления из состава хроматина исследуемых ядер РНК путем обработки их РНК-зой. Видно, что обработка РНК-зой не влияет на структуру хроматина в составе ядер клеток эритроцитов курицы и приводит к существенным изменениям в структуре хроматина ядер клеток HeLa. Используя разложение изображений АСМ по полиномам Цернике, была сделана оценка средней величины корпантментов на ядрах клеток HeLa, обработанных РНК-зой. Эта величина составила порядка 500 нм.

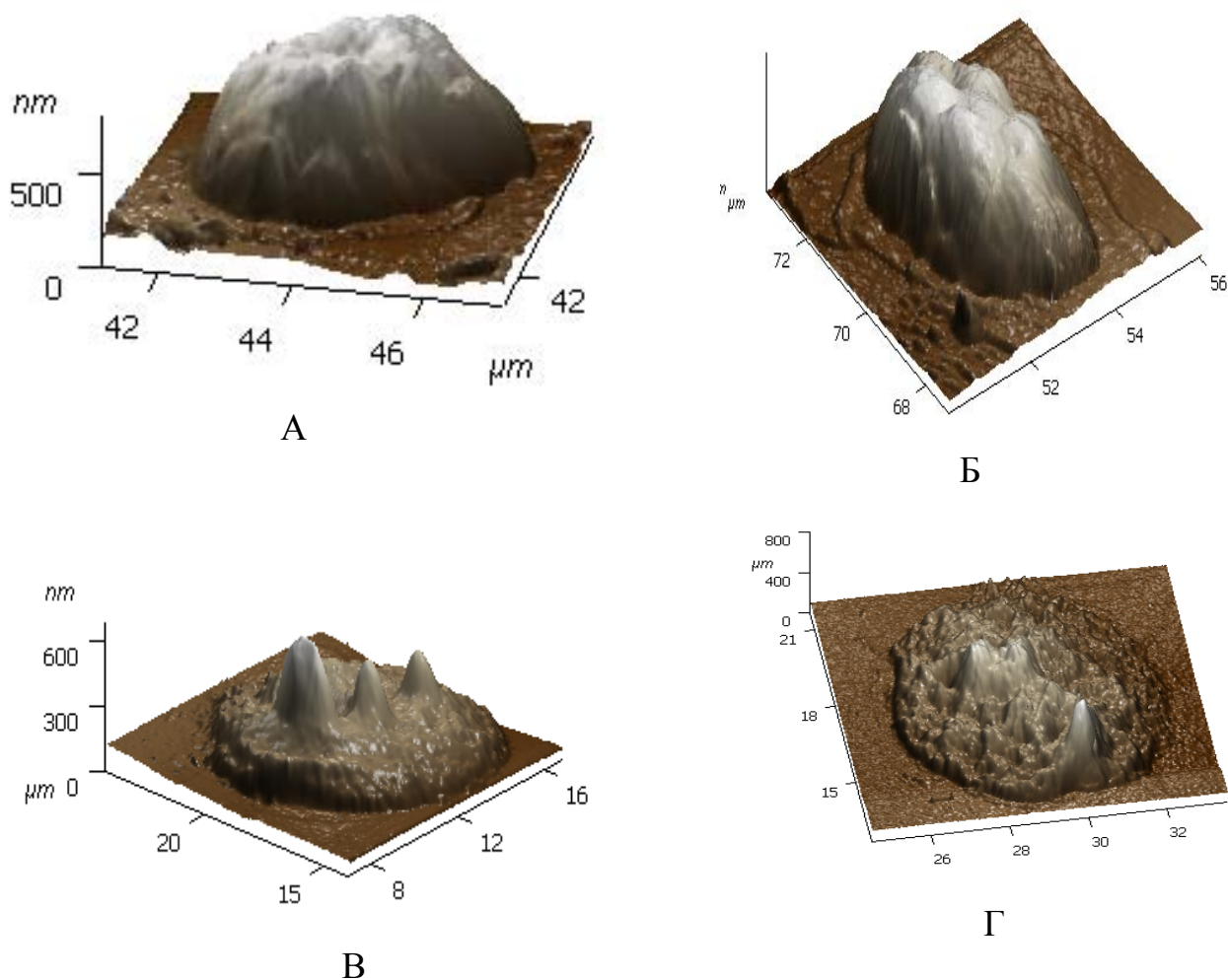


Рис. 1 - Трехмерное представление АСМ-изображений: А – ядро клетки эритроцитов курицы, Б - ядро клетки эритроцитов курицы после обработки РНК-зой, В - ядро клетки HeLa, Г - ядро клетки HeLa после обработки РНК-зой (удаления РНК)

В связи с остановкой реактора ИБР-2 в ОИЯИ (Дубна, Россия) и прекращением действия Соглашения между Россией и Францией об использовании исследовательского реактора в Институте Лауэ-Ланжевена (Гренобль), в отчетный период экспериментальные измерения на установках малоуглового рассеяния нейтронов были ограничены.

На рис. 2 приведены кривые малоуглового рассеяния нейтронов полученные на установке малоуглового рассеяния KWS-2, расположенной на реакторе FRM II (Мюнхен, Германия). Измерения были проведены на ядрах клеток эритроцитов курицы (ЯЭК), аденокарциномы шейки матки человека HeLa, фибробластов китайского хомячка A238, выделенных из нативных клеток, и на ЯЭК обработанных РНК-зой, в диапазоне рассеянных векторов Q от 0.0025 до 0.2 \AA^{-1} , соответствующих нуклеосомной структуре хроматина клеток высших эукариот. Видно, что также как и в измерениях на АСМ структура ЯЭК не испытывает изменений при обработке РНК-зой. Для исследований ядер клеток HeLa и линии A238 необходимы дополнительные измерения на малоугловых установках по рассеянию нейтронов и рентгеновского рассеяния.

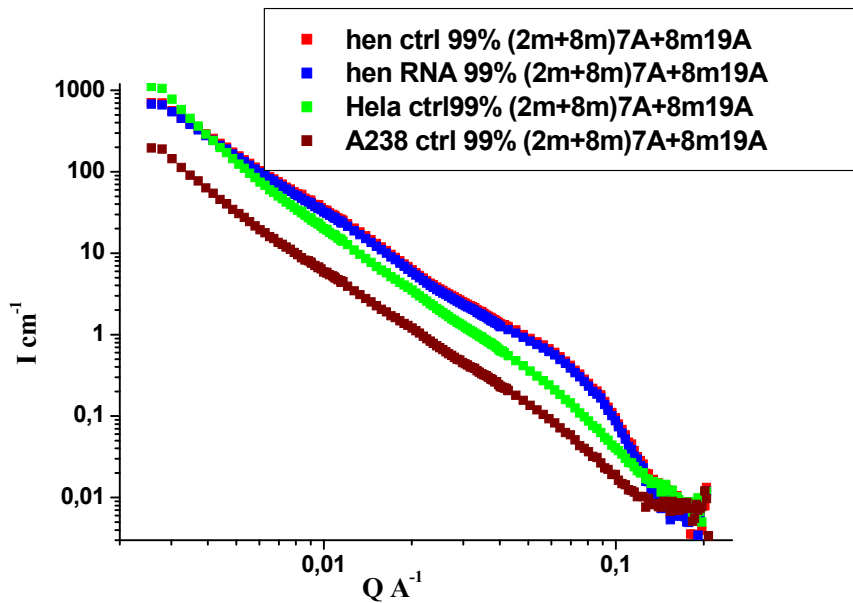


Рис. 2. Кривые малоуглового рассеяния нейтронов на контрольных ядрах клеток эритроцитов курицы, клеток HeLa, клеток линии A238 хомяка и ядрах клеток эритроцитов курицы, обработанных РНК-зой.

Путем контрастирования проведено исследование модели фрактальной организации структуры ДНК клеточных ядер и оценка возможности применения формализма, описывающего поведение полимеров в растворе к описанию поведения ДНК в клеточных ядрах;

Если оставаться в рамках основной парадигмы молекулярной биологии о связи структуры и функции, то необходимо отметить, что, понимая, как работают, те или иные гены в составе генома, мы не знаем общих принципов упаковки этого генома в структуру хроматина ядра. Тем более мы не знаем общих принципов транспорта низкомолекулярных соединений и макромолекулярных комплексов в клеточном ядре. Такое положение приводит к попыткам создания структурных моделей, которые бы позволили объяснить особенности транспорта в ядре. Иными словами, нет формального языка, на котором можно говорить об упаковке хроматина в интегральном смысле. В то же время, ДНК является полимером и, в принципе, к ней можно применять весь формализм полимерной науки. Но, как хорошо известно, ДНК в ядре клетки это не ДНК в растворе. В клеточном ядре ДНК находится в составе нуклеопротеидного комплекса, в который, кроме ДНК, входит белковая компонента. Эти составляющие, в основном белковая компонента, меняют баланс сил притяжения и отталкивания в объемных взаимодействиях между элементами полимерной цепи ДНК по сравнению с раствором свободной ДНК и ДНК компактизуется таким образом, что концентрация ее в ядре клетки превышает растворимость в буфере на два порядка величины.

Методом, который позволяет получать информацию об общих принципах организации упаковки хроматина в ядрах высших в нативных или близких к ним условиях, пусть и с невысоким уровнем разрешения структуры, является метод малоуглового рассеяния нейтронов (МРН). Кроме того, этот метод позволяет получить информацию об организации белковой компоненты хроматина ядер высших и нуклеиновой компоненты отдельно, если изменять контраст растворителя, меняя соотношение D_2O/H_2O . Современные спектрометры МРН позволяют измерять интенсивности рассеяния нейтронов в широком диапазоне векторов рассеяния $Q = (4\pi \sin \theta/2)/\lambda$ от $\sim 5 \cdot 10^{-1} \text{ \AA}^{-1}$ до $7 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}^{-1}$ (θ – угол рассеяния, λ – длина волны нейтронов). Этот диапазон Q соответствует линейным размерам рассеиваемых объектов ($L = 2\pi/Q$), от $\sim 10 \text{ \AA}$ до 10 мкм и таким образом перекрывает всю иерархию структуры хроматина от внутринуклеосомной до ядра как целого.

Нами в работах [1,2] было показано, что использование тандема установок МРН KWS-2 и KWS-3 (Юлих, Германия), путем «сшивки» кривых рассеяния нейтронов, позволяет перекрыть весь диапазон размеров структуры хроматина, от внутринуклеосомной до размеров ядра как целого. Эти результаты были получены на ядрах эритроцитов курицы (ЯЭК), выделенных в условиях сохраняющих структуру ядра близкой к нативной. Такие измерения, выполненные с использованием техники контрастирования, показали, что в рамках метода МРН структура хроматина ЯЭК, в порядках организации выше нуклеосомного, носит фрактальный характер. При этом нуклеиновая компонента хроматина ЯЭК (ДНК + РНК) имеет бифазный характер на участке фрактального режима кривой МРН с точкой кроссовера в области $Q \sim 2 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$ ($\sim 300 \text{ нм}$).

В отчетный период нами была проведена обработка и систематизация экспериментальных данных по малоугловому рассеянию нейтронов на ядрах эритроцитов курицы (ЯЭК) и ядрах лимфоцитов крыс (ЯЛК), полученные в диапазоне величин векторов рассеяния Q от $1.5 \cdot 10^{-1} \text{ \AA}^{-1}$ до $7 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$ (L от 4 нм до 1 мкм). В этих измерениях использовались спектрометры ЮМО (Дубна, Россия) и D-11 (Гренобль, Франция). Измерения кривых МРН на спектрометре D11 были проведены для ЯЭК и ЯЛК, как выделенных из контрольных ядер, так и выделенных из клеток, подвергнутых при жизни обработке EtBr, облучению γ -квантами и обработке РНК-зой. Для всех типов ядер измерения проводились при трех соотношениях D_2O/H_2O : 99%, 65% и 40% содержания D_2O . Точке компенсации нуклеиновой компоненты хроматина соответствует 65% содержания D_2O и кривые МРН несут, в этом случае, информацию о структуре белковой компоненты хроматина. 40% содержания D_2O соответствуют точке компенсации белка, и кривые МРН, соответственно, несут информацию о структуре нуклеиновой компоненты хроматина [3].

С целью контроля результатов измерений выполненных в разное время на различных установках МРН, на Рис. 3 приведены кривые МРН для ЯЭК, полученные на установках ЮМО, D11 и KWS-2 + KWS-3. Из приведенного рисунка видно, что кривые МРН, полученные в различное время на разных спектрометрах, с точностью до ошибки, совпадают. Из этого следует, что, во-первых, препаративные процедуры выделения и стабилизации исследуемых ядер хорошо воспроизводятся. Во-вторых, технические параметры использованных спектрометров и предварительная обработка кривых МРН выполняемая для разных спектрометров, включающая калибровку и сшивку участков кривой рассеяния, полученных при разном положении детектора, также позволяют получать воспроизводимые результаты.

Как видно из Рис.3, кривая МРН ЯЭК, полученная на спектрометре D11, перекрывает только часть диапазона переданных импульсов Q по сравнению с кривой МРН, приведенной в [1] для ЯЭК. Диапазон переданных импульсов Q спектрометра D11 включает участок кривой МРН, соответствующий нуклеосомной структуре (область больших Q) и большую часть участка фрактального режима кривой МРН, включая точку кроссовера (область промежуточных Q). Следует отметить, что участок за точкой кроссовера в области малых Q включает лишь небольшое количество точек, которое позволяет все же сделать оценку величины наклона этого участка кривой рассеяния, и, следовательно, фрактальную размерность рассеивающей структуры.

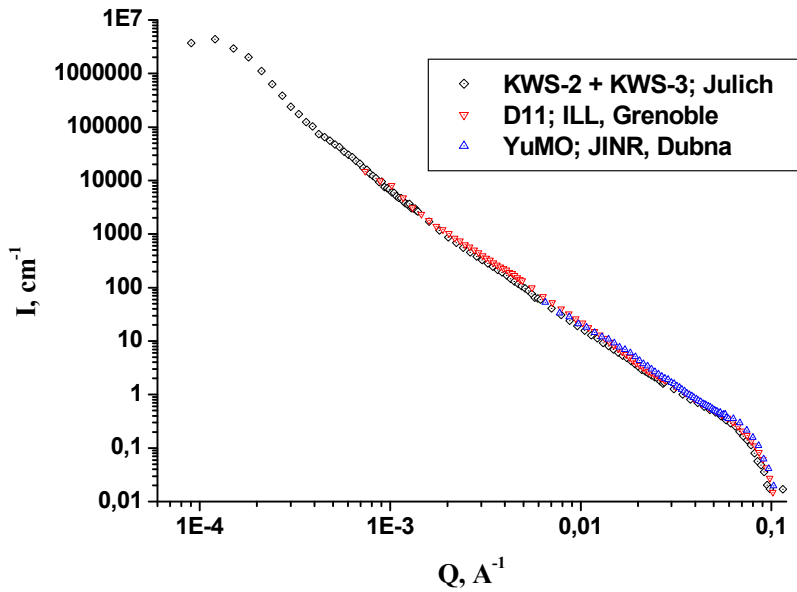
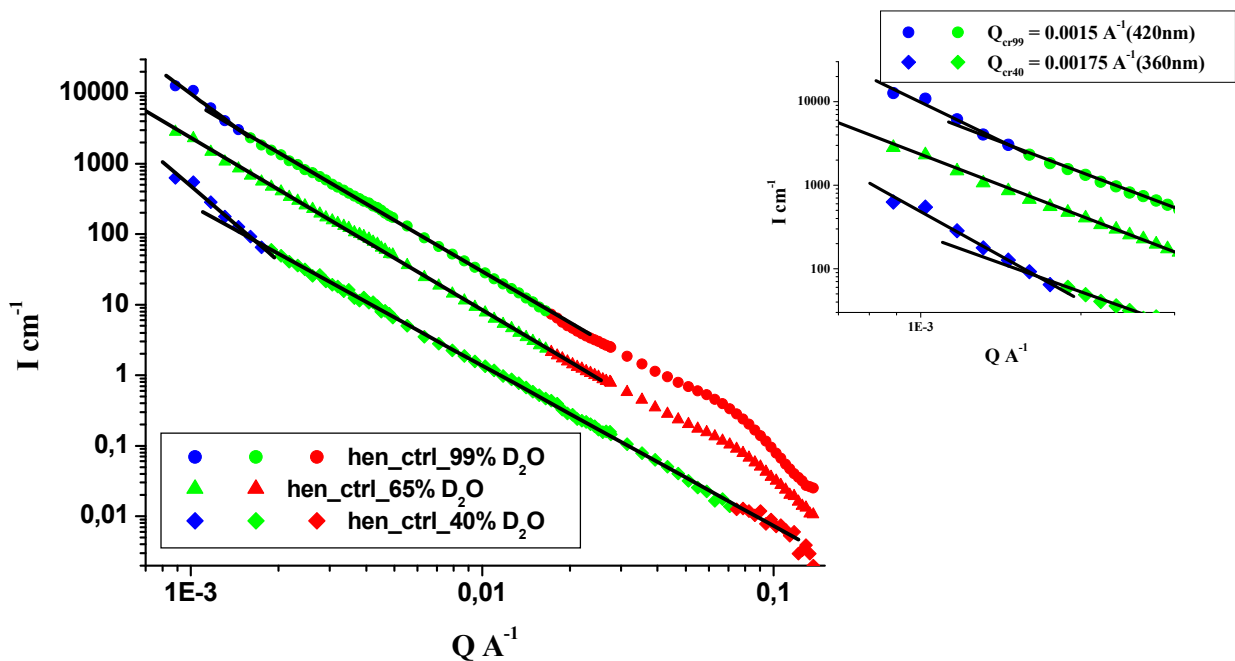
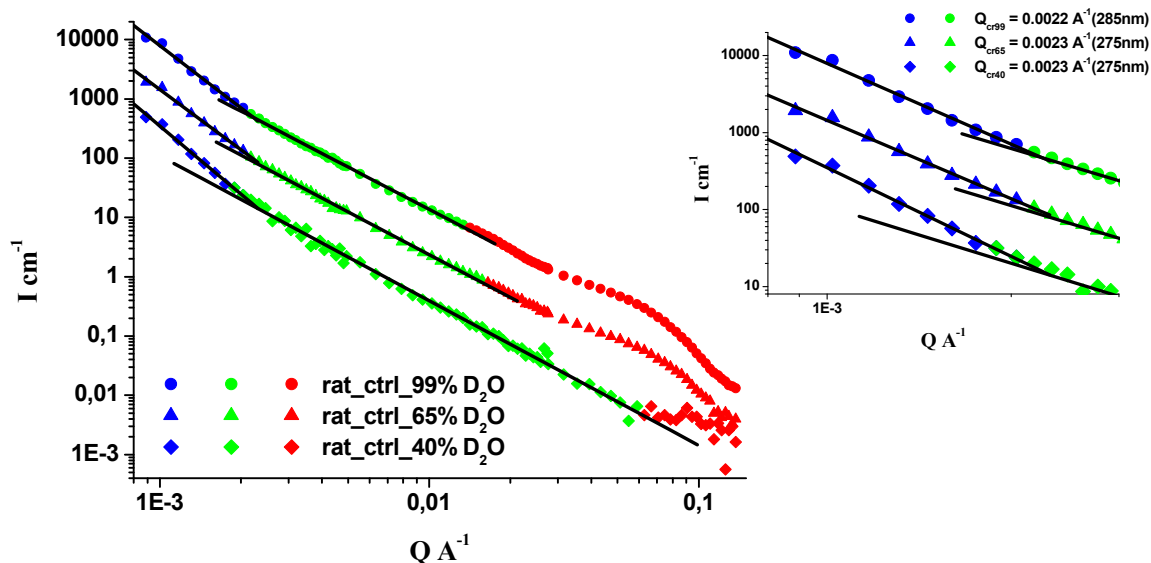


Рис. 3. Сравнение кривых малоуглового рассеяния нейтронов на ЯЭК, полученных на различных спектрометрах

На рис 4А и 4В приведены результаты измерения МРН на ЯЭК и ЯЛК соответственно. Ядра были выделены из клеток, которые не подвергались обработкам, и которые мы будем называть контрольными. Как видно из приведенного рисунка, кривые МРН для обоих типов ядер, при различных условиях контраста, качественно имеют много общего. Кривые, измеренные на ядрах в 99% D₂O, имеют две характерные области – область фрактального режима и область характерную для нуклеосомной структуры хроматина.



A



Б

Рис. 4. Кривые малоуглового рассеяния нейтронов; А – ЯЭК, Б – ЯЛК.

Область фрактального режима кривых МРН для обоих типов ядер имеет точку кроссовера, точку пересечения двух прямых, соответствующих различным типам упаковки хроматина. Кривые на Рис.4А и 4В, соответствующие 65% содержанию D₂O, и несущие информацию о структуре белковой компоненты хроматина, для обоих типов ядер также состоят из двух участков фрактального и нуклеосомного. Но при этом содержании D₂O, кривые отличаются друг от друга в области фрактального режима. Кривая МРН для ЯЭК, как это было показано и в [1], не имеет точки кроссовера и белковая структура хроматина ЯЭК фрактальна в порядках упаковки выше нуклеосомной, в то время как, кривая МРН для ЯЛК содержит точку кроссовера, как и при 99% D₂O. Нуклеосомные области кривых МРН повторяют по своей форме кривые МРН, измеренные при 99% D₂O для обоих типов ядер. Кривые МРН на Рис.4А и 4В для обоих типов ядер в 40% D₂O, соответствующие нуклеиновой структуре хроматина (ДНК + РНК), не содержат нуклеосомного пика, а представляют собой кривые фрактального режима практически на всем регистрируемом диапазоне переданных импульсов Q. Количественные характеристики фрактальных участков, полученные при обработке экспериментальных кривых для ЯЭК и ЯЛК подвергнутых обработке EtBr, РНК-зой и облучению гамма-квантами содержатся в Таблице 1.

