

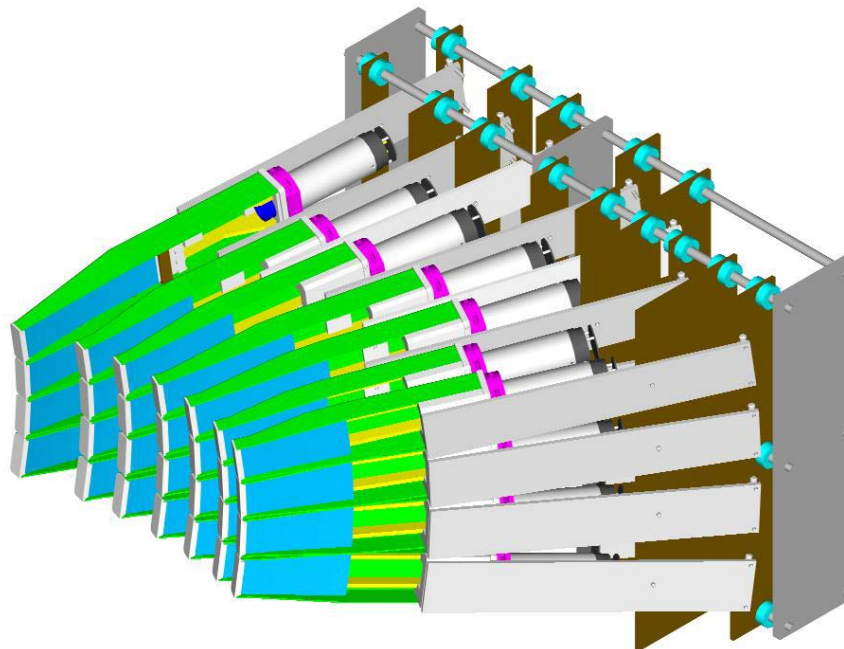
# 1. НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

## 1.1. ФИЗИКА КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД

**Организация исследований.** По теме 1031 в 2001 г. исследования по физике конденсированных сред с использованием рассеяния нейтронов велись в основном на реакторе ИБР-2. Физики Отдела провели ряд экспериментов по принятым предложениям в нейтронных лабораториях Европы: ILL, RAL, PSI, BNC, а также на электростатическом генераторе ЭГ-5 и рентгеновском дифрактометре ДРОН в ЛНФ.

На ИБР-2 в течение года было проведено восемь сессий работы. Распределение времени на эксперименты на спектрометрах реактора производилось в соответствии с рекомендациями экспертов по поступившим заявкам и имеющимся долгосрочными обязательствами. В список спектрометров для работы в режиме пользователей в 2001 г. были включены 10 установок: ФДВР, ДН-2, ДН-12, СКАТ, ЮМО, СПН, РЕФЛЕКС-Р, КДСОГ, НЕРА и ДИН.

**Методические результаты.** На нейтронном фурье-дифрактометре ФСД, предназначенном для изучения внутренних напряжений в материалах и инженерных изделиях, продолжалась работа по детекторной системе. К концу года измерения проводились на макете, состоящем из 2-х элементов  $\pm 90$ -градусных детекторов на основе ZnS(Ag)-сцинтилляторов и детектора обратного рассеяния на основе Li-стекло. В 2001 г. разработан рабочий проект нового типа широкоапертурных сцинтилляционных детекторов (**рис.1**), который начал претворяться в жизнь. Первые элементы нового  $\pm 90$ -градусного детектора будут готовы к лету 2002 г.