Таблица 1

	Hen99			rat99			
	ctrl	etbr	ga	ctrl	etbr	ga	rnsa
D ₁	3.08	2.8	3.77	3.48	3.15	3.19	3.88
ΔQ ₂	0.0016- 0.0165	-	0.0019- 0.015	0.002- 0.013	0.0019- 0.013	0.0019- 0.015	0.002- 0.011
D ₂	2.41	-	2.43	2.37	2.43	2.23	3.08
Q _{cr}	0.0015	-	0.00175	0.0022	0.002	0.0019	0.0022
R _{cr}	420nm		360nm	285nm	315nm	330nm	285nm

	Hen65			rat65			
D_1	-	-	-	3.37	3.11	2.89	3.61
ΔQ_2	0.0009- 0.0165	0.0009- 0.015	0.0012- 0.018	0.002- 0.0175	0.0019- 0.013	0.0022- 0.018	0.0023- 0.013
D_2	2.44	2.6	2.4	2.4	2.36	2.13	2.69
Q_{cr}	-	-	-	0.0023	0.002	0.0023	0.0023
R_{cr}				275	315	275	275
	Hen40			rat40			
D_1	3.53	2.6	3.64	3.82	2.93	3.06	3.5
ΔQ_2	0.0019- 0.071	0.01- 0.043	0.0025- 0.063	0.0019- 0.059	0.0055- 0.05	0.0025- 0.071	0.0045- 0.055
D_2	2.27	2.11	2.15	2.44	2.06	2.15	2.29
Q_{cr}	0.00175	0.0087	0.0028	0.0023	0.0055	0.0026	0.055
R_{cr}	360	72	225	275	115	240	115

В приведенной таблице параметры ΔQ_1 и ΔQ_2 обозначают диапазон переданных импульсов до точки кроссовера и после нее соответственно, в котором проводилось подгонка кривой МРН линейной функцией. D_1 и D_2 , соответственно обозначают наклон линейных участков кривых МРН до точки кроссовера и после нее. R_1 и R_2 коэффициенты корреляции, полученные при подгонке кривых МРН линейной функцией. Q_{cr} – положение точки кроссовера на оси координат переданных импульсов.

Из данных по контрастированию следует, что двухфазность фрактального режима кривой рассеяния наблюдаемая при 99% D_2O обусловлена двухфазной природой упаковки ДНК в составе хроматина. При этом, в области переданных векторов выше чем точка кроссовера, кривая рассеяния ДНК (40% D_2O) проявляет фрактальный режим с размерностью порядка 2.2 – 2.4, а ниже точки кроссовера размерность фрактального режима больше 3. (Рис.4).

Известно [4], что интенсивность малоуглового рассеяния на случайно ориентированной масс фрактальной частице и вектор рассеяния Q связаны соотношением: $I(Q) \propto Q^{-D_m}$, где D_m размерность масс фрактала. С другой стороны, для цепных полимерных молекул, к которым относится и ДНК хромосом высших, существуют скейлинговые соотношения [5], которые связывают расстояние между концами полимерной цепи и числом мономеров между этими концами выражением $R \propto N^{1/D_c}$, где D_c – «цепная» размерность (“chain” dimensionality). При этом $1/D_c = \nu$, хорошо известный в теории Флори [6] критический показатель (Flory exponent). Другое соотношение связывает массовую размерность полимерной цепи, заключенной в сфере радиуса R с числом мономеров N^{\wedge} , заключенных в этой сфере $R \propto N^{\wedge 1/D_m}$. В пределе при $N^{\wedge} \rightarrow \infty$ две размерности D_c и D_m совпадают [5]. Если применить эти соотношения для наблюдаемой в наших экспериментах двухфазной кривой рассеяния ДНК (40% D_2O), то тогда критический показатель Флори для кривой выше точки кроссовера $\nu_{Q>Q_k}=0.45$, а для кривой рассеяния ниже точки кроссовера $\nu_{Q<Q_k}=1/3$. Согласно той же теории Флори это означает, что ДНК, как полимерная цепь, до размеров $L_K = \sim 450$ nm ближе к Гауссову клубку ($\nu_G=0.5$) с небольшим превышением в объемных взаимодействиях (исключенный объем) сил притяжения над силами отталкивания. На размерах же больших чем L_K упаковка ДНК является глобулярной, и в ней в объемных взаимодействиях преобладают силы притяжения.

- Создано программное обеспечение, позволяющее моделировать фибрилльную укладку нуклеосом типа «соленоид» и «зиг-заг», получать соответствующие модельные кривые рассеяния нейтронов и функции распределения по расстояниям для этих структур и проводить сравнение с экспериментальными кривыми;

С целью трактовки отличий в кривых рассеяния и в функциях распределения по расстояниям, полученных на ядрах из нормальных клеток и из клеток аномально пролиферирующих, злокачественно трансформированных, на предыдущем этапе была впервые начата разработка модели супернуклеосомной структуры хроматина, которая позволяла бы рассчитывать спектры малоуглового рассеяния нейтронов (МРН) и функции распределения по расстояниям (ФРР) для произвольной упаковки нуклеосом в составе хроматина.

На предыдущем этапе был определен минимальный, полный набор параметров, задающих геометрию супернуклеосомной структуры хроматина; на основе этого набора параметров построена геометрическая модель супернуклеосомной структуры хроматина; разработан вычислительно эффективный алгоритм расчета спектров малоуглового рассеяния нейтронов; и построена физическая модель супернуклеосомной структуры хроматина для расчета спектров МРН и ФРР. При этом нуклеосома считалась твердым телом, пространственное положение которого задается координатами центра и тройкой ортогональных векторов, образующих локальную систему координат. Интерфейс с соседними нуклеосомами определялся следующими параметрами: векторы точек входа/выхода ДНК, длина линкера и углы вращения линкера относительно осей локальной системы координат. Спектры МРН вычислялись по классической формуле Дебая. Формальный вид входящих в нее выражений позволил реализовать их на языке Fortran, с последующей алгоритмической оптимизацией.

Поскольку расчеты спектров МРН с помощью формулы Дебая требуют, чтобы объект был представлен совокупностью однородных шаров, имеющих фиксированную плотность, каждая нуклеосома в составе супернуклеосомной структуры хроматина моделировалась совокупностью таких шаров. В соответствии с геометрической моделью определялись центр и ориентация каждой нуклеосомы, а также размеры гистонового кора и днДНК. На основе этих данных, физическая модель нуклеосомы строилась следующим образом: центральная часть – гистоновый кор – моделировалась одним шаром, днДНК – цепочкой взаимно пересекающихся шаров, образующих спираль. В случае белкового кора размер шара соответствует размеру гистонового октамера, а его плотность – известному значению для белков. В случае днДНК естественным размером шаров является диаметр спирали днДНК. Для адекватного описания недискретной структуры соседние шары должны пересекаться. Соотношение между скоростью расчета и качеством аппроксимации спирали совокупностью шаров зависит от конкретных значений параметров пересечения. После предварительных расчетов днДНК в составе нуклеосомы был выбран компромиссный вариант, где центры шаров расположены на спирали, причем линейное смещение центра последующего шара относительно предыдущего составляет половину радиуса шара, с соответствующей нормировкой плотности шаров (рисунок 5).

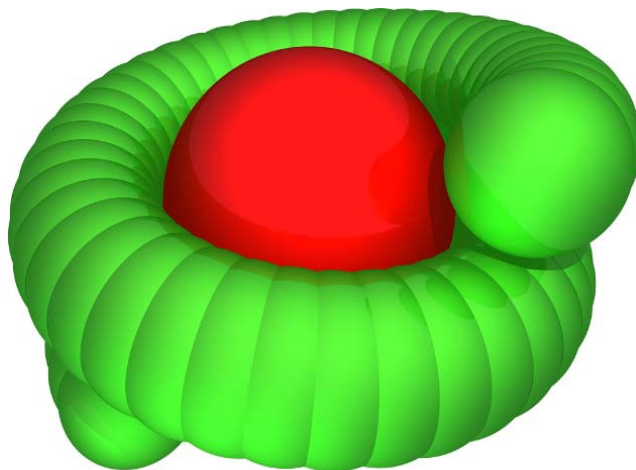


Рис. 5. Физическая модель нуклеосомы в виде совокупности однородных шаров

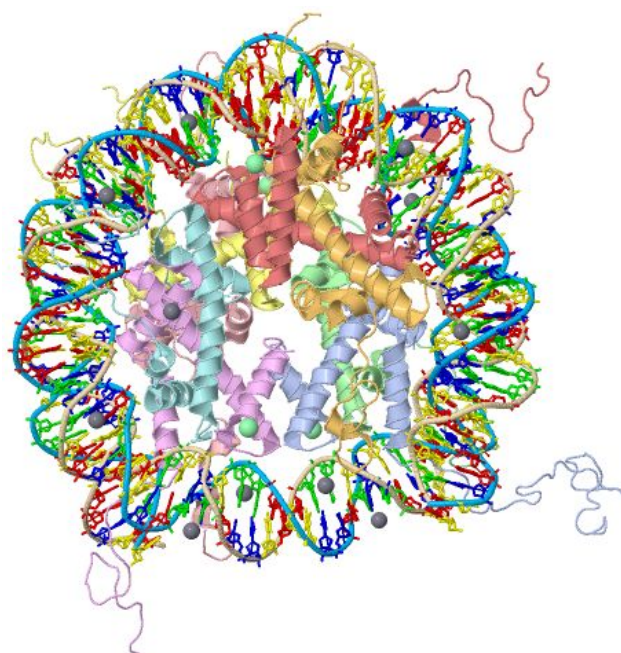


Рис. 6. Структура нуклеосомной частицы с разрешением 1.9Å (PDB 1KX5)

В течение отчетного периода моделирование супернуклеосомной структуры велось с использованием в качестве физической модели полноатомной структуры нуклеосомы приведенной на рисунке 6. (PDB 1KX5); разрабатывались алгоритмы построения геометрии супернуклеосомных структур хроматина (до миллиона нуклеосом), позволяющие описать все возможные степени его конформационной подвижности; алгоритмы расчета спектра МРН и функции распределения парных расстояний методом Монте-Карло. При этом конформация нуклеосомы считалась фиксированной. В режиме свободной генерации параметры интерфейса выбирались случайным образом, с запретом самопересечений; режим генерации в объеме накладывает еще одно ограничение, сферическую или кубическую стенку с бесконечным потенциалом. Для полученных супернуклеосомных структур хроматина были получены первые расчетные спектры МРН и функции распределения парных расстояний и показана их зависимость от плотности структуры.

Как видно из Рис.7., спектры, рассчитанные двумя методами практически совпадают. При этом время, затраченное на получение аналитического спектра, превосходит время, необходимое для расчета по методу МК, в 100 раз. Из-за ограничений размера оперативной памяти пределом для современных компьютеров является расчет аналитического спектра для модели, состоящей из тысячи нуклеосом, в то время как метод МК снимает эти ограничения.

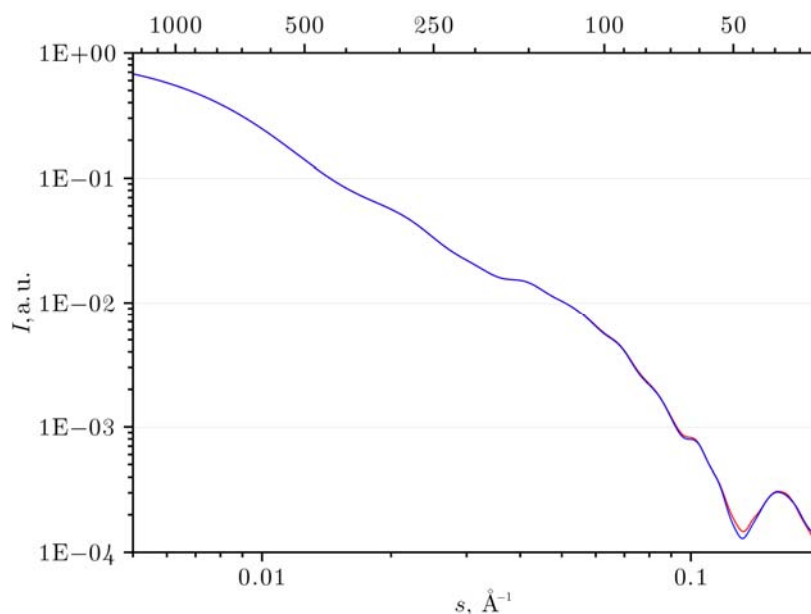


Рис.7. Спектр МРН для 20 нуклеосом. Красным цветом показан аналитический расчет по формуле Дебая для совокупности однородных шариков. Синим цветом показан расчет спектра МРН с помощью метода Монте-Карло (разрешение гистограммы 0.1Å , 10^7 пар точек).

Как видно из Рис.8. и Рис.9, тангенс угла наклона в двойном логарифмическом масштабе для расчетных кривых равен -2 (что соответствует свободной цепи), и не совпадает с экспериментальными данными, т.е. в эксперименте наблюдается несвободная цепь.

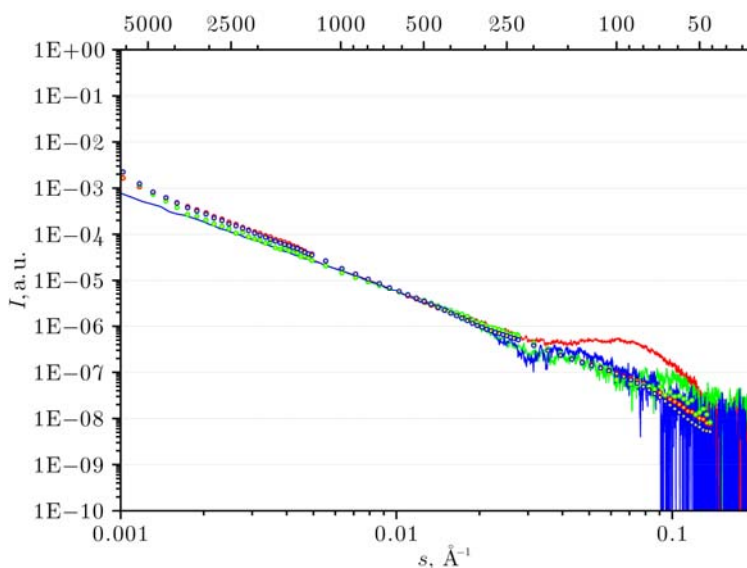


Рис. 8. Кривые – расчетный спектр МРН для 10^6 нуклеосом (свободная генерация, метод МК (разрешение гистограммы 1Å , 10^9 пар точек). Точки -- спектр, полученный для эритроцитов курицы. Красным цветом -- белковая компонента, зеленым -- ДНК, синим -- общий спектр.

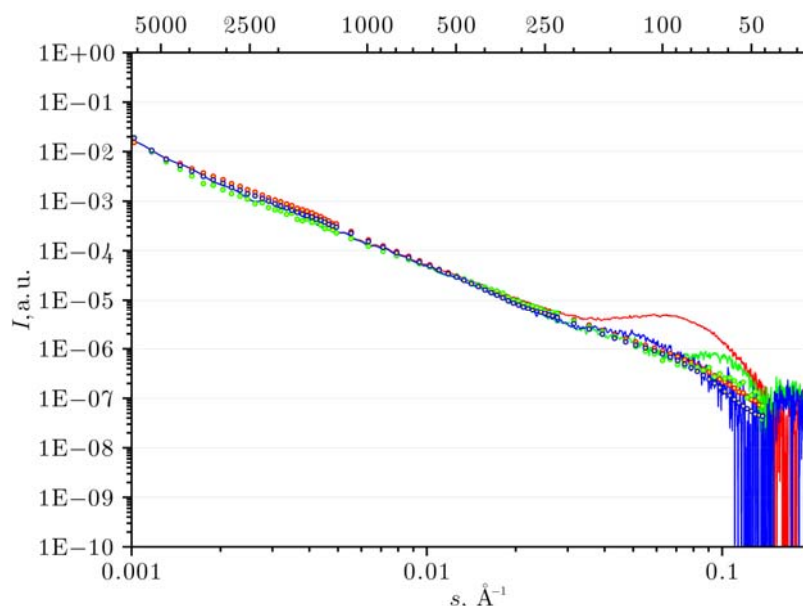


Рис.9. Кривые – расчетный спектр МРН для 10^5 нуклеосом полученных генерацией в объеме (кубическая стенка, размер куба 10000 \AA), метод МК (разрешение гистограммы 0.1 \AA , 10^9 пар точек). Точки -- спектр, полученный для эритроцитов курицы. Красным цветом -- белковая компонента, зеленым -- ДНК, синим -- общий спектр.

При данной плотности упаковки расчетные кривые находятся в согласии с экспериментальными данными. Происхождение пика в области $0.06 - 0.08 \text{ \AA}^{-1}$ для белковой компоненты пока неизвестно.

Цитированная литература:

1. Lebedev DV, Filatov MV, Kuklin AI, Islamov AKh, Kentzinger E, Pantina R, Toperverg BP, Isaev-Ivanov VV. FEBS Lett. 2005 Feb 28; 579(6):1465-8. Fractal nature of chromatin organization in interphase chicken erythrocyte nuclei: DNA structure exhibits biphasic fractal properties.
2. Лебедев Д.В., Филатов М.В., Куклин А.И., Исламов А.Х., Штеллбринк И., Пантина Р.А., Денисов Ю.Ю., Топерверг Б.П., Исаев-Иванов В.В.: Структурная иерархия хроматина ядер эритроцитов курицы по данным малоуглового рассеяния нейтронов: фрактальная природа высших порядков упаковки хроматина. Кристаллография 2008, 53(1): 111-116.
3. D I Svergun, M H J Koch Rep. Prog. Phys. **66** (2003) 1735–1782.
4. Schmidt. P.W. 1989 In “The fractal approach to heterogeneous chemistry” Edit by D. Avnir. John Wiley & Sons Ltd.
5. R. Elber 1989 “The fractal approach to heterogeneous chemistry” Edit D.Avnir. John Wiley & Sons Ltd.
6. P.J. Flory 1953 Principles of polymer chemistry Cornell University Press Itaca NY.

Публикации:

1. Патовский А., Петухов М. Genome-wide search for local DNA segments with anomalous GC-content // J Comput Biol. - 2009. - Vol. 16. - P. 555-564.
2. Petukhov M., Tatsu Y., Tamaki K., Murase S., Uekawa H., Yoshikawa S., Serrano L., Yumoto N. Design of stable alpha-helices using global sequence optimization // J Pept Sci. - 2009. - Vol. 15. - P. 359-365.
3. Суржик М.А., Чуркина С.В., Шмидт А.Е., Швецов А.В., Кожина Т.Н., Фирсов Д.Л., Фирсов Л.М., Петухов М.Г. Влияние точечных аминокислотных замен во внутренней альфа-спирали на термостабильность глюкоамилазы из *Aspergillus awamori* x100 // Прикладная биохимия и микробиология. - 2010. (принята в печать).

4. Исаев-Иванов В.В., Лебедев Д.В., Лаутер Х., Пантина Р.А., Куклин А.И., Исламов А.Х., Филатов М.В. Сравнительный анализ нуклеосомной структуры клеточных ядер - малоугловое нейтронное рассеяние. // ФТТ, 2010, №5 (принята в печать)

5. Egorov V.V., Shaldjan A.A., Sirotkin A.K., Lebedev D.V., Vasin A.V., Grudinina N.A., Solovyov K.V., Shawlovsky M.M., Isaev-Ivanov V.V., Kiselev O.I. Proteolysis and fibrillogenesis of 35-51 lactalbumin peptide // Protein and Peptide Letters (in press)

Конференции:

1. Илатовский А.В., Петухов М.Г. Поиск локальных областей с аномальным GC-составом в масштабе полного бактериального генома // Материалы докладов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2009» / ред. И. А. Алешковский, П. Н. Костылев and А. И. Андреев. -: Издательство МГУ. - стр. 11.

2. Швецов А.В., Петухов М.Г. Молекулярный механизм ферментативного гидролиза АТФ в активном центре белка RecA из E.coli. // Материалы докладов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2009» / ред. И. А. Алешковский, П. Н. Костылев and А. И. Андреев. -: Издательство МГУ. - стр. 28.

3. Шмидт А.Е., Суржик М.А., Кожина Т.Н., Петухов М.Г., Фирсов Л.М. Исследование термостабильности мутантных форм глюкоамилазы из гриба *Aspergillus awamori* // Материалы докладов 13-й международной школы-конференции молодых ученых «Биология наука 21 века» / . -: Издательство Пушинского научного центра РАН. - стр. 183.

4. Швецов А.В., Петухов М.Г. Молекулярные механизмы ферментативного гидролиза АТФ в активном центре белка RecA из E.coli // Материалы докладов 13-й международной школы-конференции молодых ученых «Биология наука 21 века» / . -: Издательство Пушинского научного центра РАН. - стр. 152.

5. Гармай Ю.П., Захаров Г.А. Исследования конформационного пространства амилоидогенного пептида Ab 1-42 с использованием программного пакета MaxFolder // Материалы докладов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2009» / ред. И. А. Алешковский, П. Н. Костылев and А. И. Андреев. -: Издательство МГУ. - стр. 3.

6. V. Egorov, A. Vasin, A. Sirotkin, S. Landa, A. Arutjunan, V. Kolikov, Ph. Rutberg, Kiselev Study of Reversible Macromolecular Complexes In Solution and Biological Liquids by Quasielastic light scattering // Rusnanotech 09, Международный форум по нанотехнологиям 6-8 октября 2009, Сборник тезисов докладов участников Второго Международного форума по нанотехнологиям, стр. 611-613, Москва, 2009

7. Забродская Я.А., Некрасов П.А., Васин А.В., Ланда С.Б., Егоров В.В. Разработка метода быстрого типирования вируса гриппа на основе метода лазерной корреляционной спектроскопии // Перспективы сотрудничества государств-членов ШОС в противодействии угрозе инфекционных болезней: Международная научно-практическая конференция (14–15 мая 2009 г., Новосибирск, Россия). – Новосибирск: Изд-во «ЦЭРИС», 2009, стр.96

8. P. Rutberg, V.Kolikov, V.Snetov, A.Stogov, L.Noskin, S.Landa, A. Arutjunan, O.Kiselev, V.Egorov, A.Sirotkin Interaction between metal and oxide nanostructures produced by pulsed electric discharge and biomacromolecules in solution // Proceedings of the International Conference on Bio and Food Electrotechnologies – BFE-2009, pp. 87-94, FRANCE, 2009

Проект 4.8

Изучение стохастических связей и спектров теплых флуктуаций

Рук. кфмн М.А.Пустовойт, дфмн С.Л.Гинзбург (ОТФ), снс кфмн Б.И.Якубович, снс А.И.Сибилев

4.8.1. Изучение фазовых переходов и транспортных свойств нанокомпозитов с сетевой топологией

4.8.1.1. Определить условия упаковки гранул композита, при которых между ними возникает безмасштабная сеть связей с заданными характеристиками. Построить модель образца сети реалистичного размера (10^6 гранул).

Безмасштабная сеть межгранульных связей образуется:

а) при росте пузырьков в жидкой фазе в ограниченном пространстве при прекращении роста в момент соприкосновения пузырьков. При этом для возникновения степенного

распределения по связности с показателем степени, лежащим в представляющей интерес интервале от 2 до 3, достаточно 5-7 стадий нуклеации.

б) при случайной аполлониевой упаковке смеси гранул со степенным распределением по размерам. Показатель распределения узлов сети по связности зависит простым образом от параметров распределения гранул по размерам. Степенной участок последнего должен при этом быть достаточно большим (3-4 порядка величины, или 7-10 фракций). Упаковка гранул может осуществляться несколькими способами, например, осаждением в поле силы тяжести. Для построения модели образца сети выбран вариант а).

4.8.1.2. Изучить электропроводность сетевого нанокompозита, равновесные и неравновесные флуктуации тока.

Как видно из предыдущего пункта отчета (4.8.1.1.), была выбрана модель упаковки гранул а). Для этого случая в зависимости от количества стадий нуклеации получено несколько образцов сети разной структуры, от случайной до безмасштабной. Поскольку полученный модельный нанокompозит является не гранулярным, а пористым, вместо электропроводности целесообразно исследовать диффузию в сети таких пор, что и запланировано на 2010 г.

Проект 4.9

Исследование наноструктурных материалов, динамики решетки смешанных соединений и нанокompозитных материалов методом рассеяния нейтронов

Рук. Д.ф.-м.н. С.Б. Вахрушев, проф. А.И. Окорочков, к.ф.-м.н. С.В. Григорьев, к.ф.-м.н. И.В. Голосовский

4.9.1. Исследовать поверхностные колебания в биоморфном пористом карбиде кремния

Исследовано неупругое рассеяние нейтронов в образцах биоморфного карбида кремния, полученного на основе древесины белого португальского эвкалипта. Схема существующих в данном материале каналов представлена на рис. 1. Клетки вторичных слоев древесины ориентированы вдоль направления роста дерева. Карбонизация проводилась при температуре 1300 К. в результате была получена биоуглеродная матрица, в которой существуют поры двух типов с диаметрами 4 μm и 62,5 μm , соответственно. Поры первого типа занимают 29 % от общего объема, а второго типа – 14 %. Далее в поры вводился расплавленный кремний, проводился химический синтез соединения SiC, а избыточный Si удалялся. В результате формировался биоморфный пористый карбид кремния (общая пористость до 42 объемных %). Ранее было показано, что в таких материалах наблюдается значительная разница в температурном поведении

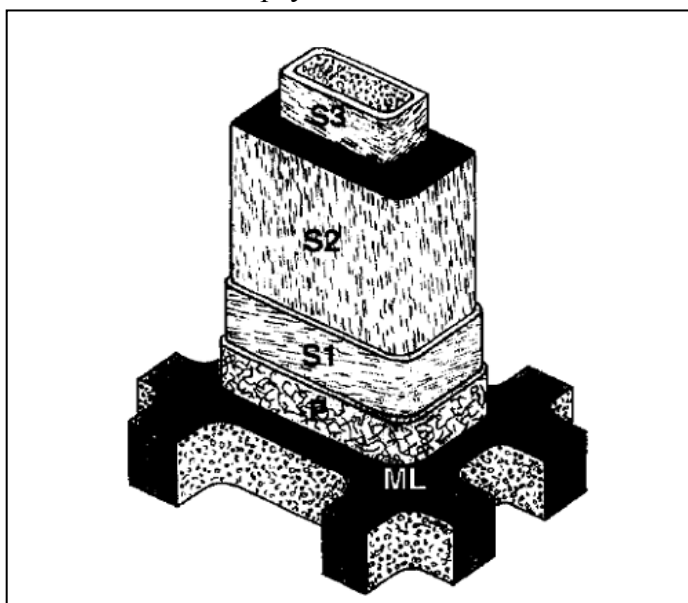


Рис. 1 ML - средний слой древесины; P – первичный внутренний слой; S1, S2, S3 – вторичные внутренние слои

теплоемкости (рис.2 и рис.3), которую удается объяснить, если предположить, что существенный вклад в теплоемкость дают так называемые поверхностные колебания (низкочастотные фоновые моды). Было показано, что при низких температурах для подобных высокопористых материалов теплоемкость должна вести себя в соответствии с соотношением (1)

$$C(T) = AVT^3 + BST^2 \quad (1),$$

где A и B – некие константы, V – общий объем, а S – внутренняя свободная поверхность пористого образца. Первый член в выражении (1) является Дебаевским вкладом, а второй – вклад поверхностных колебаний. В случае массивного материала вклад второго члена мал, но, как видно из вставки на рис. 3, для пористого карбида кремния при низких температурах именно этот вклад, пропорциональный T^2 , и определяет зависимость $C(T)$. Таким образом принципиальной задачей данного эксперимента было определение функции плотности фоновых состояний в биоморфном карбиде кремния. Измерения проводились на многороторном спектрометре DSC, установленном на реакторе Национального Института Стандартов (Вашингтон, США) при температуре 4.6 К, что позволяло исключить многофононное рассеяние. Эксперимент проводился с тремя длинами волн падающих нейтронов: 4.8 Å, 2.95 Å и 2.4 Å. Измерения на длине волны 4.8 Å использовались как тестовые, поскольку кинематика эксперимента не позволяет наблюдать фононы в этих условиях.

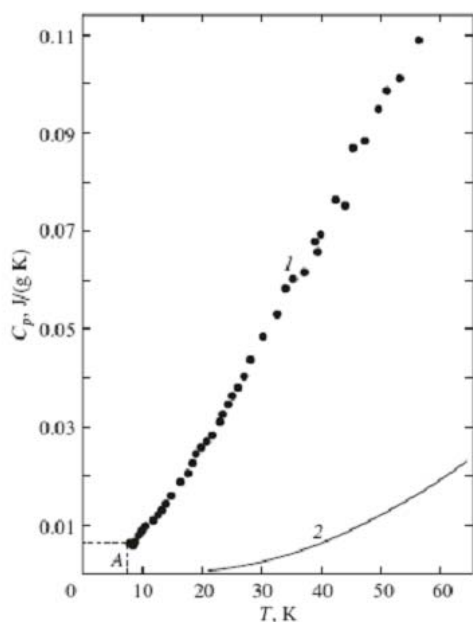


Рис. 2 Температурные зависимости C_p для пористого (1) и массивного (2) карбида кремния

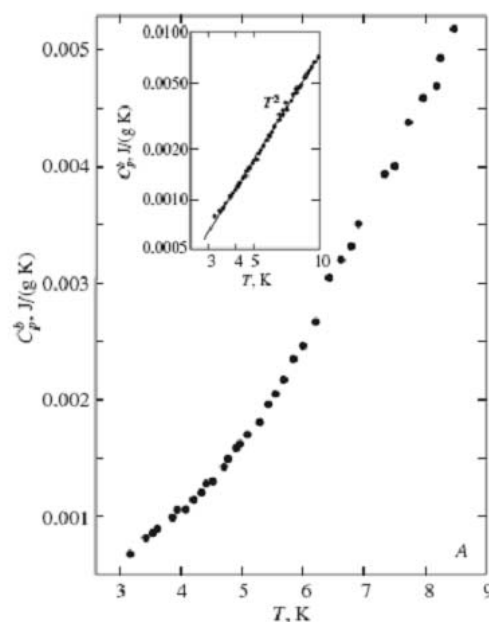


Рис.3 Температурные зависимости C_p для пористого карбида кремния при низких температурах. На вставке – в логарифмическом масштабе.

Образцы обладали выраженной текстурой, и изучалось рассеяние в двух геометриях: с порами параллельными переданному волновому вектору и порами перпендикулярными переданному волновому вектору. Различия между продольной и поперечной геометриями обнаружено не было. В обоих случаях наблюдался существенно недебаевский вид функции плотности фоновых состояний, характерный для одномерных систем. На рис. 4 представлены результаты сравнения спектров неупругого рассеяния нейтронов, полученные для длин волн 2,95 Å и 2.4 Å, для направления импульса падающих нейтронов перпендикулярно оси пор. В настоящий момент завершены также измерения тестовых массивных образцов и ведется совместный анализ результатов.

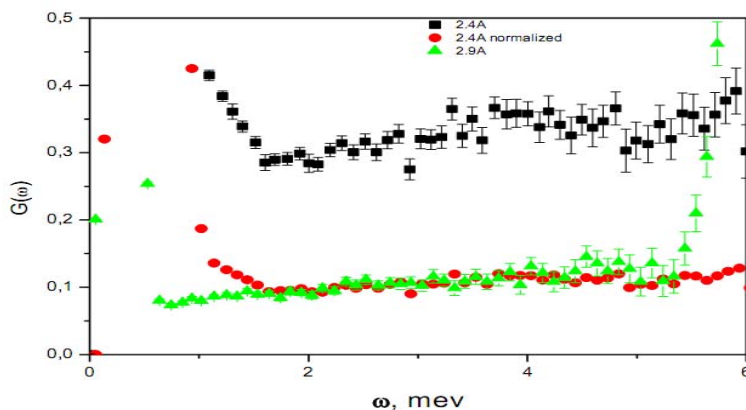


Рис.4 Спектры неупругого рассеяния нейтронов 2,95 Å и 2,4 Å в диапазоне энергий 0-6 мЭв

4.9.
2.
Ис

следовать анизотропию атомной динамики в квазиоднокристаллах хризотилового асбеста

Проведены исследования анизотропии динамики квазиодномерных нанотрубок (со средним диаметром ~ 6 нм) хризотилового асбеста $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ в диапазоне температур от 5 до 300 К методом неупругого рассеяния нейтронов в области энергий от 27 до 519 meV. Выбранная геометрия эксперимента позволила провести измерения для направлений импульса падающих нейтронов k_i перпендикулярно и параллельно каналам асбеста. Показано, что при k_i перпендикулярном оси каналов наблюдается возбуждение с энергией около 460 meV, которое отсутствует при k_i , направленном параллельно оси каналов. Существование этого колебания было подтверждено исследованиями оптических спектров возбуждения асбеста. Такое высокоэнергетическое возбуждение связано, по-видимому, с колебаниями групп OH, так как из кристаллографических исследований структуры хризотилового асбеста известно, что эти группы ориентированы перпендикулярно оси каналов.

4.9.3. Исследовать влияние электрического поля на критическое поведение одноосного релаксора – стронций бариевого ниобата, допированного редкоземельными ионами

Измерения по согласованию с сотрудничающей стороной (Япония) перенесены на 2010 год

4.9.4. Изучить особенности структуры твердых растворов PFW-PT ($PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-PbTiO_3$) (мультиферроиков с релаксорными свойствами) в области морфотропной фазовой границы

Для твердых растворов $0,8PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,2PbTiO_3$ и $0,7PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,3PbTiO_3$ эксперименты были выполнены в интервале температур 140-460 К.

Высокотемпературные фазы для твердых растворов $0,8PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,2PbTiO_3$ и $0,7PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,3PbTiO_3$, как и $PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3$, имеют кубическую симметрию. В низкотемпературной фазе наблюдается сосуществование кубической фазы и низкотемпературной тетрагональной фазы. При самых низких температурах, при которых проводились измерения, общий объем кубической фазы не превышал 20 %.

Определены температуры структурных фазовых переходов: для состава $0,8PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,2PbTiO_3$ $T_c = 265 (\pm 3)$ К, а для $0,7PbFe_{2/3}W_{1/3}O_3-0,3PbTiO_3$ $T_c = 293 (\pm 3)$ К.

Показано существование при высоких температурах искажения формы пиков, свидетельствующее о наличии упругих напряжений, которые, по-видимому, обусловлены процедурой твердофазного синтеза данных соединений.

4.9.5. Используя комбинацию методов рассеяния нейтронов и синхротронного излучения, исследовать фоновые дисперсионные кривые и критические флуктуации в бессвинцовых пьезоэлектриках.

Были проведены комплексные исследования бессвинцового пьезоэлектрика - $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})_{0.98}\text{Li}_{0.02}\text{NbO}_3$ (KNN). Этот материал представляет несомненный интерес для практического использования, так как обладает большими значениями пьезомодуля и является экологически чистым, в то же время детальные исследования эволюции структуры и особенностей фоновых спектров практически отсутствовали к моменту начала исследований. На станции BM01 (ESRF, France) были проведены дифракционные исследования на порошковых образцах в диапазоне температур от 50 °C до 450 °C, получены температурные зависимости параметров ячейки и построены фазовые диаграммы, представленные на рис. 1 и 2.

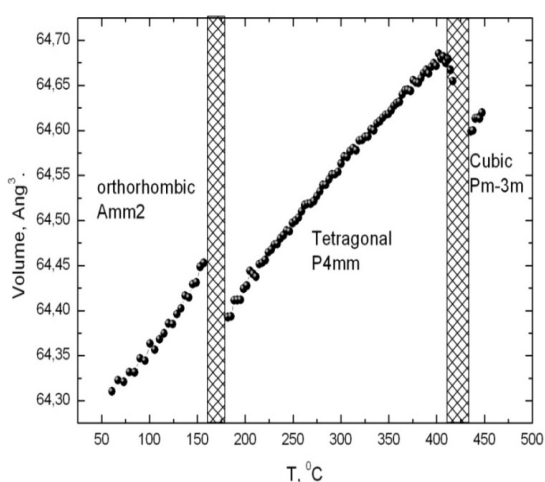


Рис. 1 Температурная зависимость объема KNN

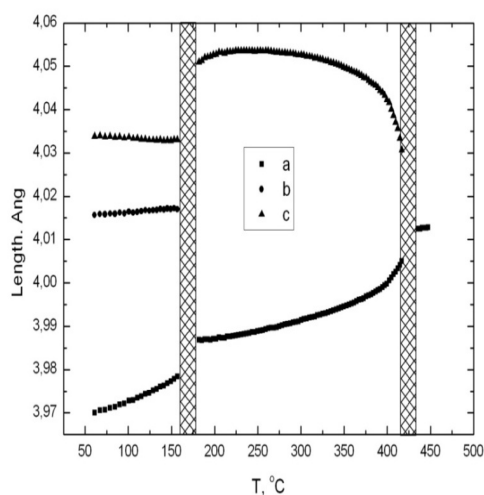


Рис. 2 Температурная зависимость объема параметров элементарной ячейки KNN

Были также проведены исследования диффузного рассеяния на данном соединении на этой станции и на инструменте X06a (SINQ, Швейцария) с использованием новейшего детектора PILATUS и были построены трехмерные распределения диффузного рассеяния. На рис.3 представлены 3D распределения диффузного рассеяния в кубической (слева) и тетрагональной фазах (справа). В кубической фазе наблюдается 3 «светящихся» плоскости, соответствующие 3 цепочкам смещения ионов в реальном пространстве. При переходе в тетрагональную фазу одна плоскость исчезает, а при переходе из тетрагональной фазы в орторомбическую (Т-О) исчезают 2 оставшиеся, но появляется плоскость, которая исчезала при переходе из кубической в тетрагональную фазу (рис.4а). Это означает, что вблизи этого Т-О фазового перехода кристалл как бы эффективно вновь становится кубическим и его симметрия может быть легко изменена слабым внешним воздействием.

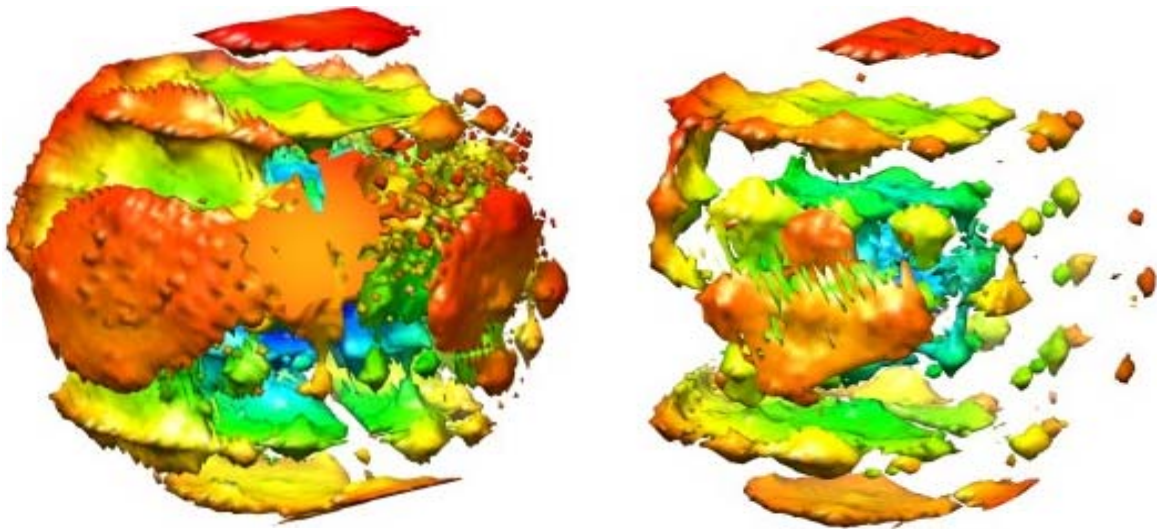


Рис.3. 3D распределения интенсивности диффузного рассеяния для монокристалла KNN (2%Li) в кубической (слева) и тетрагональной (справа) фазах.

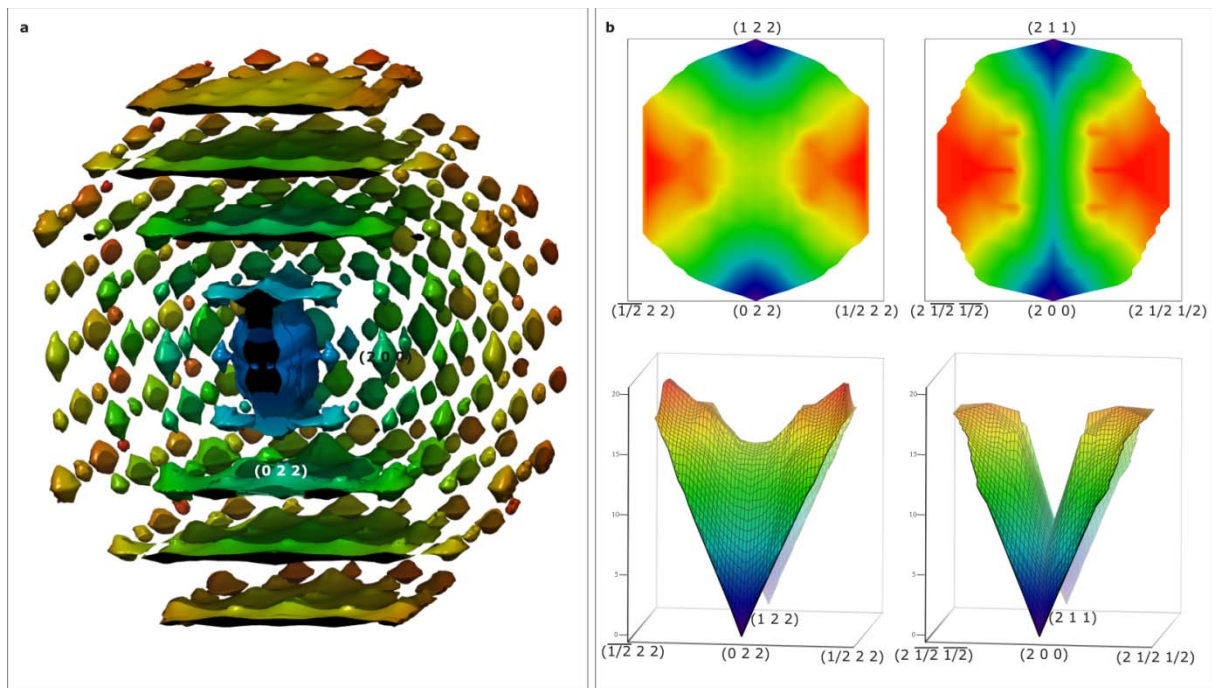


Рис. 4 а) 3D распределение интенсивности диффузного рассеяния в орторомбической фазе в $\text{Li}_{0.02}(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})_{0.98}\text{NbO}_3$ при 295 К; б) проекции и поверхности изменения энергии фононов в плоскостях $(x \ 2+y \ 2+y)$ и $(2+x \ y \ y)$ в орторомбической фазе.

Эксперименты по неупругому рассеянию нейтронов на монокристаллическом образце вблизи узлов обратной решетки (020) и (-120) проводились на спектрометре IN8 (ILL, France), а по неупругому рассеянию синхротронного излучения - на инструменте ID28 (ESRF-SNBL, France). Была прослежена температурная эволюция TA и низких TO мод и показано, что смягчение не происходит. Также не наблюдался температурно-зависимый центральный пик. В настоящее время проводится совместная обработка данных по неупругому рассеянию нейтронов и синхротронного излучения.

4.9.6. Исследовать температурную эволюцию структуры нанокompозитных материалов на основе пористых стекол и искусственных опалов, содержащих модельный суперионик AgI

Проведены исследования диэлектрического отклика AgI, внедренного в пористые стекла со средним диаметром пор 7 нм и в искусственные опалы с 250 нм полостями, в диапазоне частот от 0.1 Гц до 20 МГц. Обнаружено, что фазовый переход в суперионное состояние остается первородным, но температурный гистерезис существенно увеличивается с уменьшением размера частиц.

Для проведения исследований эволюции структуры данных нанокompозитных материалов в температурной области выше и ниже температуры суперионного перехода получено время на дифрактометрах E2 и E9 в Helmholtz Zentrum Berlin в период с 18 ноября по 1 декабря 2009.

4.9.7. Дифракционные исследования наносистемы "core-shell", антиферромагнетик/ферромагнетик с обменным подмагничиванием.

4.9.7.1. Система MnO/ γ -Mn₂O₃. Исследования антиферромагнитного момента в ядре MnO индуцированного интерфейсным слоем между ядром и ферромагнитной оболочкой.

В 1956 W. H. Meiklejohn и C. P. Bean обнаружили, что в наночастицах ферромагнитного Co, покрытых тонким слоем антиферромагнитного оксида CoO, петля гистерезиса после охлаждения в поле сдвигается. Это открытие, известное сегодня как обменное подмагничивание, привело, наряду с другими открытиями, к появлению спинтроники – нового направления в физике конденсированного состояния. Задачей этого направления является исследование и создание устройств, свойствами которых можно управлять посредством изменения магнитного состояния.

Необычные свойства магнитных наноструктур, которые интенсивно используются в спинтронике, обусловлены существованием интерфейса – нанометрового слоя, разделяющего материалы с разными магнитными свойствами. Этот слой очень чувствителен к внешним воздействиям, чем и обусловлено очевидное смещение интереса в исследованиях собственно магнитных наночастиц к исследованиям более сложных, гетерогенных структур в последнее время.

В 2007 году несколькими группами исследователей были синтезированы новые системы "ядро-оболочка", состоящие из антиферромагнитного ядра (MnO) диаметром 5-20 нм и ферромагнитной оболочки (Mn₃O₄ или γ -Mn₂O₃) толщиной несколько нм. Эти, так называемые "инвертированные" структуры, в которых, в отличие от старых систем, T_C оболочки меньше T_N в ядре, сразу обратили на себя внимание большой коэрцитивной силой/. Оказалось, что новые системы обладают более высокой температурой суперпарамагнитного блокирования, кроме того, можно перестраивать коэрцитивную силу.

Исследования новых гетерогенных наносистем "ядро-оболочка" методами рассеяния нейтронов и рентгеновского излучения начались в прошлом году. Нейтронографические эксперименты были проведены на дифрактометре D20 Института Лауэ-Ланжевена, которые дополнены измерениями на рентгеновском дифрактометре Philips X-Pert.