**Рис.1.** Общий вид  $\pm 90$ -градусных детекторов дифрактометра FSD, изготовленных на основе ZnS(Ag)-сцинтилляторов.

На спектрометре ДН-12 успешно адаптирована камера высокого давления тороидального типа с наковальнями из карбида вольфрама, изготовленная в ИФВД (Троицк). Таким образом, в 2001 г. сформировались следующие возможности ДН-12 для экспериментов в условиях высокого давления: имеется набор камер высокого давления с наковальнями из искусственного сапфира и карбида вольфрама для давлений до 10 ГПа и диапазоном температур от 15 до 300 К. Доступный диапазон по межплоскостным расстояниям 0.5 – 12 Å при разрешении  $\Delta d/d \approx 0.015$ . Для спектроскопических экспериментов используются охлаждаемый бериллиевый фильтр в обратной геометрии, анализируемая энергия  $E=4.2$  мэВ, доступный диапазон передач энергии 5-200 мэВ, разрешение  $\Delta E/E \approx 0.1$  и анализатор из пиролитического графита, анализируемая энергия  $E=14.9$  мэВ, доступный диапазон передач энергии 0 – 50 мэВ, разрешение  $\Delta E/E \approx 0.05$ .

Закончен очередной этап модернизации малоуглового спектрометра ЮМО. Введена в рабочий режим система регистрации рассеянных нейтронов, состоящая из двух кольцевых детекторов, причем параметры одного из них значительно улучшены. Полностью обновлен узел ванадиевого стандарта, служащего для определения абсолютных значений сечения рассеяния. Эти и некоторые другие изменения в установке позволили увеличить скорость накопления информации в 2 раза, расширить динамический диапазон по переданному импульсу до 80 (увеличение примерно в 2 раза) и снизить нижнюю границу доступных векторов рассеяния до  $5 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$  (для сильно рассеивающих образцов) и  $6 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$  (для средне рассеивающих образцов).

На СПН установлена новая головная часть спектрометра, включающая новые поляризующие и коллимационные узлы. Уже получен вакуум и проведён обмер радиационной обстановки. В январе 2002 г. начнется исследование спектрометра – измерение параметров нейтронного пучка и элементов головной части. После завершения проекта модернизации СПН станут возможны исследования в двух малоугловых модах: на объёмных образцах (магнетики, сверхпроводники) и слоистых структурах.

Исключительно большой объем работ успешно выполнен на дифрактометре ЭПСИЛОН по модернизации детекторной системы. Теперь она включает 9 детекторных блоков с установленными перед ними многощелевыми, радиальными коллиматорами. Детекторы расположены по кольцу при  $2\theta=90^\circ$ , что позволяет оптимально сочетать высокий уровень светосилы и разрешения. По сравнению с предыдущей версией светосила ЭПСИЛОН увеличилась примерно в 20 раз.

На дифрактометре СКАТ в 2001 года опробована новая система коллиматоров с угловой дисперсией 45'. Установлено, что по сравнению с прежними коллиматорами (18') наблюдается трехкратный выигрыш в интегральной интенсивности дифракционных пиков. Относительное разрешение при этом уменьшилось всего на ~25%. Для дальнейшего расширения возможностей по исследованиям текстур горных пород принято решение о восстановлении дифрактометра НСВР.

В сотрудничестве с ИФВД разработана методика одновременного измерения в нейтронном пучке упругих, деформационных, структурных и текстурных характеристик геоматериалов при температурах до 600°C и одноосном сжатии до 10 кбар. В результате на установках СКАТ и ЭПСИЛОН стало возможно проведение длительных экспериментов, моделирующих геодинамические эффекты, при непрерывной регистрации изменений физических и структурно-текстурных свойств в образцах горных пород в процессе их деформирования при высокой температуре и длительных одноосных нагрузках.

Проведена модернизация детекторной системы спектрометра КДСОГ. Изготовлены механические элементы детектора, гелиевые счетчики и электронные блоки. Комплект аппаратуры модернизированного детектора смонтирован и отлажен на спектрометре. Проведенные эксперименты показали, что за счет увеличения эффективности регистрации рассеянных нейтронов светосила спектрометра увеличилась примерно в 2 раза. Также существенно повысилась чувствительность спектрометра (соотношение сигнал/фон), что важно для изучения динамики атомов в малых или слабо рассеивающих образцах.