Из уширения дифракционных линий получены оценки усредненных по объему размеров наночастиц. Для образца с тонким слоем размер ядра составил 19(2), нм, характерный размер частиц оболочки – 2.8(3) нм. Для другого образца соответствующие величины составили 4.9(3) и 4.7(3) нм. Следует заметить, что характерный размер наночастиц оболочки не обязательно должен совпадать с толщиной слоя, поскольку по результатам электронной микрофотографии наночастицы, составляющие ферромагнитный слой, сильно анизотропны и их распределение по поверхности не однородно (см. рис. 1).

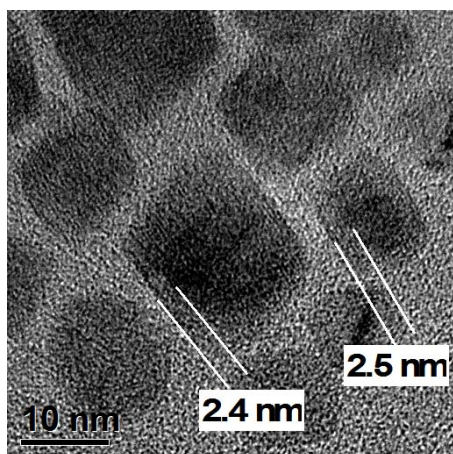


Рисунок 1. Микрофотография наносистемы MnO/Mn₃O₄ (MnO/γ-Mn₂O₃)

Совместные нейтроно- и рентгенографические исследования однозначно свидетельствуют, что ферримагнитная оболочка имеет малоизвестную кристаллическую структуру дефектной тетрагональной шпинели γ-Mn₂O₃ (или в структурной записи (Mn³⁺_{2/3}) [Mn³⁺]₂O₄), а не ожидаемую структуру минерала хаусманнита Mn₃O₄ или (Mn²⁺) [Mn³⁺]₂O₄. Профильный анализ показал, что в образце с большим ядром формируется стехиометрический MnO, тогда как в образце с меньшим ядром обнаружены дефекты в позициях Mn. Обнаружение дефектов подтверждает модель роста ферримагнитного слоя на антиферромагнитном ядре через образование упорядоченной системы дефектов.

Температурные зависимости измеренных магнитных моментов показывают непрерывный характер в отличие от перехода первого рода в обычном MnO, что обусловлено размерным эффектом. В обоих случаях температуры перехода оказались выше, чем T_N в обычном образце. Чем больше размер ядра, тем меньше температура перехода. Аналогичное явление наблюдалось ранее в наших исследованиях наночастиц MnO разной формы и размеров внутри пористых сред, а также в исследованиях наночастиц с ионами Mn²⁺ других авторов. В то же время в эпитаксиальных пленках MnF₂ этот эффект отсутствует /2/.

Увеличение температуры магнитного перехода достаточно необычное явление, поскольку в обычной теории фазовых переходов в конечных системах температура перехода должна быть меньше, чем в массивном образце. На сегодняшний день объяснения этому эффекту нет. Возможно, что это общий эффект, связанный со спецификой электронной структуры Mn²⁺.

Для образца с тонкой оболочкой упорядоченный магнитный момент в γ-Mn₂O₃ не обнаружен в пределах точности 0.5 μв. Однако в образце с толстой оболочкой моменты измерены достаточно надежно. Поскольку ошибки, полученные в профильном анализе велики, более информативной представляется температурная зависимость интенсивности одиночного магнитного пика, показанная на рис. 2.

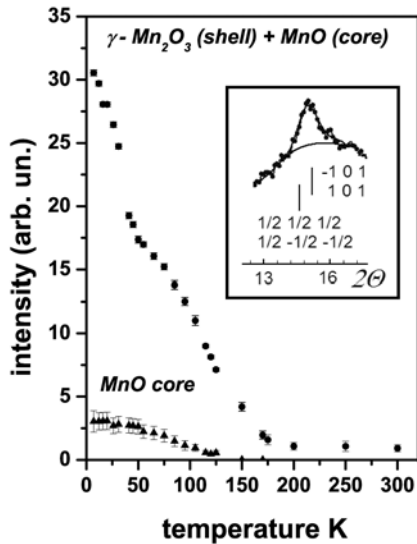


Рис. 2. Температурная зависимость интенсивности магнитного пика на малых углах дифракции. Расчетный вклад от MnO показан внизу (треугольники). На вставке показан профиль магнитного пика при температуре 250 К с индексами составляющих его рефлексов. Ошибки не превышают размеров символа, если не показаны.

Тщательные рентгеновские исследования в соответствующем диапазоне переданных импульсов не обнаружили какого-нибудь когерентного рассеяния. Т.е. наблюдаемый пик действительно имеет магнитную природу и обусловлен, главным образом, магнитным порядком в ферромагнитной оболочке. Выше температуры T_C для $\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$ (~ 43 К) собственное обменное взаимодействие в ферромагнитной оболочке исчезает и регистрируемая интенсивность пика выше этой температуры обусловлена антиферромагнитным порядком в ядре и наведенным (индуцированным) моментом в ферромагнитной оболочке, который доминирует. Интересно, что этот индуцированный момент сохраняется много выше температуры магнитного перехода в ядре, т. е., не является "репликой" антиферромагнитного момента. Обнаружение индуцированного момента является прямым доказательством обменного взаимодействия между ядром и оболочкой.

Стабильный магнитный порядок в оболочке $\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$, который существует много выше T_C ферромагнитной оболочки и T_N ядра, соответствует так называемому эффекту близости (proximity effect). Другими словами, обменное поле каждой ферромагнитной подрешетки в ядре, проникая на несколько атомных слоев в ферромагнитную оболочку, стабилизирует в ней магнитный порядок. В то же время хорошо известно, что в интерфейсе, существует слабый результирующий ферромагнитный момент, который также может индуцировать (стабилизировать) магнитный порядок в ферромагнитной оболочке. На сегодняшний день нет ясного понимания механизма, отвечающего за существование магнитного порядка в ферромагнитной оболочке много выше T_N и T_C .

В 2009 году были проведены нейтронографические эксперименты на образцах с другими размерами ядра и оболочки. Результаты находятся в процессе обработки и анализа, но уже можно сказать о двух новых принципиальных результатах. Во-первых, в системах с очень тонким поверхностным ферромагнитным слоем, наблюдался "симметричный эффект" – индуцированный антиферромагнитный порядок в ядре, который сохраняется вплоть до комнатной температуры. Во-вторых, наблюдался необычный процесс "дробления" магнитных доменов, который начинается при приближении к точке магнитного перехода сверху и быстро исчезает при понижении температуры (рисунок 3). Следует заметить, что оба эффекта связаны: образование доменов при комнатной температуре предполагает стабильный магнитный порядок и наоборот.

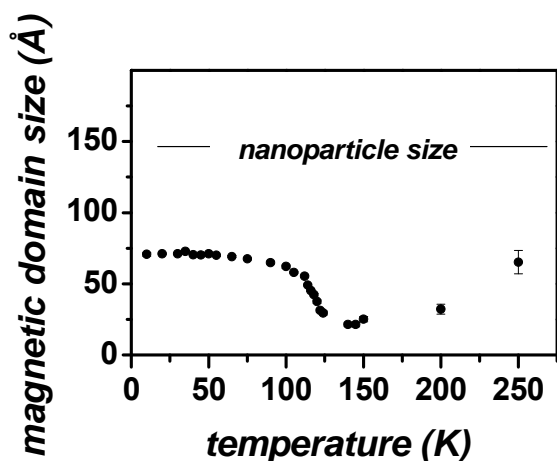


Рис. 3. Температурная зависимость среднего размера магнитного домена рассчитанная по уширению магнитного рефлекса $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ для образца с большим (17 nm) ядром и очень тонкой (~ 0.2 nm) оболочкой. Ее очень маленькая величина означает, что оболочка сильно неоднородна и анизотропна. Размер ядра показан горизонтальной линией.

Работа доложена на конференции "Perspectives in nano-science and nano-technology", 28-30 September, Donostia-San-Sebastian, Spain, 2009 и опубликована /1/.

Дополнительно к плану.

Размерные эффекты и спин-волновая щель в эпитаксиальных пленках MnF_2 с орторомбической кристаллической структурой.

Было показано, что в эпитаксиальных пленках фторид марганца фторида MnF_2 кристаллизуется в орторомбической сингонии, которая в обычных условиях не существует. С целью дальнейшего изучения магнитных свойств этого материала мы исследовали магнитную структуру пленок различной толщины на 4-хкрудном нейтронном дифрактометре. Целью этих экспериментов было определить точное направление магнитных моментов по отношению к плоскости пленки, а также поиск размерных эффектов. Эксперименты по упругой дифракции были проведены на дифрактометре 6T2 Лаборатории Леона Бриллюэна (Сакле, Франция).

Из-за анизотропной формы образца его позиционирование имеет решающее значение для качества доработки. Еще одной проблемой, является анизотропия поглощения. Из-за этого, физически адекватное уточнение магнитной структуры оказалось возможным только с тонкой пленкой толщиной 120 нм.

Показано, что магнитная структура не зависит от толщины пленок. Для определения направления магнитного момента по отношению к плоскости пленки, мы измерили магнитные отражения 003 для всех фильмов, которые должны отсутствовать в случае, когда вектор рассеяния вдоль спина. Каких-либо отклонений магнитного момента от плоскости пленки с точностью несколько процентов не обнаружено.

Анализ температурных зависимостей магнитного момента показал, что температура Нееля тем выше, чем толще пленка, что соответствует теории. Однако это контрастирует с экспериментальными данными по наночастицам с Mn^{2+} , где ситуация обратная. На сегодняшний день нет объяснения этому эффекту.

Удивительно, что размерный эффект обнаружен для довольно толстых пленок. Одно из возможных объяснений этому факту – небольшая величина магнитной анизотропии. Поэтому для оценки величины анизотропии, мы провели эксперименты по неупругому рассеянию нейтронов при температуре 16 K на пленке толщиной 1 мк. Эксперименты по неупругому рассеянию нейтронов выполнены на холодном трехосном спектрометре IN12 в Институте Лауэ-Ланжевена. Действительно, ниже температуры перехода были обнаружены магнитные возбуждения (см. рисунок ниже).

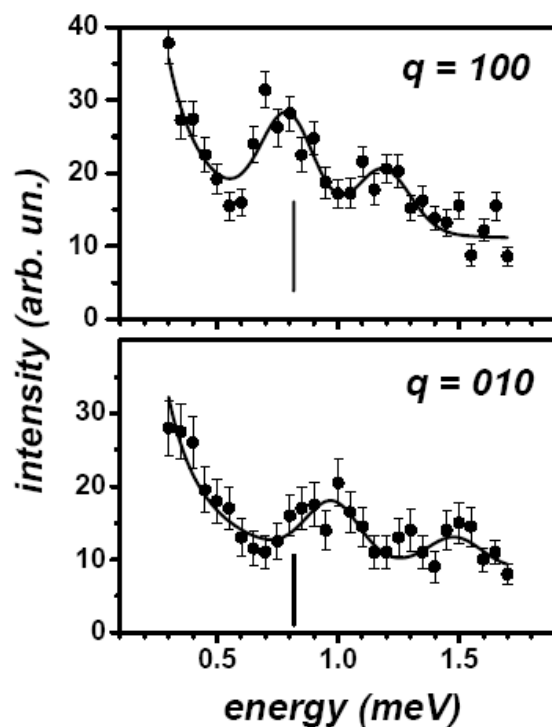


Figure 2: The energy scans at the fixed nodes 100 and 010 measured at 16 K. The value of the gap for the bulk MnF_2 with tetragonal structure is indicated by a vertical line.

Хорошо известно, что количество ветвей соответствует числу магнитных атомов в ячейке. В простом двух-подрешеточном антиферромагнетике MnF_2 со структурой рутила, с двумя магнитными ионами, ветви в спин-волновом спектре вырождены. Это вырождение частично снимается в случае 4х-подрешеточной магнитной структуры орторомбического MnF_2 . Поэтому наблюдаются два энергетических уровня в центральной зоне.

Анализ различных путей обмена между соседними спинами показывает, что симметрия октаэдрического окружения для моментов с одинаковым направлением спина центрального иона марганца отличается инверсией. Инверсия не может изменить значений обменных взаимодействий. Тем не менее, различие в симметрии может привести к различным значениям одно-ионной анизотропии, что и объясняет появление двух уровней. Примечательно, что щель в орторомбических пленках MnF_2 того же порядка величины, что и в обычном тетрагональном MnF_2 . Это означает, что величины анизотропии в полиморфных составах схожи, что согласуется с близкими температурами Нееля.

Работа находится в печати /2/.

Публикации

1. I.V. Golosovsky, G. Salazar-Alvarez, A. López-Ortega, M. A. González, J. Sort, M. Estrader, S. Suriñach, M. D. Baró and J. Nogués, "Magnetic Proximity Effect Features in Antiferromagnetic/ Ferrimagnetic Core-Shell Nanoparticles", PRL 102, 247201, (2009).
2. I. V. Golosovsky, N. S. Sokolov, A. Gukasov, A. Bataille, M. Boehm, and J. Nogués, "Size-dependent magnetic behaviour and spin-wave gap in MnF_2 epitaxial films with orthorhombic crystal structure", в печати Journ. Mag. & Mag. Mater. 2009. doi:10.1016/j.jmmm. 2009.10.036

4.9.8. Исследованию магнитных и структурных свойств наноматериалов в двумерных пространственно упорядоченных матрицах оксида алюминия методом малоугловой дифракции нейтронов и синхротронного излучения.

Методами малоугловой дифракции нейтронов и синхротронного излучения исследованы матрицы анодированного оксида алюминия, представляющие собой двумерно упорядоченную структуру пор, продольные размеры которых ($L=6, 12, 24, 50, 105$ и 163 мкм)

на несколько порядков превышают значение их поперечного сечения ($R = 20$ нм). Анализ данных нейтронного рассеяния показал, что потенциал рассеяния единичного элемента этой наноструктуры оказывается больше, чем энергия падающей волны, что делает неприменимым Борновское приближение. В работе предложено точное теоретическое решение для описания дифракции на такой структуре. Важными параметрами теории являются длина поры L , радиус поры R , расстояние между центрами соседних пор a и длина волны нейтрона λ .

4.9.9. Исследованию магнитных и структурных свойств фотонных кристаллов на основе Ni и Co методом малоугловой дифракции нейтронов и синхротронного излучения.

Методом вертикального осаждения полистирольных монодисперсных микросфер из коллоидного раствора синтезированы фотонные кристаллы (ФК), которые использовались как темплат для получения инвертированные фотонные кристаллы (ИФК) методом электроосаждения никеля в поры ФК, с последующим удалением исходной матрицы. Методом широкоугольной дифракции рентгеновского излучения показано, что металл, заполняющий поры фотонного кристалла, имеет ГЦК решетку. Методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов исследована магнитная структура ИФК. Проведен анализ вкладов (магнитного, немагнитного (ядерного) и ядерно-магнитной интерференции) в нейтронное рассеяние от ИФК при приложении внешнего магнитного поля вдоль различных кристаллографических осей кристалла. Описан процесс намагничивания различных элементов ИФК. Анализ полевой зависимости магнитного вклада показал, определяющую роль как формы единичного элемента структуры так и ее симметрии в сложном распределении намагниченности внутри кристалла.

4.9.10. Исследования фрактальных объектов малоугловым рассеянием нейтронов:

4.9.10.1. Аморфных ксерогелей на основе переходных и редкоземельных элементов синтезированных методами "мягкой" химии.

Методами малоуглового рассеяния и ультра малоуглового рассеяния нейтронов (реакторы: ВВР-М, ПИЯФ РАН, Гатчина и FRG-1, Geesthacht, Germany), а также низкотемпературной адсорбции азота и просвечивающей электронной микроскопии исследованы фрактальные свойства аморфных ксерогелей гидратированного диоксида гафния HfO_2 , полученных осаждением из водных растворов $\text{HfO}(\text{NO}_3)_2$ при различных значениях pH среды (pH = 3, 4, 6, 7, 8 и 9) [1]. Совместный анализ полученных данных с данными для аморфных ксерогелей гидратированного диоксида циркония ZrO_2 позволил установить существенное влияние кислотности среды на состав данных ксерогелей, их фрактальную размерность, а также на размер образующих их мономерных частиц [2].

[1] В.К. Иванов, Г.П. Копица, А.Е. Баранчиков, М. Sharp, Ю.Д. Третьяков. Мезоструктура ксерогелей гидратированного диоксида гафния. ДАН, серия "Химия". 2009, Т.427, №2, С. 199-202.

[2] V.K. Ivanov, G.P. Kopitsa, A. Ye. Baranchikov, M. Sharp, K. Pranzas and S.V. Grigoriev. Mesostructure, fractal properties and thermal decomposition of hydrous zirconia and hafnia. Russian Journal of Inorganic Chemistry, 2009, Vol. 54, No. 14, pp. 2091–2116.

4.9.10. 2. Эволюции фрактальных свойств аморфных ксерогелей на основе переходных и редкоземельных элементов на разных стадиях термической обработки.

1. С применением методов малоуглового рассеяния нейтронов, рентгенофазового анализа, низкотемпературной адсорбции азота и просвечивающей электронной

микроскопии определены закономерности роста наночастиц CeO_2 при гидротермальной обработке в нейтральной среде. Показано, что рост наночастиц происходит преимущественно вследствие когерентного сращивания индивидуальных кристаллитов CeO_2 [3].

2. С применением методов рентгенофазового анализа, низкотемпературной адсорбции азота, просвечивающей электронной микроскопии и малоуглового рассеяния нейтронов определены закономерности роста наночастиц CeO_2 с различной химической предысторией при высоких температурах (от 200 до 700°C). Показано, что рост наночастиц происходит преимущественно вследствие сращивания индивидуальных кристаллитов CeO_2 [4].
3. Проведено изучение мезоструктуры аморфных ксерогелей на основе гидратированного диоксида циркония и ее эволюции на разных стадиях термической обработки методом малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН). Из экспериментальных сечений рассеяния получен вид коррелятора ядерной плотности амплитуды рассеяния, определены характерные радиусы наночастиц ZrO_2 и удельные поверхности. Установлено влияние температуры отжига на фрактальные свойства поверхности диоксида циркония [5].

[3] В.К.Иванов, О.С. Полежаева, Д.О. Гиль, Г.П. Копица, Ю.Д. Третьяков. Гидротермально-микроволновой синтез нанокристаллического диоксида церия. ДАН, серия "Химия". 2009, Т.426, №5, С. 632-634.

[4] В.К. Иванов, О.С. Полежаева, Г.П. Копица, П.П. Федоров, К. Pranzas, В.В. Рунов. Особенности высокотемпературного роста наночастиц диоксида церия. Журнал неорганической химии. 2009, Т. 54, №11, С. 1767-1775.

[5] В.К. Иванов, Г.П. Копица, С.В. Григорьев, О.С. Полежаева, В.М. Гарамус. Исследование эволюции мезоструктуры аморфных ксерогелей гидроксида ZrO_2 на разных стадиях термической обработки. Физика твердого тела. 2009, Т. 52, №3 (в печати).

4.9.10. 3.Влияния мощной ультразвуковой обработки на фрактальные свойства аморфных ксерогелей на основе переходных и редкоземельных элементов.

Проведено изучение влияния мощной ультразвуковой обработки на структуру аморфных ксерогелей гидроксида железа(III), получаемых осаждением из растворов нитрата железа(III) различной концентрации. Анализ данных малоуглового рассеяния нейтронов позволил впервые выявить существенное влияние ультразвука на мезоструктуру аморфных ксерогелей: гомогенность, фрактальную размерность и размер образующих их мономерных частиц [6].

[6] А.Е. Баранчиков, В.К. Иванов, Г.П. Копица, С.В. Григорьев, Р. Klaus Pranzas. Особенности мезоструктуры аморфных ксерогелей гидроксида железа (III), синтезированного в ультразвуковом поле. Физика твердого тела. 2009, Т. 52, № 3 (в печати).

4.9.11. Рентген-дифракционные исследования искажений решетки нанокристаллов в магнитомягких finemet сплавах $\text{Fe}_{89-x}\text{Si}_x\text{B}_7\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ с $0 < x < 13.5$ после термомеханической обработки

Настоящая работа является продолжением цикла исследований, посвященных выяснению связи между структурой нанокристаллов в finemet сплавах (Fe-Si-B-Nb-Cu) и их магнитными свойствами. С целью определения механизмов формирования поперечной магнитной анизотропии в $\text{Fe}_{89-x}\text{Si}_x\text{B}_7\text{Nb}_3\text{Cu}_1$, подвергнутых термомеханической обработке, проведены рентген-дифракционные исследования искажений решетки нанокристаллов в этих сплавах. Обнаружено растяжение решетки нанокристаллов в направлении приложения нагрузки при отжиге и ее сжатие в поперечном направлении. На рис. 1 показана зависимость изменений величины межплоскостных расстояний Δd от угла φ между направлением вектора $[hkl]$ и ближайш ей осью $\langle 111 \rangle$.

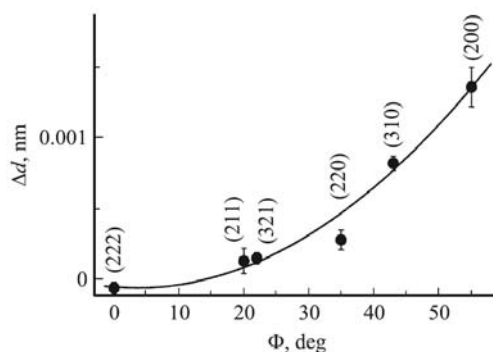


Рис. 1 Зависимость изменений величины межплоскостных расстояний Δd от угла φ между направлением вектора $[hkl]$ и ближайш ей осью $\langle 111 \rangle$.

Из зависимости видно, что после снятия растягивающей нагрузки (во время отжига и последующего охлаждения) сохраняется остаточная деформация нанокристаллов $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$: в направлении $[111]$ она отсутствует в пределах точности измерений, а вдоль оси $[100]$ имеет максимальную величину. Следовательно деформация носит анизотропный характер. Анизотропия деформаций нанокристаллов ранее никем не наблюдалась и важна для понимания механизма формирования поперечной магнитной анизотропии. Возникновение анизотропии объясняется поперечным эффектом Виллари, имеющим место в нанокристаллах со структурой D03, фаза Fe_3Si .

Статья с результатами исследований принята для опубликования в журнале Физика Металлов и Металловедение.