Еще в конце 70-х годов в ЛНФ было налажено изготовление зеркальных нейтронотодов, которыми были оснащены некоторые пучки реактора ИБР-2. С их помощью удалось значительно увеличить поток тепловых нейтронов на образце и снизить уровень фона быстрых нейтронов. Вследствие объективных причин в середине 80-х годов производство нейтронотодов в ЛНФ было приостановлено и новые спектрометры на ИБР-2 оснащались нейтронотодами, изготовленными в других организациях, прежде всего в ПИЯФ (г. Гатчина). Однако потребность в зеркальных нейтронотодах настолько велика, что было принято решение восстановить имевшуюся в ЛНФ линию по резке и напылению нейтронотодных зеркал. В 2001 г. завершен первый этап по восстановлению вакуумной напылительной установки и успешно проведено пробное напыление природного Ni на флот-стекло размерами 210x80 мм.

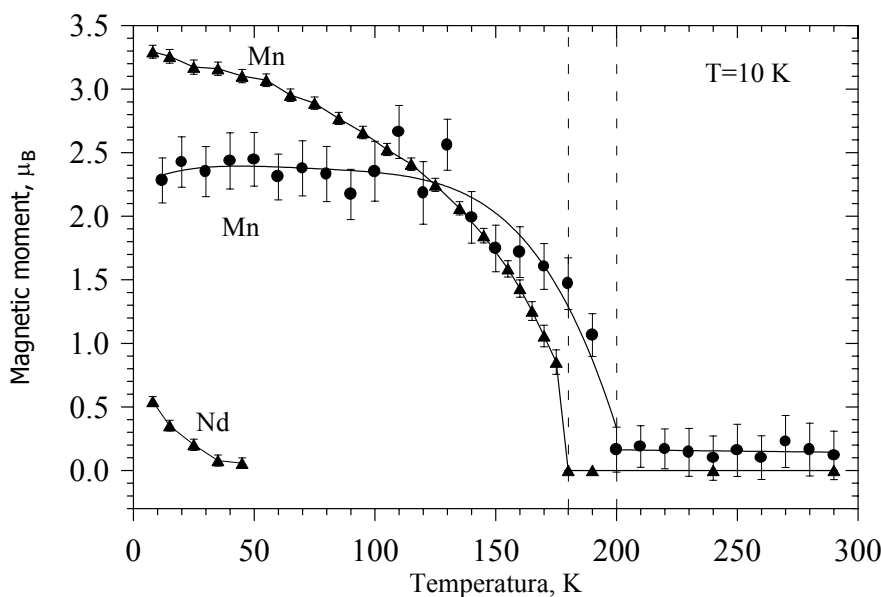
Практически на всех спектрометрах ИБР-2 продолжались методические работы, направленные на улучшение их параметров, условий проведения экспериментов и обработки первичной информации. Например, на дифрактометре ФДВР реализовано управление регулятором низких температур DRC-91C и усовершенствована система накопления спектров высокого разрешения под управлением VME, добавлены новые функции и возможности.

Для расширения возможностей по обработке нейтронных дифракционных спектров на базе широко известного пакета MR1A создана программа VMRIA, включающая метод Ритвельда для анализа спектров от поликристаллов, 3-хмерный автоматический Фурье-синтез, автоиндексацию дифракционных рефлексов и другие необходимые опции.

**Научные результаты. Дифракция.** Изучены кристаллическая и магнитная структуры новых слоистых сложных оксидов марганца  $A_2MnGaO_{5+x}$  ( $A=Sr, Ca$ ), синтезированных в лаборатории Е.В.Антипова на Химическом факультете МГУ им. М.В.Ломоносова. Их кристаллическая структура, являющаяся производной от структуры перовскита, принадлежит к типу браунмиллерита и состоит из чередующихся слоев (CaO), (MnO<sub>2</sub>), (CaO) и слоев (GaO) или (GaO<sub>1+x</sub>). В отличие от широко известных Ruddlesden-Popper (RP) фаз, в  $A_2MnGaO_{5+x}$  слои MnO<sub>2</sub> разделены тремя (в RP фазах двумя) катион-кислородными слоями. В результате среднее расстояние между атомами марганца в плоскости ( $a, c$ ) является обычным для манганитов ( $\approx 3.8 \text{ \AA}$ ), но расстояние в перпендикулярном направлении составляет около  $8 \text{ \AA}$  и можно ожидать проявлений двумерного (2D) магнетизма. В 2001 г. основное внимание было уделено составам Sr<sub>2</sub>MnGaO<sub>5.0</sub> и Sr<sub>2</sub>MnGaO<sub>5.5</sub>. Установлено, что при  $\delta \approx 0$  (+3 состояние Mn) структура ромбически искажена (пространственная группа  $Ima2$ ) с  $\approx a_p \sqrt{2}$  размером ячейки в плоскости и  $\approx 4a_p$  в перпендикулярном направлении, где  $a_p \approx 3.8 \text{ \AA}$  – параметр ячейки кубического перовскита. Если  $\delta \approx 0.5$  (все Mn в состоянии +4), то кристаллическая симметрия становится тетрагональной ( $P4/mmm$ ). Несмотря на анизотропию расстояний между Mn, оба соединения демонстрируют трехмерный (3D) характер магнитной структуры. Причем, в соединении с  $\delta \approx 0$  магнитные моменты марганца упорядочены антиферромагнитно при  $T \leq T_N \approx 180 \text{ K}$ , тогда как в окисленном составе ( $\delta \approx 0.5$ ) AFM порядок сохраняется для плоскостей MnO<sub>2</sub>, но становится ферромагнитным в перпендикулярном направлении ( $T_N \approx 100 \text{ K}$ ). Для объяснения столь необычного поведения магнитной структуры необходим детальный анализ возможных косвенных взаимодействий между атомами Mn.

Еще одним манганитом, исследования которого проводились в течение последних двух лет, является состав  $(Nd_{1-x}Sr_x)(Mn_{1-x}Ru_x)O_3$ . Идея синтеза этого состава заключалась в согласованном допировании обоих А- и В-подрешеток перовскитной структуры, что позволяет ослабить или даже выключить совсем механизм двойного обмена (DE-механизм), предложенный еще в 50-х годах и до сих пор считающийся основным для объяснения металлического состояния манганитов при возникновении в них ферромагнитного порядка. Интересным с этой точки зрения элементом для замещения Mn в В-подрешетке является Ru, так как частичное перекрытие его 4d орбитали с кислородом подобно взаимодействию 3d