Проект 4.10

Теоретическое изучение проблем, возникающих при исследовании конденсированных сред методом нейтронного рассеяния и возможностей постановки новых экспериментов

Проф.С.В. Малеев, проф. С. М. Дунаевский,
 проф.С.Л.Гинзбург, к.ф.-м.н. А.В. Сыромятников,
 В. В. Дериглазов, А. А. Григорькин

План выполнен, опубликовано 11 работ:

1. В работе С.В.Малеева [1] был сформулирован критерий устойчивости спиральной фазы в кубических нецентросимметричных спиральных магнетиках MnSi и FeGe : положительность квадрата спин-волновой щели Δ^2 . Эта величина состоит из двух слагаемых: положительного, обусловленного взаимодействием спиновых волн (Малеев 2006) и отрицательного спин-фононного вклада. Согласно оценке, основанной на имеющихся экспериментальных данных, при нулевом давлении оба вклада одного порядка. Поэтому квантовый фазовый переход является результатом изменения знака Δ^2 при давлении. В работе [2] качественно описывается поведение кубических спиральных магнетиков в магнитном поле и при давлении. В работе [3] теоретически и экспериментально исследовано поведение такого рода спиральных магнетиков в магнитном поле в широкой области температур.

2. В работе [4] изучена страйповая (доменная) фаза, возникающая в магнитном поле $H < H_c$, где H_c – поле насыщения, в модели двумерного ферромагнетика с дипольными силами и с сильной анизотропией типа легкая ось. Показано, что профиль доменной структуры трансформируется при уменьшении поля из синусоидального в ступенчатый.

3. В работе [5] вычислен спектр коротковолновых магнонов в двумерном антиферромагнетике на квадратной решетке при $T=0$ в сильном магнитном поле. Предложен новый метод проведения подобного рода аналитических вычислений в двумерных системах.

4. Изучена критическая динамика двухпороговой системы с законом сохранения основной величины z и отсутствием стока, помещенной на безмасштабную сеть. Показано, что в системе возможно возникновение самоорганизованного критического состояния [6].

5. Проведено исследование процесса переноса частиц через конические каналы, возникающего благодаря разнице в концентрации частиц по обе стороны мембраны, которой принадлежит канал. Показано, что симметрия этих потоков нарушается при учете взаимодействия частиц. Результаты получены аналитически с использованием модели одномерной диффузии и подтверждены численным моделированием [7].

6. Впервые подробно изучено влияние структуры сложной сети на свойства лавинообразного динамического процесса, протекающего на ней. Установлено, что такая структурная характеристика сети, как степень ее ассортативности (дисассортативности), является управляющим параметром, определяющим свойства динамического процесса на сети. Исследована структура отдельных лавин на сетях с различным значением g . Показано, что в случае дисассортативных сетей число точек, вовлеченных в лавину, изменяется во времени периодически [8], [9].

7. Детально рассмотрены такие характеристики растущих, безмасштабных сетей, как функция распределения числа связей и пространственное распределение числа связей на узлах в случаях различной степени ассортативности сети. Показано, что данные характеристики качественно различны для ассортативных и дисассортативных сетей [9].

8. Создан комплекс программ самосогласованного расчета электронной структуры больших кластеров (~10000 атомов) методом рекурсий, позволяющий моделировать поверхности и границы раздела твердых тел. Программа рассчитана на рассмотрение сложных оксидов переходных металлов, в которых большую роль играют дальнедействующие кулоновские взаимодействия. Выполнены предварительные расчеты электронной структуры перовскитов La-Sr-MnO_3 .

9. Рассчитано оптическое поглощение в спиральной металлической нанотрубке. В соответствии с пунктом плана рассмотрено одномерное (1D) кольцо с присоединенными к нему в произвольных точках проводниками. Параметры контактов (длины рассеяния) в общем случае считаются различными. Определены условия, при которых в такой системе возможно наблюдение циркулярного фотогальванического эффекта. Подготовлена статья для публикации в ФТТ.

9-а Дополнительно к пунктам плана на 2009г. рассмотрены манганиты (мультиферроики), в упорядоченной магнитной структуре которых может возникать спонтанный магнитный момент (ферроэлектричество). По этой теме был прочитан доклад (“Ferroelectricity in doped manganites”) на международной конференции “Функциональные материалы” (ICFM-2009, Partenit, Crimea, Ukraina). Статья с аналогичным названием выйдет в 2010 году в журнале “Functional Materials”

Публикации 2009г.:

1. S. V. Maleyev, Magneto-elastic interaction in cubic helimagnets with B20 structure, J. Phys.: Condens. Matter **21**, 146001 (2009);
2. S. V. Maleyev, Cubic helimagnets in magnetic field and at pressure, JMMM **321**, 909 (2009)

3. S. V. Grigoriev, V. A. Dyadkin, E. V. Moskvina, D. Lamago, Th. Wolf, H. Eckerlebe, and S. V. Maleyev, Helical spin structure of $Mn_{1-x}Fe_xSi$ under a magnetic field: Small angle neutron diffraction study, Phys. Rev. B **79**, 144417-1 – 144417-10 (2009);
4. A. V. Syromyatnikov, Magnetic field instability of the collinear phase in two-dimensional ferromagnet with magnetocrystalline anisotropy and dipolar forces, J. Phys.: Condens. Matter **21**, 216009-1 – 216009-10 (2009);
5. A. V. Syromyatnikov, Collective excitations in two-dimensional antiferromagnet in strong magnetic field, Phys. Rev. B **79**, 054413-1 – 054413-6 (2009);
6. С.Л.Гинзбург, А.В.Накин, Н.Е.Савицкая «Самоорганизация критического состояния на сложных сетях», ЖЭТФ, **136** (6), 1183 (2009);
7. Alexander M. Berezhkovskii, Mark A. Pustovoit, and Sergey M. Bezrukov, «Entropic effects in channel-facilitated transport: Interparticle interactions break the flux symmetry», Phys. Rev. E **80**, 020904(R) (2009)
8. С.Л.Гинзбург, А.В.Накин, Н.Е.Савицкая «Ассортативные и дисассортативные сети. Влияние топологии сети на свойства динамических процессов на ней», ЖЭТФ, послано в печать.
- 9.С.Л.Гинзбург, А.В.Накин, Н.Е.Савицкая «Влияние структуры сложной сети на свойства динамических процессов, на ней», Письма в ЖЭТФ, послано в печать.
10. С. М. Дунаевский, В. В. Дериглазов. Взаимосвязь магнитной структуры и состояния “зонного” диэлектрика в легированных манганитах, ФТТ **52**, 2010, (в печати)
11. А.А. Григорькин, С. М. Дунаевский. Оптическое поглощение в нанотрубке со спиральной симметрией при продольной поляризации излучения, ФТТ **51**, 403-409, 2009

Проект 4.11

Синтез, разделение, глубокая очистка и исследование свойств металлофуллеренов. Исследование распада возбужденного ядра в условиях молекулярного конфайнмента в зависимости от изотопных и изомерных эффектов и электронодонорных свойств окружения.

К.х.н. Ю.С.Грушко, к.х.н. В.С. Козлов, к.ф.-м.н. В.А. Шилин

4.11.1 Изучение процесса удерживания в реакции $^{152}\text{Sm} (n,\gamma) ^{153}\text{Sm}$ при захвате металлофуллереном

Проведено исследование процесса нейтронной активации Sm в сложной смеси металлофуллеренов следующих лантаноидов: La, Nd, Sm, Ho, Lu, и Tb. Смесь была предварительно разделена хроматографически на две фракции – двух- и трехвалентных лантаноидов. Фракции облучались в реакторе отдельно. Аморфизованная часть отделялась на мембранном фильтре 0,2 μ . Для исследованных металлофуллеренов в исходной форме были определены времена удерживания. Показано, что при интерпретации найденных времен удерживания следует учитывать процесс сорбции «выживших» металлофуллеренов на аморфизованном остатке.

Результаты обработаны, материалы подготовлены для опубликования.

Проект 4.12

Нейтронные исследования структур и особенностей фазовых переходов систем с сильными спиновыми корреляциями

Руководитель проекта: проф. Ю.Н. Скрябин (ИФМ УрО РАН)

4.12.1 Низкотемпературные исследования кристаллической и магнитной структуры интерметаллидов типа R_2Fe_{17} после облучения быстрыми нейтронами

Важной практической задачей является поиск новых материалов для сравнительно дешевых и высоко энергоемких постоянных магнитов. В настоящее время наиболее перспективными в качестве постоянных магнитов считаются интерметаллические соединения R_2Fe_{17} , в которых содержится наибольшее количество железа (в расчете на R-атом). Препятствием являются неожиданно низкие температуры Кюри (порядка 300-400 К).

Установить причины необычно низкой T_C и найти способ ее радикального увеличения – это важная фундаментальная задача, имеющая большое практическое значение. Поэтому необходим экспериментальный поиск закономерностей изменения магнитного состояния. Чаще всего для этого используют введение в решетку дефектов атомного масштаба (легирование подрешетки железа другими элементами, внедрение в междоузлия легких атомов и т.п.). Но при этом меняется стехиометрия образца и трактовка результатов довольно неоднозначна. Для устранения подобной неопределенности необходимы методы изменения магнитного состояния без изменения состава образца. Таких методов два: внешнее давление и облучение быстрыми нейтронами. При облучении быстрыми нейтронами изменяется локальное окружение атомов и межатомные расстояния. Как правило, объем ячейки увеличивается. Под давлением изменяются только межатомные расстояния. Полученная экспериментальная информация будет играть ключевую роль в поиске критериев для выбора моделей формирования магнитного состояния. Нейтронная дифракция является основным экспериментальным методом, дающим взаимно дополняющую информацию об особенностях кристаллической и магнитной структуры.

На основе экспериментальных нейтронографических данных реальной кристаллической структуры были рассчитаны параметры электронной структуры интерметаллических соединений $R_2Fe_{17-x}M_x$ ($R = Y, Lu, Ce$; $M = Si$ или Al). Результаты исследования опубликованы в [1].

Методом нейтронной дифракции на поликристаллических образцах проведено исследование структурных и магнитных свойств соединения $Er_2Fe_{17}N_{2.18}$ в интервале температур 4 – 700 К. Обнаружен спин-переориентационный переход при 170 К. Методом теории молекулярного поля рассчитаны и сравнены с экспериментом температурные зависимости намагниченности атомов эрбия и железа. На основе известной модели дана интерпретация перехода спиновой переориентации и показано, что этот переход происходит путем двух фазовых переходов второго рода через промежуточную неколлинеарную фазу, и определены численные значения первых констант магнитной анизотропии атомов Er и Fe. Результаты представлены в [2]. Соединение Ce_2Fe_{17} является уникальным в ряду соединений Re_2Fe_{17} , где Re - ряд лантаноидов от La до Lu. При температуре ниже 205 К в нем возникает антиферромагнитное состояние, которое при понижении температуры переходит в ферромагнитное при 94 К. После радиационного воздействия, облучения быстрыми нейтронами флюенсом $\Phi = 2 \cdot 10^{19} \text{ см}^2$, произошли значительные изменения магнитного состояния: в Ce_2Fe_{17} обнаружен фазовый переход из антиферро- в ферромагнитное состояние с колоссальным ростом температуры Кюри. Последовательное облучение одного и того же образца Ce_2Fe_{17} флюенсами $\Phi = 5 \cdot 10^{18} \text{ см}^2$, $10 \cdot 10^{18} \text{ см}^2$, $15 \cdot 10^{18} \text{ см}^2$ привело к резкому росту антиферромагнитного пика. Для качественного объяснения температурной зависимости магнитной восприимчивости облученных образцов был проведен модельный расчет магнитной восприимчивости антиферромагнетика с двумя магнитными подрешетками. Предложенная модель качественно объясняет рост восприимчивости в точке Нееля существенным уменьшением (по абсолютной величине) отрицательного обменного взаимодействия (J_{12}). Показано, что при (J_{12}) > 0 и при дальнейшем увеличении J_{12} в области положительных значений этой величины должен произойти переход из антиферромагнитного состояния в ферромагнитное. Таким образом, увеличение магнитной восприимчивости и переход антиферромагнетик-ферромагнетик, которые наблюдаются в соединении Ce_2Fe_{17} при облучении, объясняются одной и той же причиной - изменением знака отрицательного обменного взаимодействия между определенными атомами железа. Полученные результаты подтверждают концепцию того, что в образцах Ce_2Fe_{17} магнитное состояние нестабильно из-за максимально коротких Fe-Fe расстояний в кристаллической решетке, сравнимых с критическим расстоянием между ФМ и АФ взаимодействием. Данный вывод подтвержден нейтронографическими исследованиями. Найдено анизотропное расширение решетки. Построение Фурье-карт атомной плотности показало, что это связано с частичным разупорядочением исходной структуры. Наблюдается обмен большого атома церия с гантелями железа и переход части атомов железа в вакантные узлы, которые

сопровождаются значительными статическими смещениями атомов из узлов решетки. Анализ межатомных расстояний обнаружил корреляцию их с магнитным состоянием образцов. Полученные результаты подтверждают концепцию того, что в образцах $\text{Ce}_2\text{Fe}_{17}$ магнитное состояние нестабильно из-за максимально коротких Fe-Fe расстояний в кристаллической решетке, сравнимых с критическим расстоянием между ФМ и АФ взаимодействием. Результаты исследования опубликованы в [3].

I.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 $\text{R}_2(\text{Fe},\text{M})_{17}$, $\text{M} = \text{Si}, \text{Al}$ compounds. Solid State Phenomena, 2009, Vol. 152-153, p. 41-44.

2.Э.З.Валиев, В.И.Воронин. Кристаллическая структура, намагниченности под-решеток и спин-переориентационный переход в соединении $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{218}$. ФТТ (в печати).

3.В.И.Воронин, А.Е.Карькин, И.Ф.Бергер, Э.З.Валиев, Б.Н.Гощицкий. Радиационное разупорядочение - как метод создания новых структурных и магнитных состояний. Международный, междисциплинарный симпозиум «Среды со структурным и магнитным упорядочением» Multiferroics-2 (23-28.09.2009, Ростов-на-Дону – п. Лоо, Краснодарский край), с. 51-54.

4.12.2 Изучение особенностей магнитных превращений антиферромагнетик – ферримагнетик и ферримагнетик – спиновое стекло в твердом теле при нанокластерном структурном разупорядочении (на примере ферритов-шпинелей и ферритов-гранатов)

Методом нейтронной дифракции изучена структура цинковых ферритов при низких температурах (до 7К) и высоких давлениях (до 44 кбар). Для нейтронографических исследований использовали порошки, полученные из массивных образцов, синтезированных по стандартным режимам, путем измельчения в агатовой ступке. Структурные параметры близки к приводимым обычно в литературе для ZnFe_2O_4 ($\text{Fd}3\text{m}$, $a = 0,8439$). Нейтронографический эксперимент проводился на дифрактометре ДИСК реактора ИР-8 РНЦ КИ. Для проведения измерений с камерой высокого давления при низких температурах до 7К использовался специализированный шахтный криостат, изготовленный в ОИЯИ. Полученные к настоящему времени результаты заключаются в следующем: при нормальном давлении и температуре ниже 10К на нейтронограммах возникают слабые антиферромагнитные рефлексy, соответствующие звезде волнового вектора типа (10^1_2) . При повышении давления эти рефлексy сохраняются, и несколько возрастает температура Нееля. При дальнейшем повышении давления они ослабевают и исчезают, но возникают новые отражения, которые можно проиндексировать в исходной ячейке ZnFe_2O_4 (без удвоения). Они соответствуют звезде волнового вектора типа (100) и исчезают при переходе в парамагнитное состояние выше 15К при давлении 44 кбар. Из этих результатов следует, что в ZnFe_2O_4 со структурой нормальной шпинели при повышении давления до 41 кбар имеет место антиферромагнитный фазовый переход с изменением звезды волнового вектора. Результаты исследования опубликованы в [1-2].

1. В.П.Глазков, В.А.Соменков, Ю.Г.Чукалкин. Магнитный фазовый переход в Zn-феррите при высоких давлениях. «Актуальные проблемы физики твердого тела». Сб. докладов IV Международной научной конференции 20-23 октября 2009 г., Минск, Изд-ль Вараксин А.Н., 2009, с. 96-97.

2. В.П.Глазков, В.А.Соменков, Ю.Г.Чукалкин. Магнитный фазовый переход в Zn-феррите при высоких давлениях. Тезисы доклада на VII Национальную конференцию «Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-био-инфо-когнитивные технологии»(РСНЭ-НБИК 16-21 ноября 2009), Москва, Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, РНЦ «Курчатовский институт», 2009, с. 316.

4.12.3. Изучение радиационной стойкости монокристалла никелида титана, легированного железом

Методом дифракции тепловых нейтронов исследовано при температуре 78К структурное состояние монокристалла $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$, облученного быстрыми нейтронами. Выбор сплава этого состава обусловлен поисками радиационно-стойкого материала с эффектом «памяти формы». Ранее, нами было установлено, что облученный быстрыми нейтронами сплав этого состава сохраняет кристаллическое состояние, что давало основание надеяться, что и эффект «памяти формы» в облученном кристалле тоже сохранится. Однако, детальный анализ структурного состояния кристалла при температуре 78К показал, Рис.1, что, обуславливающие эффект «памяти формы», мартенситные превращения в этом облученном сплаве не происходят.

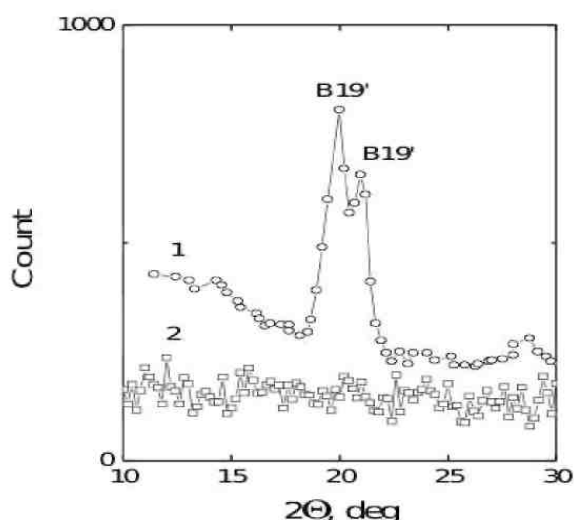


Рис. 1. Фрагменты нейтронограмм сплава $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$, измеренных при температуре 78К:
1 - необлученный образец, B19' - фаза, образовавшаяся при мартенситном превращении B2 \rightarrow B19'.
2 - облученный ($\Phi = 2,5 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$) монокристалл.

Результаты исследования опубликованы в [1].

1. В.Д. Пархоменко, С.Ф. Дубинин, В.И. Максимов. Структурное состояние радиационно-модифицированного монокристалла $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ в области низких температур. В печати.

4.12.4. Синтез и кристаллографические особенности перовскитоподобных фаз La-Sr-M-M' (M, M' = Mn, Fe, Ni)

Изучены структурные и магнитные свойства в парамагнитной области нанокерамики $LaMnO_{3+\delta}$, 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. Результаты исследования опубликованы в [1].

Методами рентгеновской и нейтронной дифракции установлено, что манганиты $Ca_{0.6-y}Sr_{0.4}La_yMnO_{3-\delta}$ с содержанием лантана $0 < y < 0.1$ имеют орторомбическую структуру, с $y = 0.15$ – тетрагональную структуру. Проведено исследование влияния катионного состава, температуры, парциального давления кислорода в газовой фазе на содержание кислорода и зарядовое состояние марганца. Отрицательные значения a показывают, что носителями заряда являются электроны. В $Ca_{0.6-y}Sr_{0.4}MnO_{3-\delta}$ при неизменном кислородном

составе в диапазоне 350 – 850К ионы Mn^{3+} образуются за счет реакции диспропорционирования $2Mn^{4+} = Mn^{3+} + Mn^{5+}$. Результаты исследования опубликованы в [2].

1. Т.И.Арбузова, В.И.Воронин, Б.А.Гижевский, С.В.Наумов, В.Л.Арбузов. Неоднородное парамагнитное состояние нанокерамики $LaMnO_{3+\delta}$, полученной методом ударно-волнового нагружения, ФТТ (в печати).

2. Е.И.Леонидова, А.А.Марков, М.В.Патракеев, И.А.Леонидов, В.Л.Кожевников, А.П.Тютюнник, В.И.Воронин, И.Ф.Бергер. Структура, кислородная нестехиометрия и электрофизические свойства манганитов $Ca_{1-x-y}Sr_xLa_yMnO_{3-\delta}$. Международный, междисциплинарный симпозиум «Порядок, беспорядок и свойства оксидов»ОДРО-12 (17-22.09.2009, Ростов-на-Дону - п. Лоо, Краснодарский край), сб. трудов, т. II, с. 9-11.

4.12.5 Индуцированный внешним полем магнитный фазовый переход в соединениях $Tb_xEr_{1-x}Ni_5$ с $0.8 < x < 1.0$

Соединения $(Tb,Er)Ni_5$ - идеальная модель XY - Изинг системы. Как известно, магнитная структура формируется за счет двух основных взаимодействий: обменного взаимодействия между спинами магнитных атомов и магнитно-кристаллической анизотропии. Когда энергия обмена значительно превосходит по величине энергию анизотропии (как это имеет место в сплавах железа), взаимная ориентация магнитных моментов определяется обменным взаимодействием, а их ориентация относительно кристаллографических осей - магнитной анизотропией. Как будут упорядочиваться магнитные моменты, если энергия анизотропии существенно превосходит энергию обмена, что реализуется, например, в соединениях типа RNi_5 ? С этой целью проведены измерения намагниченности, восприимчивости, теплоемкости и дифракции нейтронов на интерметаллических соединениях $Tb_xEr_{1-x}Ni_5$, обладающих конкурирующими (XY - Изинг) типами магнитной анизотропии. В результате измерений установлено, что в магнетиках, в которых энергия магнитной анизотропии превосходит по величине обменную энергию, взаимная ориентация магнитных моментов обусловлена направлениями их собственных осей легкого намагничивания.

Рис. 1 показывает температурные зависимости проекций магнитного момента редкоземельного иона на а и с оси гексагонального кристалла $Tb_{0.5}Er_{0.5}Ni_5$. При понижении температуры образца, сначала (при 10 К) упорядочиваются спины Tb ионов, а затем (при 4 К) спины Er ионов, при этом первые ориентированы параллельно своей оси легкого намагничивания (базисная плоскость), а вторые - вдоль своей легкой оси (с-ось).