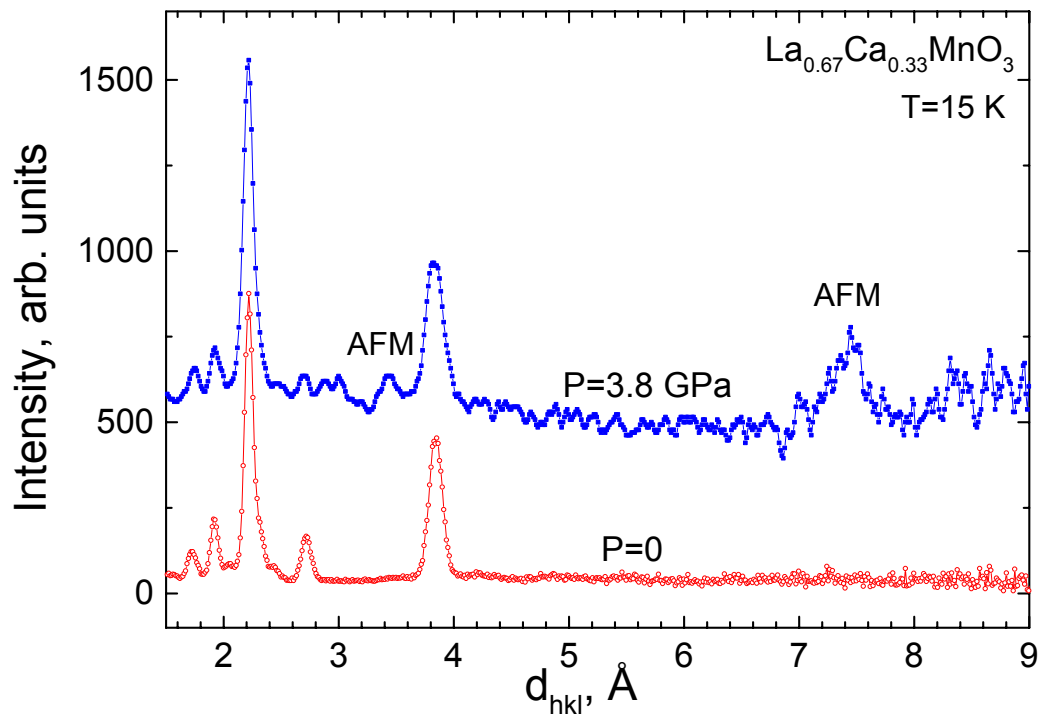
орбитали марганца с кислородом. Кроме того, меньшая степень локализации  $4d$  электронов Ru, чем  $3d$  электронов Mn должна способствовать появлению металлического состояния. Еще одним интересным аспектом допирования манганитов рутением является возможность варьирования его степени окисления, т.к. состояния +3, +4, +5 могут быть получены при различной температурной обработке соединения на воздухе. Однофазные образцы составов  $(Nd_{1-x}Sr_x)(Mn_{1-x}Ru_x)O_{3-\delta}$  с  $x=0,25, 0,5$  и  $0,75$  были успешно синтезированы в лаборатории А.Р.Кауля на Химическом факультете МГУ, всесторонне охарактеризованы и изучены с помощью электрических и магнитных измерений. Для получения информации о кристаллической и магнитной структуре образцов были проведены нейтронные дифракционные эксперименты. Было показано, что введение равных количеств Sr и Ru в А- и В-подрешетки действительно приводит к стабилизации ферромагнитного состояния (**рис.2**), но переход в металлическое состояние при этом подавляется (подробнее см. в разделе Experimental reports).



**Рис. 2.** Зависимость величины упорядоченного магнитного момента Mn от температуры для составов  $(Nd_{0.5}Sr_{0.5})(Mn_{0.5}Ru_{0.5})O_3$  (●) и  $(Nd_{0.75}Sr_{0.25})(Mn_{0.75}Ru_{0.25})O_3$  (▲). В составе  $(Nd_{0.75}Sr_{0.25})(Mn_{0.75}Ru_{0.25})O_3$  происходит также упорядочение Nd при температуре ниже 50 К. Пунктиром отмечены температуры ферромагнитных фазовых переходов.

На ДН-12 начаты систематические исследования влияния высокого давления на атомную и магнитную структуру манганитов. Для экспериментов был выбран модельный состав  $La_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$ , при нормальном давлении имеющий переход в FM фазу с одновременным переходом из металлического в диэлектрическое состояние, а также состав  $Pr_{0.8}Na_{0.2}MnO_3$ , с замещением в А-подрешетке на одновалентный катион. В  $La_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$  при давлении 4 ГПа с понижением температуры обнаружен переход из ферромагнитного в антиферромагнитное состояние (**рис.3**), а в  $Pr_{0.8}Na_{0.2}MnO_3$  обнаружено изменение типа антиферромагнитной структуры с ростом давления.

Исследованы магнитные фазовые переходы в бинарных соединениях марганца – MnAs,  $Mn_2Sb$ . В MnAs при давлении  $P=4$  ГПа и температуре ниже 80 К наблюдался магнитный фазовый переход в ранее неизвестную фазу. Определена атомная и магнитная структура фазы высокого давления. В  $Mn_2Sb$  при  $P=2.8$  ГПа и комнатной температуре обнаружен спин-переориентационный магнитный фазовый переход, приводящий к отклонению магнитных моментов атомов Mn от оси  $c$  тетрагональной структуры.

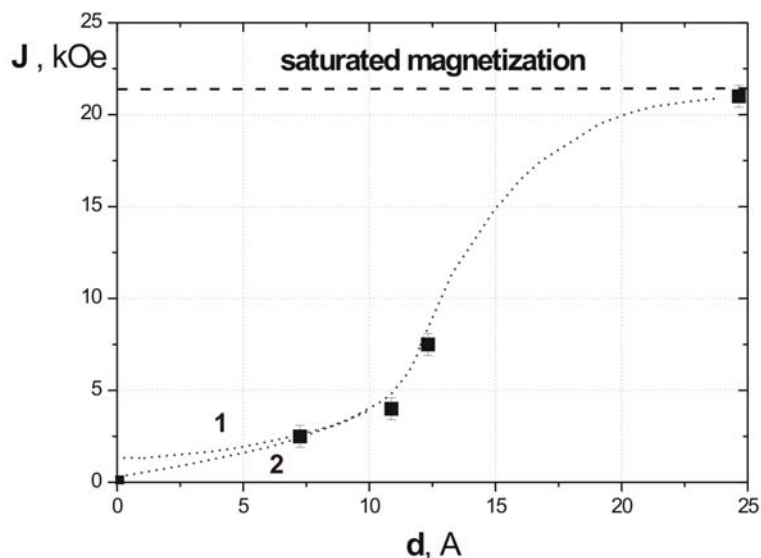


**Рис. 3.** Изменение дифракционного спектра  $La_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$  при давлении 4 ГПа, связанное с переходом структуры из ферромагнитного в антиферромагнитное состояние.

**Поляризованные нейтроны и нейтронная оптика.** Фундаментальные вопросы физики сверхпроводников, а именно условия сосуществования сверхпроводящего и ферромагнитного состояний, изучались на спектрометре СПН методом отражения нейтронов от бислоев Fe/V. Измерялись ферромагнитный и сверхпроводящий профили коэффициента отражения. Эксперимент проводился при температурах выше и ниже  $T=5$  К, являющейся критической температурой перехода объёмного ванадия в сверхпроводящее состояние. Получены результаты, указывающие на существование сверхпроводящего состояния при температуре выше критической или на существование возвратной по температуре сверхпроводимости. Этот факт для бислойных систем является новым и требует тщательной проверки.

Эта же структура Fe/V использована в экспериментах, направленных на выяснение причин уменьшения намагниченности магнитного слоя с уменьшением его толщины, изменения намагниченности по толщине ферромагнитного слоя и разногласий данных по локальному полю на ядре железа со значением намагниченности. Для этого измерялся коэффициент отражения нейтронов от периодических структур Fe(m)/V(n) для разного числа монослоев m и n. Экспериментальные данные, подтвержденные соответствующими расчётами, показали, что намагниченность слоя железа в периодической структуре Fe(m)/V(n) снижается с уменьшением средней толщины слоя  $d(\text{Å})=1.45 \times (m+n)/2$  (рис.4). Для конкретных структур Fe(5)/V(5), Fe(10)/V(5), Fe(7)/V(10) и Fe(20)/V(14), характеризующихся параметром  $d=7.25, 10.9, 12.3$  и  $24.7$  Å средняя намагниченность слоя железа составляет 2.5, 4.0, 7.5 и 21.0 кОе, соответственно. Кроме того, установлено, что намагниченность изменяется по толщине Fe/V бислоя, что определённо указывает на взаимное проникновение атомов из соседних слоёв.