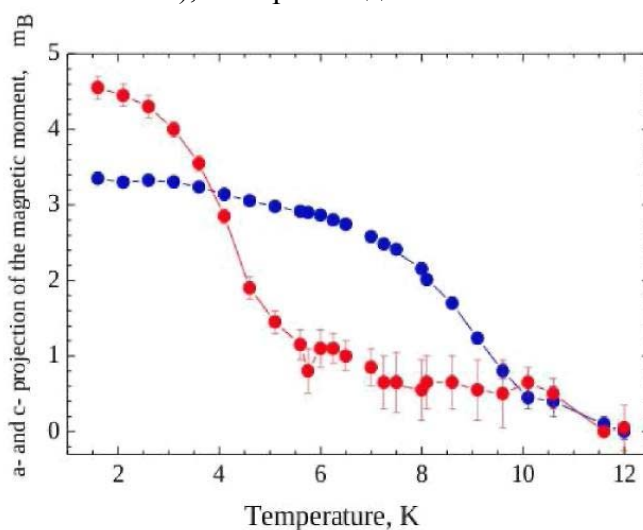


Рис. 1. Температурные зависимости проекций магнитного момента редкоземельного иона на а и с оси гексагонального кристалла $Tb_{0.5}Er_{0.5}Ni_5$.

Основные результаты опубликованы в [1].

1. 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. Tb_xEr_{1-x}Ni₅ compounds: An ideal model system for competing Ising-XY anisotropy energies. Phys. Rev. B, 2009, 79, 174412.

4.12.6 Магнитная структура соединений La_{1-x}Tb_xMn₂Si₂

Тройные интерметаллические соединения типа RM₂X₂, где R - редкоземельный ион, M - 3d, 4d или 5d-переходный металл X - Si или Ge, показывают широкое многообразие физических свойств от сверхпроводимости до магнетизма и тяжело-фермионного состояния. Эти соединения можно рассматривать как природные сверхрешетки, так как атомы трех металлов образуют чередование плоскостей -R-X-M-X-R-, перпендикулярных оси с тетрагонального кристалла. Яркой закономерностью, реализуемой в соединениях RM₂X₂, является отчетливая корреляция между типом меж-слоевого магнитного упорядочения и межатомным Mn-Mn расстоянием в базисной плоскости d_{Mn-Mn} . Если это расстояние больше критического расстояния $d_{cr} \ll 2.85$ 4- 2.87 Å, то магнитные моменты атомов Mn упорядочиваются вдоль оси с ферромагнитно, при меньшем расстоянии имеет место антиферромагнитное упорядочение. Природа этой корреляции пока не выяснена. Ориентируясь на эту проблему, мы провели нейтронографическое исследование соединений La^xDy^{1-x}Mn₂Si₂, в которых расстояние d_{Mn-Mn} сильно зависит от концентрации x. В результате измерений установлено, что в системе соединений La_{1-x}Dy_xMn₂Si₂ (0 < x < 1) происходят при изменении концентрации x магнитные фазовые переходы и реализуются, как показано на Рис. 1, четыре магнитные структуры: F, F', AF и F''. Упорядочение F - это ферромагнитное меж-слоевое упорядочение моментов Mn атомов. Структура F' соответствует ферромагнитному порядку моментов атомов Mn вдоль с-оси и антиферромагнитно ориентированным к ним моментам ионов Dy. Структура AF - это антиферромагнитный меж-слоевой порядок моментов Mn атомов и ферромагнитный порядок Dy-моментов. Упорядочение F'' можно описать как ферромагнитный меж-слоевой и внутри-слоевой порядок Mn моментов наряду с ферромагнитным упорядочением Dy моментов. Установление ферро- и антиферромагнитного меж-слоевых порядков строго коррелирует с соотношением между расстояниями d_{Mn-Mn} и d_{cr} .

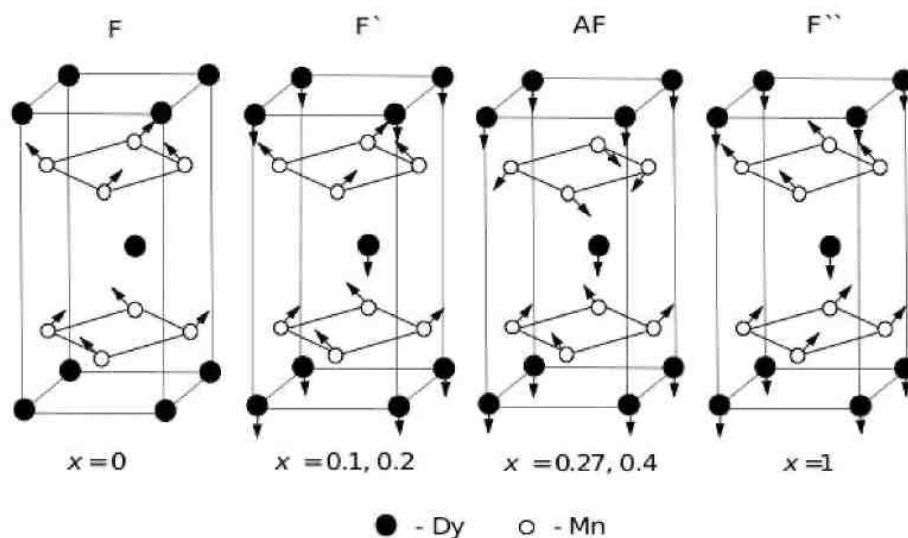


Рис. 1. Магнитные структуры соединений La_{1-x}Tb_xMn₂Si₂ при T = 4.2K.

Результаты исследования опубликованы в [1].

1. E.G.Gerasimov, Yu.A.Dorofeev, A.N.Pirogov, V.S.Gaviko, N.V.Mushnikov. Magnetic phase transitions in $\text{La}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ ($0 \leq x \leq 1$) compounds. J. Phys.: Conference Series.

4.12.7 Исследование атомной структуры и магнетизма монокристалла Y_3Co

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. Изучены наиболее вероятные модели модификации физических свойств бинарного соединения. Показано, что ниже температуры перехода металл-полупроводник становится вероятным возникновение в соединении Y_3Co магнитных корреляций, которые увеличиваются по мере приближения $T \rightarrow 0$, Рис. 1.

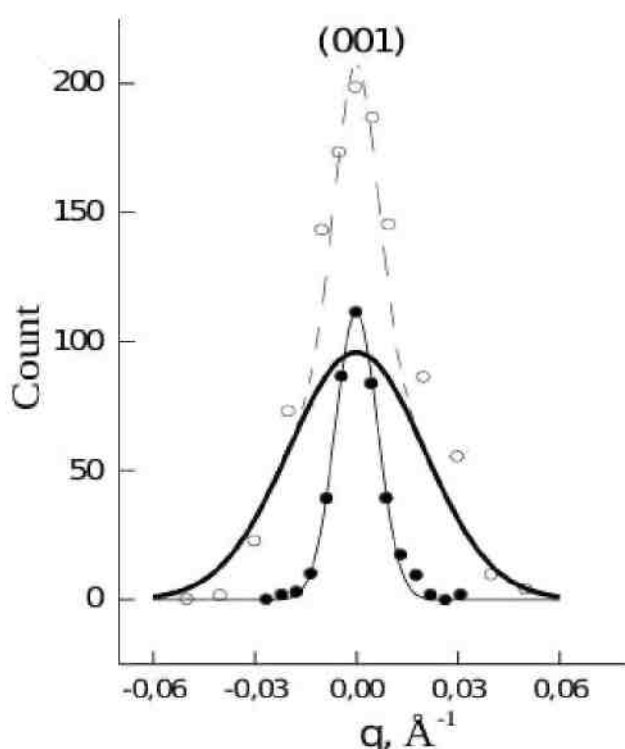


Рис. 1. Картины нейтронной дифракции кристалла Y_3Co , измеренные вдоль направления $[010]$ относительно точки обратной решетки (001) . Светлыми и темными кружками показаны профили дифракционного максимума при 78К и 170К, соответственно. Жирной сплошной линией представлен профиль пика, отвечающий разности низкотемпературной и высокотемпературной картин рассеяния.

Результаты исследования опубликованы в [1].

1. С.Ф.Дубинин, В.И.Максимов, В.Д.Пархоменко. Особенности электронного и магнитного состояния бинарного соединения Y_3Co в системе твердых растворов $(\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x)_3\text{Co}$. ФТТ, в печати.

4.12.8 Кристаллическая и магнитная структура TbNi_2Mn

Недавно в литературе были приведены данные магнитных измерений новых интерметаллических соединений RNi_2Mn . Их температура Кюри T_c оказалась значительно выше, а спонтанный магнитный момент ниже, чем T_c и спонтанный момент исходных соединений RNi_2 и RMn_2 . Чтобы выяснить какие вклады формируют температуру Кюри этих соединений, проведено нейтронографическое исследование интерметаллида TbNi_2Mn , как имеющего наиболее высокую температуру Кюри по сравнению с другими соединениями

RNi_2Mn . В результате исследования установлено, что магнитная структура соединения $TbNi_2Mn$ описывается волновым вектором $\kappa = 0$ и базисными функциями неприводимого представления τ_5 пространственной группы $F43m$. Средний магнитный момент Tb ионов антипараллелен моментам Mn и Ni атомов. Именно наличие магнитного момента на атомах никеля обусловило рост T_c соединения $TbNi_2Mn$ по сравнению с T_c исходных соединений $TbNi_2$ и $TbMn_2$.

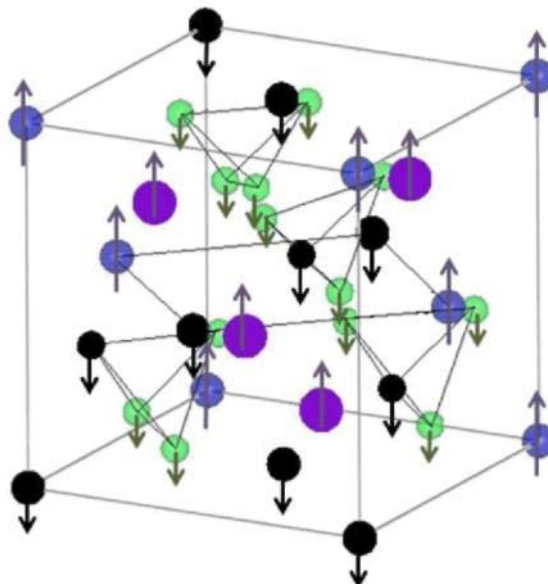


Рис. 1. Магнитная структура соединения $TbNi_2Mn$. Сиреневые кружки – ионы тербия, черные кружки – атомы марганца, зеленые кружки – атомы никеля. Стрелки указывают направления средних магнитных моментов.

Основные результаты опубликованы в [1].

1. N. V. Mushnikov, V. S. Gaviko, J. Park, A. N. Pirogov. Crystal and magnetic structure of $TbNi_2Mn$. Phys. Rev. B 79 (2009) 184419.

4.12.9 Влияние легирования ионами никеля на структурное состояние кристалла оксида цинка

Методом нейтронной дифракции и магнитных измерений исследовалась тонкая структура кристалла гексагонального оксида цинка, легированного ионами никеля – $Zn_{1-x}Ni_xO$. Установлено, что даже при очень низких уровнях легирования ($x = 0.0004$) в кристалле существуют локальные деформации в базисных плоскостях исходной гексагональной решетки. Предполагается, что локальные искажения являются источниками формирования ферромагнетизма в соединениях данного класса. Впервые получены аргументы в пользу того, что в данном соединении в широком температурном интервале существуют локальные деформации в базисных плоскостях исходной гексагональной решетки. Например, при комнатной температуре размер структурной неоднородности составляет 15 нм, Рис. 1а. Однако ниже температуры 230К имеет место эффект возрастания амплитуды атомных смещений и размеров структурной неоднородности Рис. 1б, который, по нашему мнению, является следствием самоорганизации кристаллической решетки.

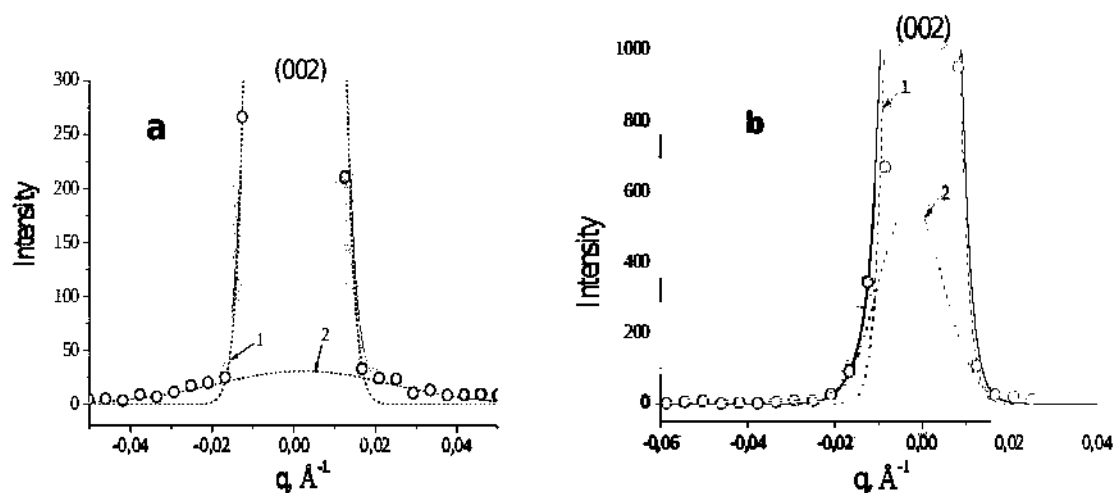


Рис.1. Профили основания рефлекса (002), измеренные вдоль направления [010] при 300К – а и при 170К – б, на картинах нейтронной дифракции кристалла $Zn_{1-x}Ni_xO$: пунктирными кривыми 1 указана инструментальная часть брэгговского пика; пунктирной кривой 2 показана диффузная составляющая максимума (002).

Результаты исследования опубликованы в [1].

1. 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.

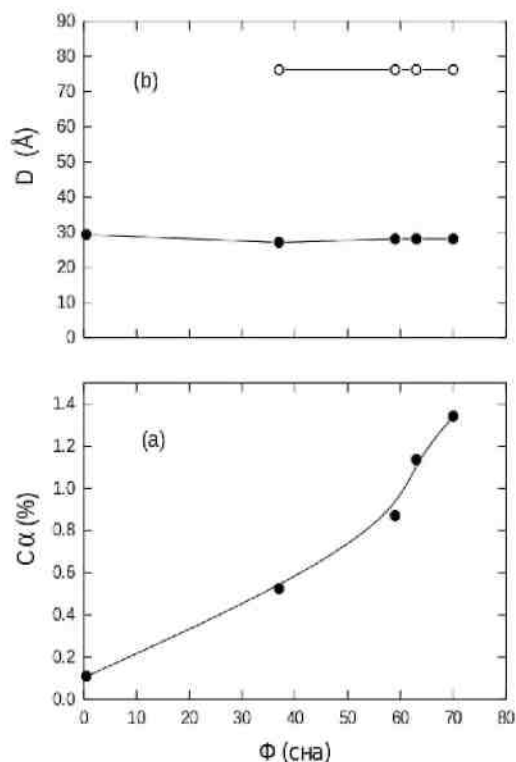
4.12.10. Изменение структуры и физико-механических свойств стали после длительного радиационно-термического воздействия

В процессе эксплуатации ядерного реактора на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем БН-600 выяснилось, что конструкционные материалы элементов активной зоны (оболочки ТВЭЛ, ТВС, стержни и направляющие СУЗ и АЗ и т.д.) на основе аустенитных хромо-никелевых сталей под воздействием высоких флюенсов быстрых нейтронов и температур ускоренно теряют структурную стабильность; существенно ухудшаются их механические свойства, а распухание отдельных элементов активной зоны может достигать 10-30 %. Поэтому актуальность систематических исследований поведения различных материалов в условиях реальной эксплуатации БН-600, направленных в конечном итоге на продление их ресурса, сомнений не вызывает.

Аустенитные нержавеющие стали, как известно, являются метастабильными твердыми растворами. Образующиеся в процессе распада дисперсные выделения карбидных, нитридных, интерметаллических и других фаз в значительной степени определяют весь комплекс физико-механических служебных свойств сталей. Метод электронной микроскопии, широко используемый для исследования микроструктуры облученных материалов, далеко не всегда позволяет идентифицировать образующиеся выделения. В ряде случаев, определенные преимущества имеют магнитные методы. Исследования магнитных свойств облученных нейтронами нержавеющих сталей представляют интерес и в связи с их возможным использованием в термоядерных реакторах.

В связи с изложенным выше была разработана и реализована методика измерений магнитных свойств высокорadioактивных образцов нержавеющих сталей; отработаны способы обработки экспериментальных данных. Измерено большое количество (~ 50 шт.) образцов оболочек ТВЭЛов реактора БН-600, облученных быстрыми нейтронами до доз ~70 смещений на атом (сна) при различных температурах (370÷600°С). Показано, что облучение приводит к образованию микрообластей ферромагнитной α' -фазы размером (30 ÷ 80) Å, концентрация которых возрастает по мере увеличения дозы, достигая ~ 1.5 % (см. Рис.).

Изменения магнитных свойств нержавеющей сталей при облучении хорошо коррелируют с изменениями ряда служебных характеристик сталей. Анализ показал, что образование ферромагнитных микрообластей при облучении быстрыми нейтронами является свойством внутренне присущим аустенитным сталям на основе железа. Этот эффект проявляется при образовании радиационных повреждений, ведущих к локальному увеличению расстояния между атомами железа, превышающему некое критическое.



Результаты исследования опубликованы в [1-3].

1. Мосин А.М., Козлов А.В., Щербаков Е.Н., Чукалкин Ю.Г., Панченко В.Л., Шихалев В.С., Яговитин П.И. Влияние деформационного воздействия на изменение структуры, физических и магнитных свойств аустенитной стали типа X18H10T.- В кн.: 8-й Междун. Уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов»: Тез. докл. Снежинск, 23 февраля – 1 марта 2009, с. 19-20.
2. Щербаков Е.Н., Мосин А.М., Евсеев М.В., Панченко В.Л., Портных И.А., Глушкова И.В., Чукалкин Ю.Г., Козлов А.В. Влияние радиационного воздействия на изменение структуры, физических, механических и магнитных свойств аустенитной стали типа X18H9.- В кн.: 8-й Междун. Уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов»: Тез. докл. Снежинск, 23 февраля – 1 марта 2009, с. 41-42.
3. Е.Н. Щербаков, А.М. Мосин, М.В. Евсеев, В.Л. Панченко, И.А. Портных, С.А. Аверин, Л.П. Синельников, А.В. Козлов, Ю.Г. Чукалкин. Изменение структуры и физико-механических свойств стали X18H9 после длительного радиационно-термического воздействия. Тезисы доклада на V Российскую научно-техническую конференцию «Физические свойства металлов и сплавов», Екатеринбург, ноябрь 2009. с. 121.

Направление 5:

Современные высокоинтенсивные источники нейтронов. Модернизация, разработка и создание приборной базы.

Проект 5.1.

Создание приборного оснащения высокопоточного реактора ПИК.

Руководитель проекта: проф. В.В. Федоров

ПИЯФ РАН: проф. В.А. Трунов, А.П.Булкин, д.ф.-м.н. В.Т.Лебедев, к.ф.-м.н. Г.П.Гордеев, к.ф.-м.н. В.В.Рунов, проф. Р.Ф.Коноплева, к.ф.-м.н. О.П.Смирнов., к.т.н. А.Ф.Щебетов, к.ф.-м.н. Ю.П.Черненко, к.ф.-м.н. В.А.Чеканов, к.ф.-м.н. Н.К.Плешанов, к.ф.-м.н. В.Г.Сыромятников, к.ф.-м.н. В.А.Кудряшов, к.ф.-м.н. С.В.Григорьев.

ФТИ им. А.Ф.Иоффе: проф. С.Б.Вахрушев.

ГНЦ КИ: к.ф.-м.н. Г.Ф.Сырых.

ИФТ ВАН (Венгрия) докт. Д. Торок

5.1. Проверка вакуумных кожухов формирователей нейтронного пучка порошкового дифракционного комплекса на 9 канале реактора ПИК.

Кожуха проверены, изготовлены недостающие детали.

5.2. Разработка и изготовление оборудования нейтронного канала №9а и нейтронного дифрактометра для исследования веществ при высоких давлениях (ДВД) на реакторе ПИК:

5.2.1. Сборка дифрактометра ДЗ для исследований при высоких давлениях (ДВД)

Закончена сборка детекторного кольца дифрактометра ДЗ для реактора ПИК (Рис.1,2).



Рис.1. Кольцевой детектор с коллиматорами. Вид вдоль оси детекторной системы.

Создана и проходит испытания камера высокого давления.

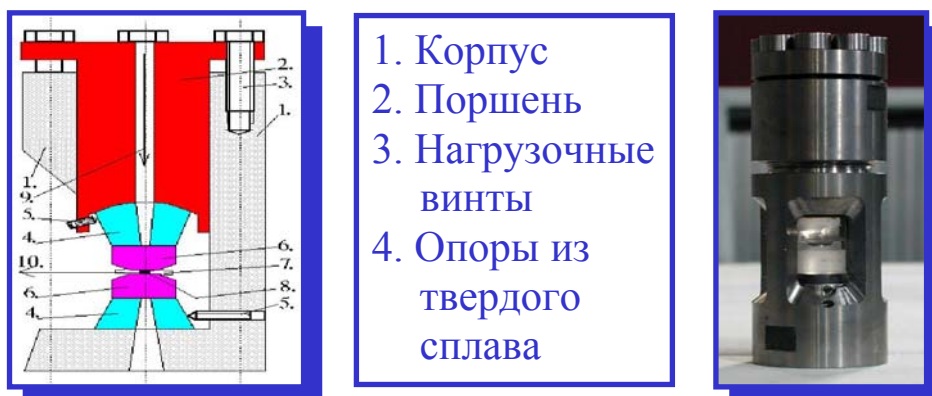


Рис.2. Камера с сапфировыми наковальнями для создания давлений до 70 кбар.

5.2.2. Окончание изготовления оптического тракта канала ГЭК 9а.

Полностью напылены все оптические элементы для тракта канала ГЭК 9а реактора ПИК, на котором будет размещен нейтронный дифрактометр для исследования веществ при высоких давлениях (ДВД).

5.3. Разработка и изготовление системы перемещения дифрактометра для оптимизации изучаемого диапазона межплоскостных расстояний в исследуемых образцах.

5.3.1. Разработка и создание низкотемпературного узла образца.

Для работы при низких температурах на основе криорефрижератора фирмы Sumitomo Heavy Industries был разработан и изготовлен низкотемпературный узел образца. Общий вид низкотемпературного узла показан на Рис.3.