## $Fe(m)/V(n)$



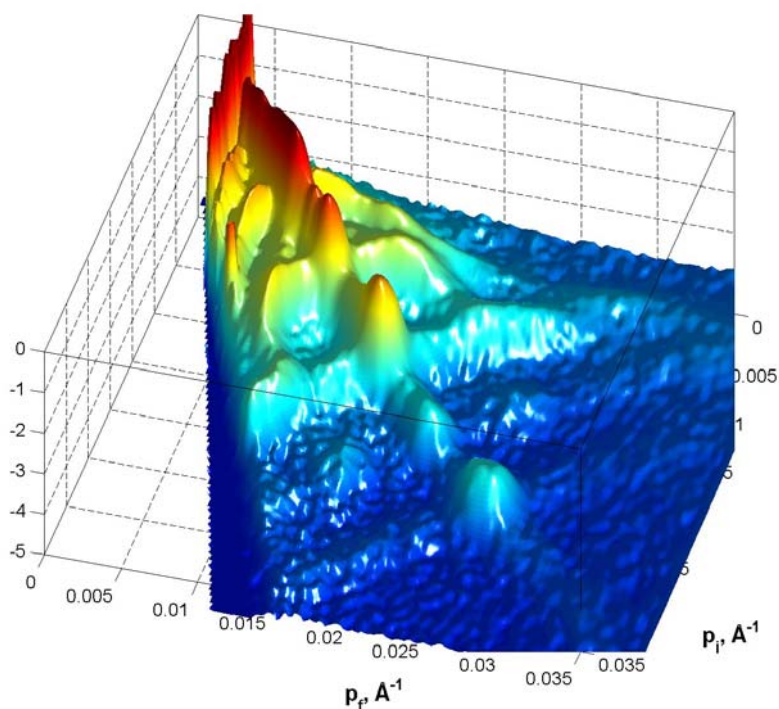
**Рис. 4.** Намагниченность слоя железа в периодической структуре  $Fe(m)/V(n)$  как функция параметра  $p=m+n$ , где  $m$  и  $n$  число слоев  $Fe$  и  $V$  соответственно.

Изучено взаимодействие нейтронного излучения со структурой, возбуждаемой ультразвуковой волной. Для этого проведены измерения коэффициента отражения нейтронов в зависимости от переданного момента при полном отражении от стекла, при дифракционном отражении от слоистой структуры  $Fe/Cr$ , при усилении волнового поля в волновом резонаторе и при каналировании нейтронной волны в слое титана. Измерения проведены для продольных и поперечных звуковых волн. Получено, что вероятность отражения в случае поперечных волн в 5 раз превышает вероятность отражения в случае продольных волн. Это, по-видимому, указывает на то, что в случае продольных волн отражение нейтронов происходит от узлов звуковой стоячей волны. Обнаружено стимулированное звуком явление перехода нейтронов из одной каналируемой моды в другую. Вероятность этого перехода связана с шероховатостью на границах раздела и это может быть использовано для повышения чувствительности при определении параметров, характеризующих границу (длина корреляции, среднеквадратичная амплитуда).

Формирование межфазных границ и поверхности в самовоспроизводящихся полимерных мультислоях изучалось с помощью регистрации двухмерных распределений при зеркальном и незеркальном отражении нейтронов. Для этого использовались мультислои из симметричных полистирин-полибутилметакрилат  $P(dS-b-nBMA)$  двухблочных сополимеров. Моделирование полученных результатов показало, что главные особенности, наблюдаемые при незеркальном отражении нейтронов, возникают от случайно распределённых островов или дырок в ламелярных плёнках и межфазной структуре (**рис.5**). Сделаны оценки геометрических параметров островков, дырок и межфазных флуктуаций.

Продолжались эксперименты по каналированию нейтронных волн с целью развития нового, чувствительного метода исследований границ раздела. Для проверки основных предположений о существовании волнового распространения нейтронов в слое толщиной

несколько тысяч ангстрем были изготовлены слоистые структуры различной толщины и проведены нейтронные измерения на спектрометрах поляризованных нейтронов в ЛНФ и институте Лауэ-Ланжевена (Гренобль, Франция). Получены зависимости интенсивности нейтронов, имитируемых из слоя титана толщиной 3000 Å, и измерена длина каналирования, составившая 10 мм. Сделан вывод о том, что длина каналирования определяется не только захватом нейтронов в титане, но и рассеянием на шероховатостях границы раздела слоя меди со слоем титана.