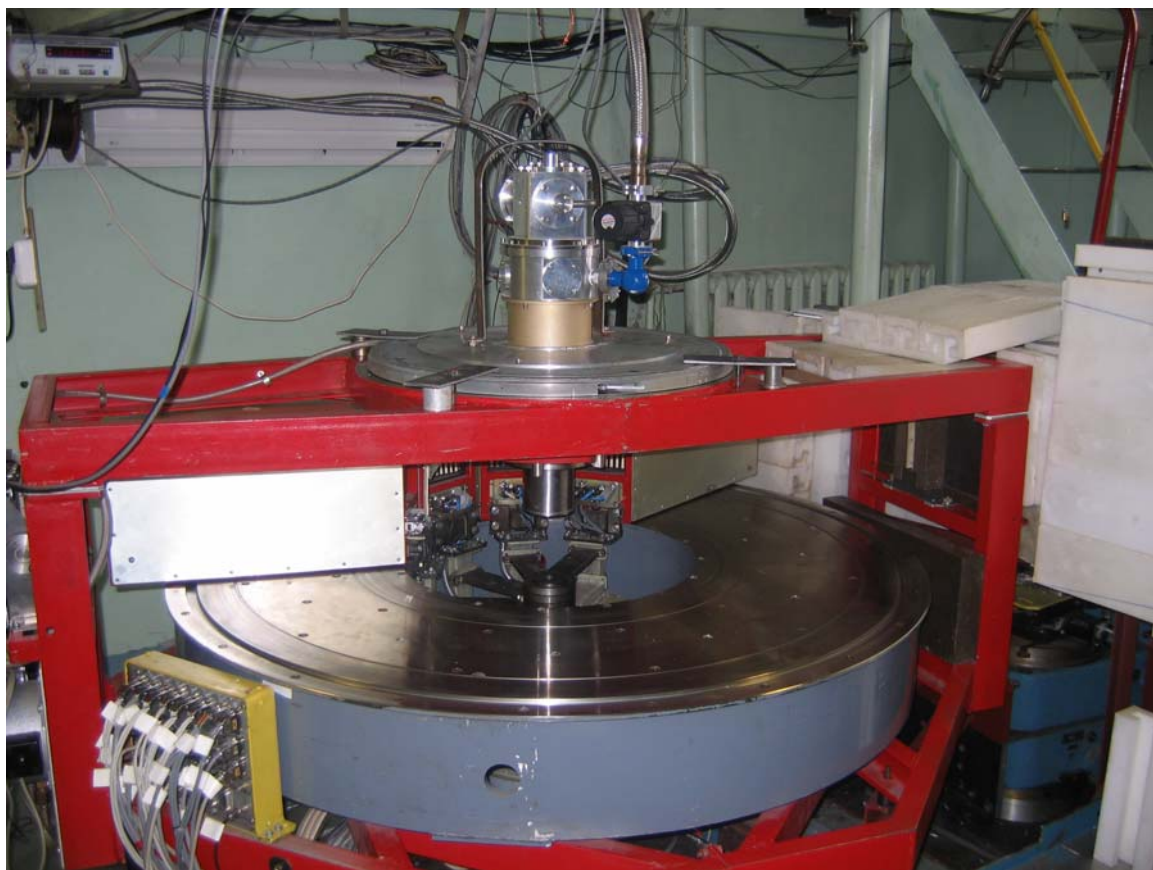


Рис.3.

Этот узел представляет собой держатель ампулы образца, который прикреплен к фланцу второй ступени крио рефрижератора. Держатель ампулы образца окружен вакуумным колпаком со стенками из ванадия. Между вакуумным колпаком и держателем размещен тепловой экран, соединенный с первой ступенью крио рефрижератора. Тепловой экран изготовлен также из ванадия. На держателе ампулы образца был установлен нагреватель и температурный датчик. Тестовые испытания низкотемпературного узла образца показали возможность работы в диапазоне температур от 2.5К до 300К. Используя разработанный низкотемпературный узел образца, был проведен ряд дифракционных экспериментов. Результаты этих экспериментов обрабатываются.

5.3.2. Разработка и создание систем юстировки высокотемпературного и низкотемпературных узлов образца

Для юстировки низкотемпературного и высокотемпературного узла образца на 48 детекторном 4-х секционном порошковом дифрактометре был разработано и изготовлено юстировочное опорное устройство, перемещение которого обеспечивается с помощью воздушных подушек. Общий вид юстировочного опорного устройства показан на Рис.4.

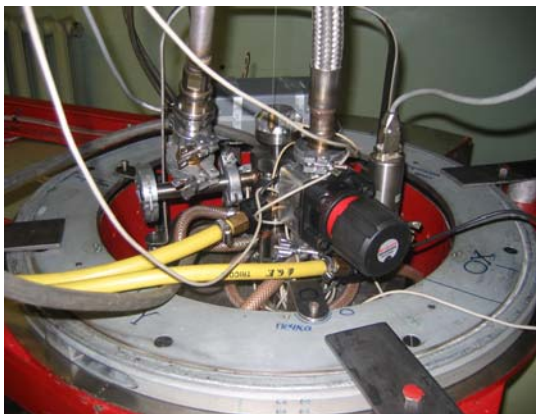


Рис.4.

Это опорное устройство позволяет плавно перемещать и юстировать низкотемпературный или высокотемпературный узел образца в двух взаимно перпендикулярных направлениях с точностью ± 0.5 мм и таким образом совместить ось исследуемого образца с осью дифрактометра. Используя разработанное юстировочное устройство, был проведен ряд дифракционных экспериментов. Результаты этих экспериментов обрабатываются.

5.3. Рефлектометр с вертикальной плоскостью рассеяния “Реверанс”.

5.3.1. Перевод системы управления перемещениями в стандарте «Камак» на модули с распределенными параметрами измерение эффективности отдельных каналов анализатора.

Заменена электроника управления движениями в стандарте “КАМАК” на модули с распределенными параметрами, исполненными в “свободном конструктиве” с микропроцессорным управлением (12 модулей с источниками питания). Проведена проверка и отладка их работы на установке (см. рис. 1).

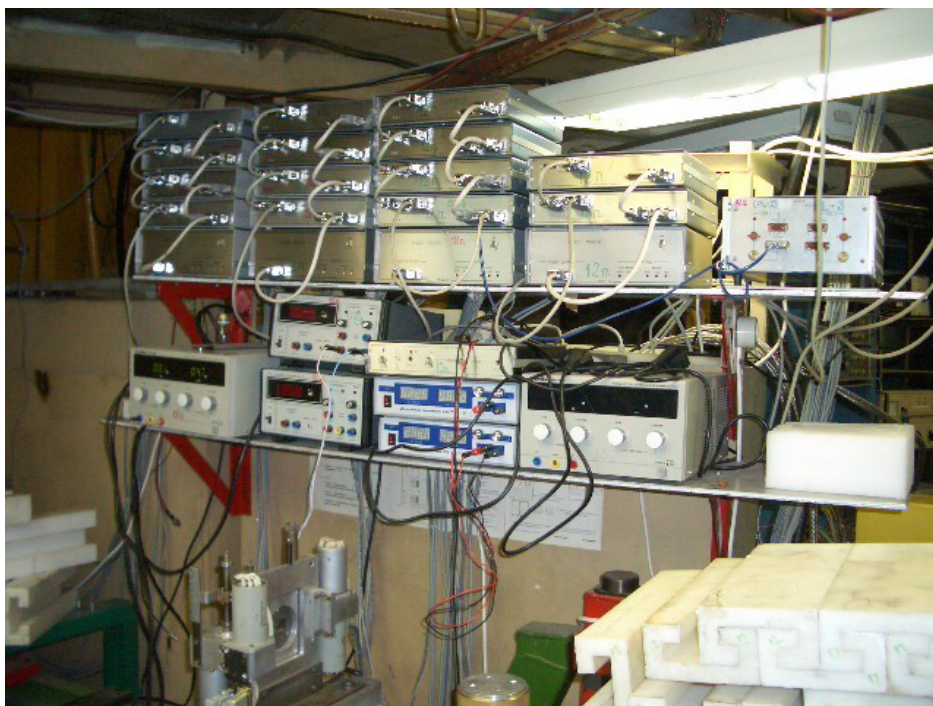


Рис. 1

5.3.2. Модернизация анализатора поляризации.

Модернизирован анализатор поляризации. Из-за низкой пропускной способности нейтроно-оптической части анализатора она заменена на систему веерообразно расположенных изогнутых зеркал при сохранении габаритных размеров оптической части (см. снимок 2)

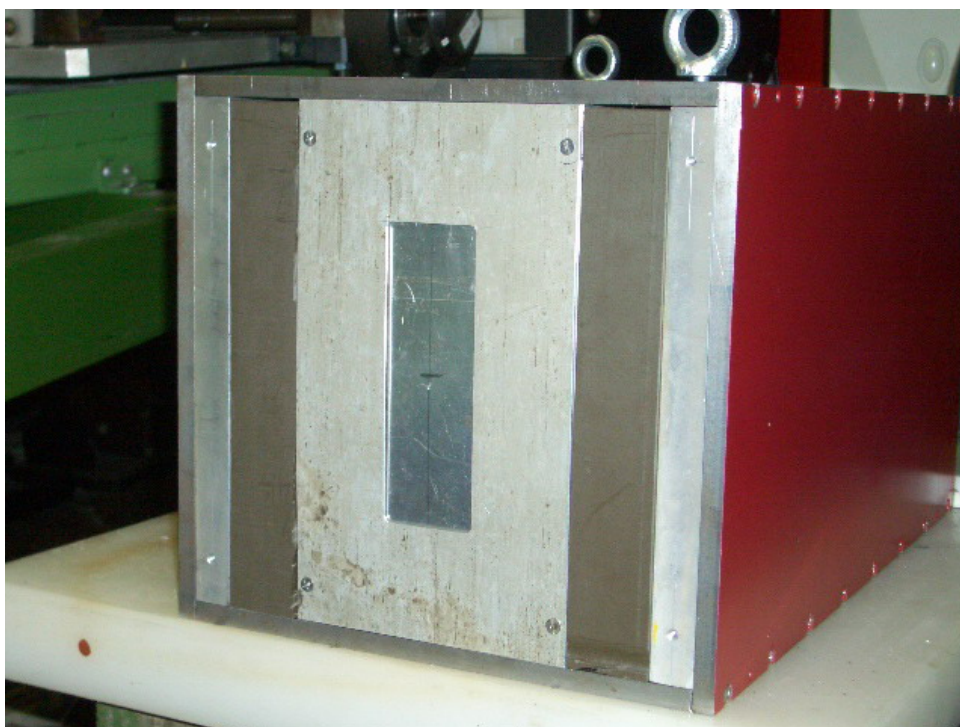


Рис. 2.

5.4. Установка малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов «Вектор»

5.4.1. Монтаж и тестирование ПЧ детектором с окном 300x300 мм² и анализатора поляризации нейтронов на суперзеркала с остаточным намагничиванием.

Позиционно-чувствительный детектор с окном 300x300 мм² установлен на пучке №4 на установке ВЕКТОР. Ведется тестирование: отладка электроники; определение рабочих параметров ПЧД; стабильности и пр.

Электроника создана в ПИЯФ (Отдел автоматизации экспериментов на реакторе, руководитель Соловей В.А.). Разработан и изготовлен модуль регистрации данных с позиционно чувствительного детектора в стандарте PCI 2.2. Модуль принимает следующие логические сигналы от позиционно чувствительного детектора – Анод (Start), два сигнала по координате X (Stop X1 и Stop X2), два сигнала по координате Y (Stop Y1 и Stop Y2). Модуль выполнен на основе цифрового преобразователя время код микросхемы TDC-GPX (используется в режиме 4 канального преобразователя время-код), в состав модуля также входят две FPGA микросхемы большой степени интеграции семейства ACEX и одна микросхема FPGA семейства Max-II, также в состав модуля входит FIFO память 256к*16. PCI интерфейс выполнен на основе микросхемы PCI-9030.

Для обеспечения работы модуля регистрирующей электроники был разработан драйвер для обеспечения возможности работы под управлением OS Windows XP, также было разработано программное обеспечение обеспечивающее работу модуля в тестовом режиме, набор данных с координатно чувствительного детектора, сохранение данных, визуализацию данных в разных режимах в том числе вывод 2D и 3D графиков, первичную обработку данных.

Достигнуты следующие основные характеристики:

- мертвое время модуля – 3 мкс
- содержит 4 преобразователя время код с общим стартом
- дифференциальная нелинейность преобразователя время код <5%
- число каналов преобразователя время-код – 4096

Разработан, изготовлен и, в настоящее время, идет монтаж координатора анализатора поляризации, который будет установлен на ПЧД.

5.5. Реализация схемы SESANS с векторным поляриметром.

5.5.1. Разработка программного обеспечения автоматизации эксперимента.

Создание и испытание узлов пи- вращателей для размещения в магнитах спин-эхо прибора.

В среде Delphi создана управляющая программа, обеспечивающая:

- а) съем информации с 3-х детекторов и управление источниками питания магнитов, флипперов, π и $\pi/2$ вращателей;
- б) визуализацию текущего состояния эксперимента в численном и графическом видах;
- в) хранение и первичную обработку результатов измерений.

Спроектированы, созданы и оттестированы несколько типов вращателей поляризации как адиабатических, так и неадиабатических. Изготовлено и отлажено устройство, совмещающее в себе функции флиппера для режима “векторного анализа” и $\pi/2$ вращателя для режима SESANS. Проверена возможность использования в качестве одного из $\pi/2$ вращателей выходного устройства 3D поляриметра.

5.6. Модернизация Малоуглового дифрактометра "Мембрана"

5.6.1. Разработка программы управления параметрами модулей усиления и формирования сигнала детекторов, тестирование программы при работе детекторов с автономным источником нейтронов.

Разработка механических модулей для установки двумерного детектора.

Создан алгоритм и разработана программа управления параметрами модулей усиления и формирования сигнала детекторов. Программа написана в среде разработки приложений для CI LabWindows/CVI (National Instruments) для настройки и измерения интенсивностей счета нейтронов на гелиевых счетчиках, входящих в общий блок детектирования дифрактометра "Мембран-2". Проведено тестирование программы на системе детекторов (50 счетчиков) при настройке с использованием радиоэго-полониевого источника нейтронов, окруженного замедлителем. В процессе измерения амплитудных спектров сигналов при регулировке порогов индивидуально для каждого счетчика были достигнуты оптимальные условия измерений (минимизация уровня шумов при сохранении интенсивностей регистрируемых нейтронов). Были отработаны режимы модулей высокого напряжения при ручном и автоматическом управлении модулем. Проведено тестирование функций программы по отображению и записи данных (амплитудных спектров). Использование программы позволяет качественно улучшить экспериментальные возможности дифрактометра за счет более точной (автоматической) подстройки порогов и напряжений на детекторах, что планируется использовать в детекторе дифрактометра "Мембрана-3" на ректоре ПИК. Для работы дифрактометра в режимах высокого и среднего разрешения разработаны механические модули для установки и перемещения двумерного детектора, проведено проектирование специализированного узла образца для работы с двумерным и линейным детекторами, вакуумной системы для проводки пучка нейтронов к образцу, блока позиционирования мониторов и позиционно-чувствительного детектора - многопроволочной пропорциональной камеры, наполненной газовой смесью $^3\text{He}/\text{CF}_4$, с катодным съемом данных на линию задержки.

Публикации: В.А. Андреев, Г.А. Ганжа, Е.А. Иванов, Д.С. Ильин, С.Н. Коваленко, М.Р. Колхидашвили, А.Г. Крившич, А.В. Надточий, В.В. Рунов, В.А. Соловей, Г.Д. Шабанов. Производство позиционно-чувствительных детекторов тепловых нейтронов в ПИЯФ РАН. Принято к публикации в журнал ФТТ.

5.7. Многороторный время-пролетный спектрометр

5.7.1. Разработка нейтроноводной и коллимирующей системы спектрометра, оптимизация геометрии прибора.

Оптимизирована геометрия роторной системы (Ch1-Ch4), на основании этого были определены длины коллиматорных (нейтроноводных) вставок между роторами. Степень монохроматизации нейтронов задавалась скоростями вращения 1-го и 4-го прерывателей (Ch1, Ch4) на расстоянии L_{14} , Ch2 регулировал частоту повторения импульсов для фильтрации коротковолновых и длинноволновых нейтронов, Ch3 (зонный чоппер) синхронизировали со 2-ым прерывателем для получения полосы длин волн. Полная база L_f (Ch1-детектор) задавала разрешение прибора по энергии ΔE . База монохроматизации L_{14} (Ch1-Ch4), база образец-детектор L_{sd} и дистанция L_{4s} (Ch4-образец) рассчитаны из уравнений, связывающих интенсивность и разрешение с падающей длиной волны $\lambda = \lambda_0$, скоростью вращения роторов, значениями длительности импульсов, длинами баз. В итоге найдены базы: $L_{14} = 18.30$ м; $L_{sd} = 4.35$ м; $L_{4s} = 1.35$ м, $L_{12} = 1.00$ м и $L_{13} = 11.00$ м при общей длине прибора $L_f = 24$ м. Базы перекрываются нейтроноводными вставками (покрытие ^{58}Ni , сечение 80×25 мм²), коллимация пучка на образце составляет $\sim 30^\circ$ по горизонтали и $\sim 10^\circ$ по вертикали. Период повторения импульсов ($\sim \lambda_{\text{max}} \cdot L_{sd}$) выбран для максимальной длины волны, плотность потока на образце задана уравнением $I_s = \Phi(\lambda_0)(2\pi\hbar/m)^2 F/\lambda_{\text{max}}$, где фактор

$F = \tau_1 \cdot \tau_4 / L_{14} \cdot L_{sd}$ зависит от длительности импульсов Ch1 и Ch4 и баз, $\Phi(\lambda_0)$ – плотность потока на входе прибора, m - масса нейтрона. При заданной интенсивности и величинах λ_0, λ . минимизировали разрешение $\Delta E = \Delta t_d (2\pi\hbar)^3 / (L_{sd} m^2 \lambda^3)$, где $\Delta t_d = \{[\delta L \cdot \lambda \cdot L_{14} \cdot (m/2\pi\hbar)]^2 + (b \cdot \tau_1)^2 + (c \cdot \tau_4)^2\}^{1/2} / L_{14}$ - ширина импульса на детекторе, коэффициенты $b = (L_{4s} + L_{sd} \cdot \lambda^3 / \lambda_0^3)$, $c = (L_{14} + L_{4s} + L_{sd} \cdot \lambda^3 / \lambda_0^3)$. Для длительностей импульсов $\tau_1 = 195 \mu s$ и $\tau_4 = 139 \mu s$ при максимальной частоте прерывателей (200 Гц) разрешение спектрометра составляет $\Delta E/E_0 \sim 2-11 \%$ в диапазоне длин волн $24 \geq \lambda_0 \geq 4 \text{ \AA}$. По результатам готовится публикация.

5.8. Низкотемпературная гелиевая петля.

5.8.1. Разработать функциональную схему измерительно-вычислительного комплекса для низкотемпературной гелиевой петли на реакторе ПИК.

Разработана функциональная схема измерительно-вычислительного комплекса (ИВК) для низкотемпературной гелиевой петли на реакторе ПИК с использованием современной элементной базы. ИВК состоит из измерительного блока, конфигурация которого зависит от выполняемого эксперимента, блока контроля рабочих параметров канала и блока аварийной сигнализации.

5.9. Развитие нейтронной рефлектометрии с векторным анализом поляризации.

5.9.1. Оснащение нейтронного рефлектометра НР-4М (пучок 13 реактора ВВР-М) управляемыми источниками тока, юстировочным столом, двойным магнитным экраном.

Приобретение управляемого источника тока, а также разработка и изготовление немагнитного юстировочного стола с управляющей электроникой и программным обеспечением, а также изготовление рабочего магнитного экрана оказалась невозможной из-за отсутствия финансирования.

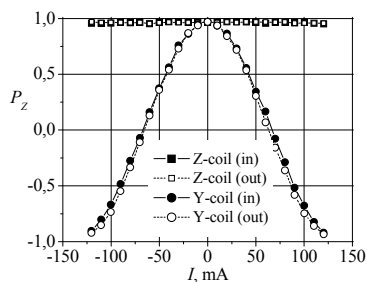


Рис. 1 Зависимости P_Z от токов катушек входного (in) и выходного (out) вращателей спина

Для испытаний были использованы источники тока с соседнего пучка и прототип магнитного экрана. Для временной схемы были произведены калибровка токов и тестовые измерения 3 компонент вектора поляризации отраженного монохроматического пучка (Рис. 1).

В отсутствие образца деполяризационная матрица

$$D_0 = \begin{pmatrix} 0.944 \pm 0.004 & 0.030 \pm 0.006 & 0.005 \pm 0.006 \\ 0.004 \pm 0.006 & 0.928 \pm 0.004 & 0.007 \pm 0.006 \\ 0.008 \pm 0.006 & 0.013 \pm 0.006 & 0.955 \pm 0.004 \end{pmatrix}$$

почти диагональна, что свидетельствует о практически полном совпадении направлений поляризации с взаимно перпендикулярными осями. Максимальная поляризация 0.955; при вращении вектора поляризации к двум другим осям наблюдается небольшая деполяризация из-за неполной монохроматичности пучка. При прохождении пучков через образец поликристаллического никеля получено уменьшение компонент поляризации с отношением экспоненциальных индексов 1.5 ± 0.1 , что соответствует «закону 3/2») и свидетельствует о нормальной работе установки в режиме векторного анализа поляризации (по временной схеме).

Для проверки работоспособности рефлектометра в режиме векторного анализа поляризации были проведены измерения деполяризации при прохождении через образец поликристаллического никеля (таблетка спрессованного порошка, отожженного в атмосфере водорода в течение 24 часов для получения изотропного магнитного состояния). Для такого

образца теория предсказывает различное экспоненциальное уменьшение поляризации пучков, поляризованных вдоль пучка (по оси X) и поперек пучка (скажем, по оси Z), с отношением показателей экспонент: $\alpha = \ln(P_Z / P_Z^0) / \ln(P_X / P_X^0) = 3/2$ («закон 3/2»). В результате измерений было получено $\alpha = 1.5 \pm 0.1$, что в данном случае свидетельствует о нормальной работе установки.

5.10. Создание нейтронно-оптических поляризаторов и анализаторов с повышенной пропускной способностью и поляризующей эффективностью.

5.10.1 Изготовление и тестирование многослойных поляризующих нейтронных суперзеркал и монокроматоров нового типа. Разработка многоканальных нейтронных поляризаторов и анализаторов.

Был изготовлен монокроматор на основе трех химически различных слоев. При использовании титановых прослоек наблюдалось увеличение поляризующей эффективности монокроматоров. Оптимизация монокроматора не была произведена из-за перегруженности напылительной установки. Было изготовлено поляризующее нейтронное суперзеркало с титановыми прослойками, с использованием антиотражающего подслоя. Получено рекордно высокое спектральное флип-отношение для отраженного пучка (более 500; точное определение флип-отношения в настоящее время невозможно из-за неточности в определении поляризации падающего пучка и поляризующей эффективности флиппера). Данные результаты (Рис.2.) являются рекордными, несмотря на то, что оптимизация суперзеркала не была произведена - по той же причине: перегруженность напылительной установки.

Для рефлектометра НР-4М (пучок 13 ВВР-М) была изготовлена специальная защита для ПЧД с целью минимизации фона. Детектор ПЧД был установлен на пучке 5; получены параметры детектора для сравнения с аналогами. Далее ПЧД был установлен на пучке 13-а; совместно со специалистами из ОИЯИ определено, что состояние детектора рабочее.

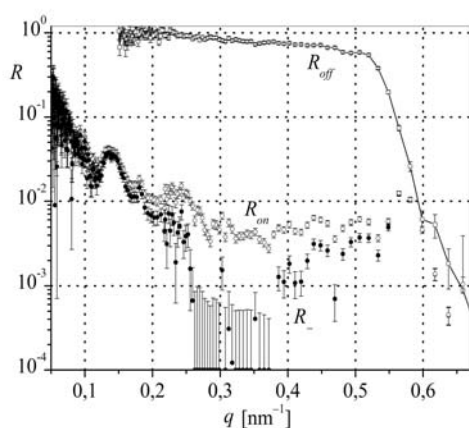


Рис. 2. Зависимость коэффициента отражения нейтронов со спином «вниз» суперзеркала CoFe/Ti/TiZr/Ti на подслое TiZrGd до (R_{on} , светлые кружки) и после (R_- , черные кружки) коррекции на поляризацию падающего пучка и эффективность флиппера; R_{off} - коэффициент отражения нейтронов со спином «вверх». Те величины R_- , которые после коррекции ниже 10^{-4} , заменены на 10^{-4} ; статистические ошибки при этом не менялись.

При использовании кристаллических монокроматоров для вывода нейтронного пучка возникает проблема контаминации монокроматического пучка нейтронами высших порядков отражения. Для решения этой проблемы был предложен фильтр, который одновременно является формирователем пучка. Доля нейтронов высших порядков практически полностью подавляется за счет двукратного отражения нейтронов в V-образных каналах (стенки

выполнены в виде двух плоских зеркал, повернутых друг относительно друга). Используя различные покрытия для стенок формируются разные пучки неполяризованный/поляризованный сильно/слабо расходящийся (4 режима работы). Формирование слабо расходящихся пучков осуществляется пропусканием через каналы, стенки которых покрыты периодическими структурами (Рис. 3). Из-за двойного отражения следовало ожидать высокой поляризующей эффективности. В эксперименте на рефлектометре ADAM (ILL, Grenoble, France) поляризующая эффективность устройства оказалась значительно ниже ожидаемой. Анализ экспериментальных данных показал, что ухудшение происходит вследствие большой угловой расходимости падающего на вход устройства пучка и частичной прозрачности стеклянных подложек для нейтронов. Данное обстоятельство будет учтено при изготовлении рабочего варианта поляризатора

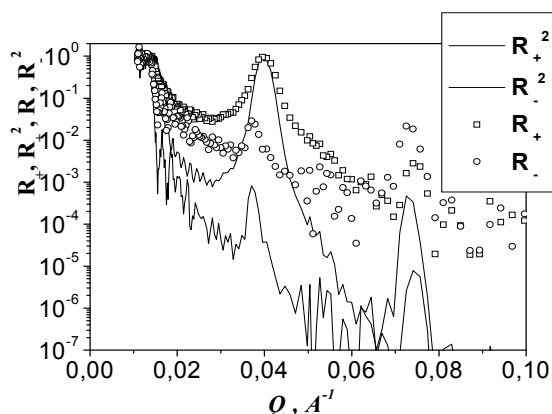


Рис. 3. Зависимости коэффициентов отражения для (+) и (-) спиновых компонент (R_{\pm}), а также их квадратов (сплошные линии) от переданного импульса для периодической многослойной CoFe/TiZr структуры.

5.11. Трехосный нейтронный спектрометр СНК-3

5.11.1. Приобретение пиролитического графита и изготовление фокусирующего монохроматора.

Были приобретены пластины с размерами $50 \times 50 \text{ мм}^2$, $60 \times 60 \text{ мм}^2$ и $25 \times 25 \text{ мм}^2$ высокоориентированного пиролитического графита для изготовления фокусирующего монохроматора. Каждая из пластин была исследована с целью определения однородности коэффициента отражения по поверхности и мозаичности, так как одним из важных условий для создания фокусирующего монохроматора, набираемого из отдельных пластин, является однородность и однотипность свойств каждой из пластин монохроматора. Все исследования проводились на спектрометре “Нейтрон-3”, были определены ширины упругих отражений (002) и их относительная интенсивность, при этом для каждой пластины были определены как интегральные (т.е. для всей пластины), так и локальные (в центре и по всем 4 углам с помощью соответствующей маски с окном $10 \times 10 \text{ мм}^2$) коэффициенты отражения и ширины пиков. Типичные результаты для двух пластин с размерами $60 \times 60 \text{ мм}^2$ (S1) и $50 \times 50 \text{ мм}^2$ (S2) приведены в таблице 1.

Таблица 1

Образец	Позиция маски	FWHM в минутах	Интегральная интенсивность отражения, отн. ед.
S1	Без маски	41	18600
S1	Окно в центре	26,5	970
S1	Окно справа сверху	29,5	1050

S1	Окно слева сверху	28,5	1020
S1	Окно справа снизу	29,0	1030
S1	Окно слева снизу	28,0	1080
S2	Без маски	40	17500
S2	Окно в центре	27,5	1000
S2	Окно справа сверху	29,5	1020
S2	Окно слева сверху	29,8	1060
S2	Окно справа снизу	30,5	1050
S2	Окно слева снизу	30,8	1050

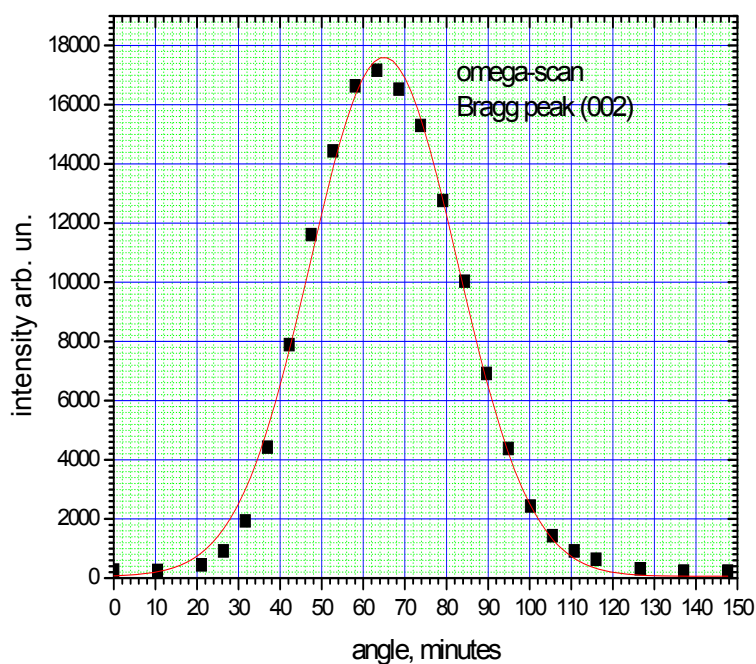


Рис. 1 Омга-сканирование вокруг отражения (002) для пиролитического графита с размером пластины 50*50 мм²

На рис. 1 представлена угловая зависимость распределения интенсивности упругого отражения (002) для пластины 50*50 мм² без маски. Форма пика хорошо описывается гауссианом. На основании полученных данных был проведен отбор соответствующих пластин для изготовления монохроматора и показано, что наиболее оптимальным является использование пластин с типоразмером 50x50мм² с полушириной порядка 30-35минут. Разработана модель фокусирующего монохроматора с фиксированным фокусным расстоянием на основе пластин пиролитического графита.

5.11.2. Проработка блок-схемы управления спектрометром.

Опробованы три типа управления угловыми перемещениями, произведена оценка точности и воспроизводимости кодов у ранее изготовленных компонентов узла анализатора.

5.11.3. Доработка воздушных подушек для перемещения узлов монохроматора.

Пересчитана в соответствии с изменениями в узлах (а также в связи с изменением веса отдельных узлов, например из-за биозащиты анализатора) конструкция воздушных подушек: расположение и диаметр отверстий в них и их подвеска.

5.11.4. Сборка, проверка и отладка функционирования пневмосистемы перемещения узлов образца, анализа и детектора (в сборе).

Собраны и установлены юстировочные столы для комплексной проверки движения узлов спектрометра в сборке, доработаны крепления ходовых винтов, обеспечивающих относительное перемещение узлов. Проведена полная сборка узлов спектрометра на юстировочных столах с выведением в горизонтальной плоскости. Уточнены параметры расхода воздуха и рабочих сечений. Выполнен монтаж пневмопроводов, произведена проверка пневмотормозов, сделан вывод о необходимости полной замены системы электропневмоклапанов.

Проект 5.2

Повышение безопасности и улучшение параметров высокопоточного реактора ПИК

Руководитель проекта: проф. А.Н. Ерыкалов

1. Исследование возможности использования фотонейтронов отражателя в качестве внешнего источника нейтронов для запуска реактора ПИК после остановки на частичную перезагрузку активной зоны.

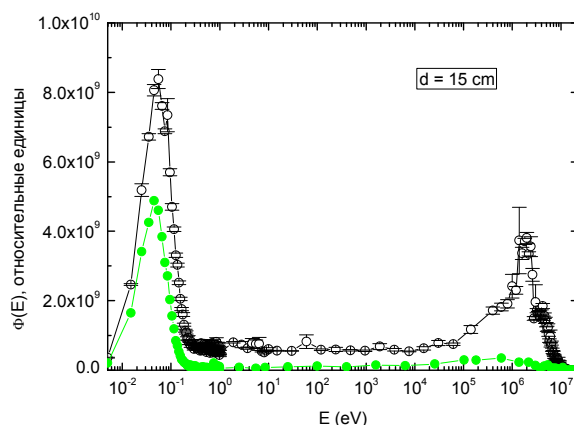
– Наибольший вклад в образование фотонейтронов в отражателе реактора при больших временах после остановки вносит γ -излучение ядра ^{140}La . Показано, что этот эффективный источник фотонейтронов имеет интенсивность $\sim 10^8$ н/с, и может использоваться при пуске реактора после догрузки топлива, если время остановки не превышает 1–2 месяца. (Исп. М.С. Онегин)

2. Разработка библиотек рассеяния тепловых нейтронов в рамках программы MCNP для нейтронных и фотонных кристаллических фильтров (сапфир, висмут, бериллий). Исследование возможности использования защитных фильтров в каналах реактора ПИК.

– По программе NJOY для кристалла сапфира была разработана библиотека рассеяния тепловых нейтронов. Использовался расчетный фонный спектр кристалла. Полное расчетное сечение для кристалла хорошо согласуется с экспериментальным сечением.

– Исследовалось изменение нейтронного спектра на выходе из канала реактора при помещении туда кристалла сапфира различной толщины. На рисунке приведена модификация нейтронного спектра при толщине кристалла равной 15 см. Ослабление тепловой части спектра составляет $\sim 40\%$, тогда как быстрая часть спектра ослабляется почти на порядок.

(Исп. М.С. Онегин)



3. Разработка эффективных расчетных оценок по методу Монте-Карло для расчета потоков нейтронов и γ -квантов в отражателе и защите реактора ПИК

– Проанализированы результаты расчета функционалов от потока нейтронов по программе MCNP-4C. Выданы рекомендации для расчета систем далеких от критичности с картами ACODE и KCODE. (Исп. Э.Г. Сахновский, А.Н. Ерыкалов)

4. Расчеты нейтронных потоков в каналах реактора ПИК (с учетом последних изменений в конструкции каналов и экспериментальных устройств).

– Повторно проанализированы результаты критических измерений на физической модели реактора ПИК с борным отравлением. Расчеты критичности выполненные по программе MCNP-4C с двумя библиотеками исходных микросечений (60с и 61с) демонстрируют согласие с экспериментом в пределах экспериментальной погрешности измерений реактивности – 0,2%. Расчетная эффективность органов регулирования совпадает с измеренной с относительной точностью не хуже 10%. Погрешность в расчете энерговыделения в твэлах составляет 4%, в других элементах конструкции реактора 15%. С учетом последних изменений в конструкции и размерах каналов рассчитаны нейтронные потоки, которые совпадают с измеренными на физической модели реактора ПИК в пределах 15%. (Исп. А.Н. Ерыкалов, М.С. Онегин и др.)

Теплофизические характеристики существующего крестообразного твэла реактора ПИК, в принципе, могут быть улучшены путем изменения формы поперечного сечения так, как показано на рисунке.

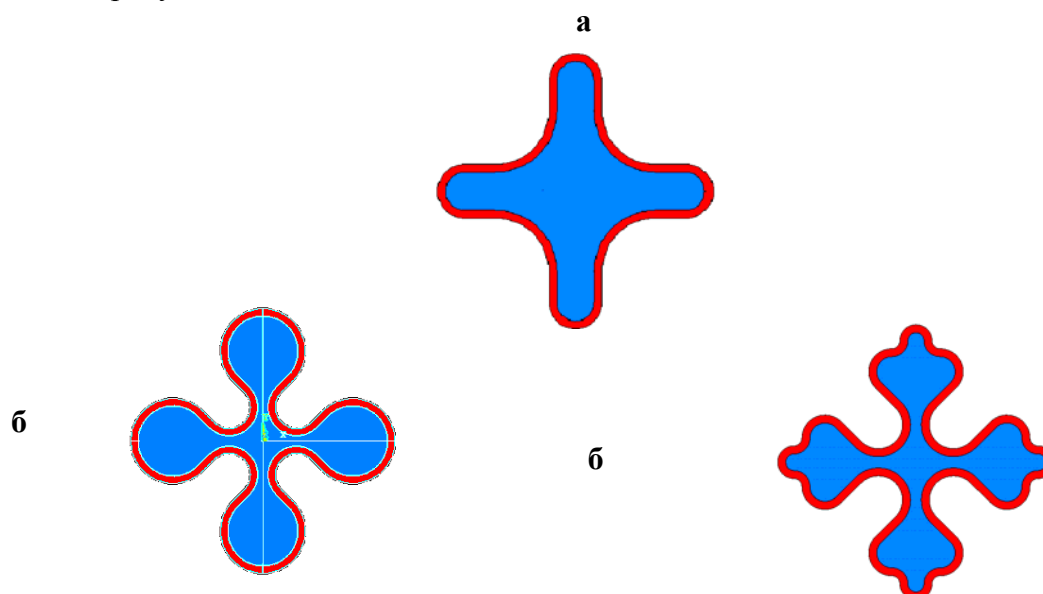


Рис. Профили штатного (а) и лепестковых (б) твэлов.

При одинаковой мощности относительные характеристики лепесткового твэла лучше по сравнению со штатными:

- Отношение максимальной величины поверхностного подогрева в штатном твэле к таковому в лепестковом: $\Delta T_{\text{повт.шт.}} / \Delta T_{\text{л.}} = 1,4$.
- Отношение максимальной величины подогрева в сердечнике штатного твэла к таковому в лепестковом: $\Delta T_{\text{цент.шт.}} / \Delta T_{\text{л.}} = 1,7$.
- Отношение максимальной величины температурных напряжений в оболочке штатного твэла к таковому в лепестковом: $\varepsilon_{\text{шт.}} / \varepsilon = 1,4$.

Снижение максимальной температуры поверхности твэла полезно, т.к. позволяет форсировать удельную мощность реактора и, тем самым, увеличить нейтронные потоки или увеличит запас до разрушения при неконтролируемом выбеге мощности.

(Исп. А.Н. Ерыкалов)

Публикации

1. Е.А. Гарусов. Оценка уровня интенсификации теплоотвода в активной зоне исследовательских реакторов. Атомная Энергия, **106(4)** (2009) 230–234.
2. М.С. Онегин. Запаздывающие фотонейтроны в реакторе ПИК. Атомная Энергия, **107(3)** (2009) 154–159.
3. А.Н. Ерыкалов. Тепловыделяющий элемент реактора. Патент на изобретение № 2360305.
4. А.Н. Ерыкалов, Э.Г. Сахновский. Некоторые замечания к расчетам далеких от критичности ядерных систем с помощью программы MCNP-4C. Препринт ПИЯФ–2793, Гатчина, 2009, 15 с.
5. М.С. Онегин. Запаздывающие нейтроны и их роль в реакторе ПИК. Препринт ПИЯФ–2802, Гатчина, 2009, 29 с.
6. В. Митюхляев, М. Онегин, И. Потапов и др. Создание источника холодных нейтронов на реакторе OPAL в Австралии. Препринт ПИЯФ–2822, Гатчина, 2009, 32 с.
7. А.Н. Ерыкалов, А.С. Захаров, К.А. Коноплёв, М.С. Онегин, С.Л. Смольский, П.А. Сушков. Физическая модель реактора ПИК 2009. Часть I. Описание критических экспериментов. Препринт ПИЯФ–2823, Гатчина, 2009, 68 с.
8. А.Н. Ерыкалов, А.С. Захаров, К.А. Коноплёв, М.С. Онегин, С.Л. Смольский. Физическая модель реактора ПИК 2009. Часть II. Описание расчетных схем и компьютерной модели реактора ПИК. Препринт ПИЯФ–2824, Гатчина, 2009, 36 с.
9. А.Н. Ерыкалов, А.С. Захаров, К.А. Коноплёв, М.С. Онегин, С.Л. Смольский. Физическая модель реактора ПИК 2009. Часть III. Сравнение экспериментальных результатов и расчетов. Препринт ПИЯФ–2825, Гатчина, 2009, 57 с.

Проект 5.3.

Проект импульсного нейтронного источника ИН-06 ИЯИ РАН. Оснащение ИН-06 приборной базой

Руководители проекта:
д.ф.-м.н. Э.А. Коптелов (ИЯИ РАН),
к.ф.-м.н. Р.А. Садыков (ИЯИ РАН)

1. Завершен дизайн-проект нейтронографических установок 1-ой очереди импульсного источника нейтронов ИН-06 и начат их монтаж в экспериментальном зале [1,2]. Проводится монтаж биологических защит в 4-х экспериментальных зонах данных установок. Подготовлен проект 2-ой очереди нейтронографических установок, состоящих из спектрометров неупругого рассеяния [3].

2. В ИЯИ РАН на импульсном источнике нейтронов ИН-06 создается ряд установок для исследований в области физики конденсированных сред, среди которых нейтронный рефлектометр-малоугловой спектрометр «Горизонт», малоугловая установка МНС и дифрактометр монокристаллов «Кристалл». Данные установки работают во времяпролетном режиме на тепловых и холодных нейтронах. Для проведения измерений необходимы двухкоординатные детекторы тепловых нейтронов с пространственным разрешением 1-2 мм, временным разрешением не хуже 5 мкс и рабочей площадью 200х200 мм. В ИЯИ РАН были разработаны двухкоординатные детекторы тепловых и холодных нейтронов двух типов: пропорциональная камера с борным покрытием и сцинтилляционный детектор [7]. Разработанный нами позиционно-чувствительный детектор нейтронов использует конвертирующий слой из бора-10. Ожидаемое координатное разрешение детектора 2 мм, а временное разрешение порядка 100 нс. Детектор работает при атмосферном давлении, что позволяет использовать тонкое входное окно (например, из 50-мкм алюминиевой фольги) и тем самым регистрировать нейтроны как тепловые, так и холодные вплоть до очень холодных. При этом эффективность детектора слабо зависит от давления газовой смеси. В 2009г. были проведены испытания детектора на источнике нейтронов
3. Проведены комплексные исследования методами малоуглового рассеяния нейтронов, рентгеновской дифракции, а также нейтронной дифракции на действующем импульсном источнике РАДЭКС ИЯИ РАН перехода немагнитного сплава 40ХНЮ из нанодисперсного состояния в состояние с полностью дальним порядком [4,5].
4. Методами рентгеновской дифракции и малоуглового рассеяния проводилось исследование изменения структуры полимеров при облучении тяжелыми ионами. Оказалось, что облучение изученных полимеров приводит к разрушению упорядоченности системы на атомном уровне, но при этом наблюдается неожиданное появление дальнего порядка. Скорее всего, наблюдаемая картина объясняется частичной кристаллизацией полимеров[6].
5. В 2009 г. велась работа по завершению дизайн-проекта нейтронографической установки высокого давления «Геркулес» для импульсного источника нейтронов ИН-06.
6. Проводились измерения на нейтронографической установке «ПРЕСС-1» на действующем импульсном источнике РАДЭКС ИЯИ РАН. Ряд нейтронограмм представлен на рис.2.

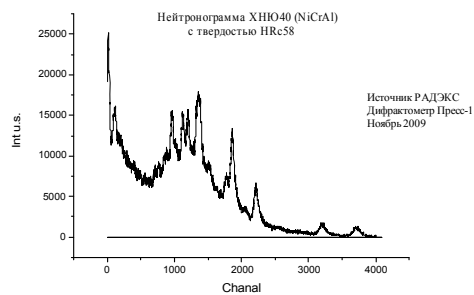
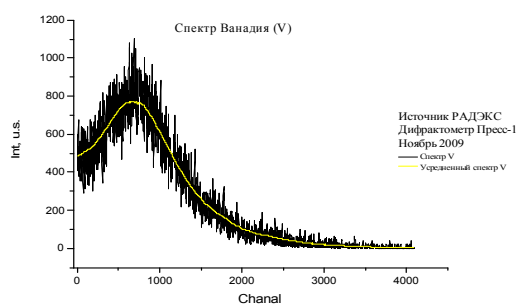
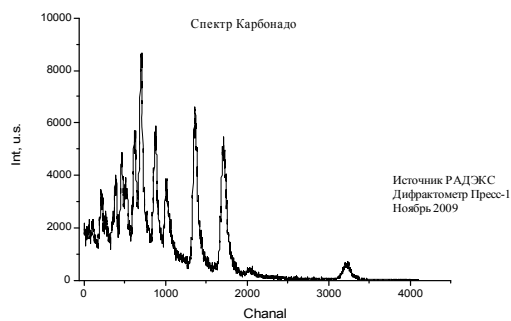
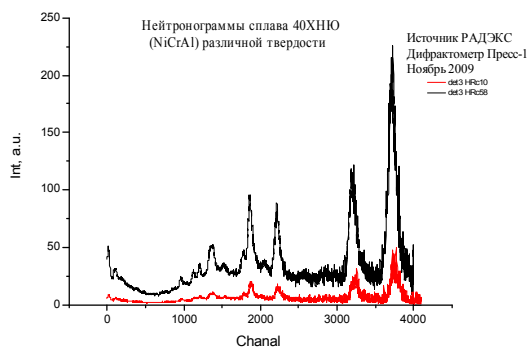


Рис.2. Нейтронограммы, измеренные на нейтронографической установке «ПРЕСС-1» на действующем импульсном источнике РАДЭС ИЯИ РАН.

Координатор Программы
профессор Федоров В.В.