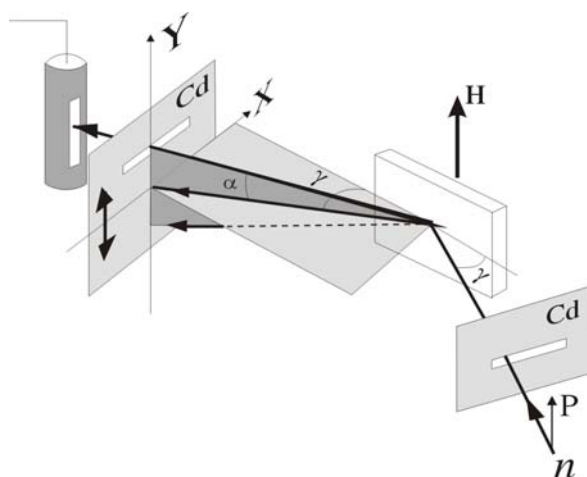


*Рис. 5. Коэффициент незеркального отражения нейтронов от мультислоев из симметричных полистирин-полибутилметакрилат P(dS-b-nBMA) двухблочных сополимеров.*

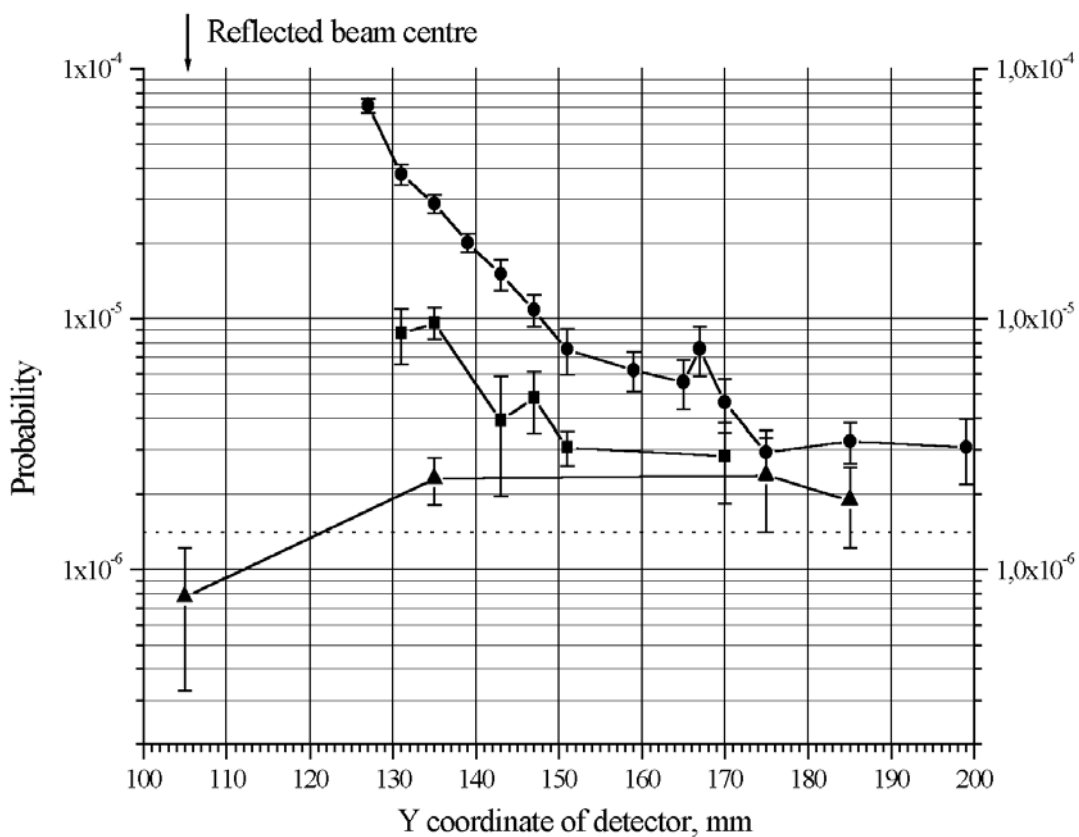
На рекордном уровне чувствительности на рефлектометре РЕФЛЕКС проведены эксперименты по наблюдению поверхностных магнонов (рис.6). Специально разработанный детектор на основе ZnS(Ag)-сцинтиллятора обеспечил уровень фона, составляющий около  $10^{-7}$  от уровня интенсивности, регистрируемой при отражении нейтронов от поверхности многослойной FeCo структуры. Как показали модельные расчеты, кривая отражения с выходом из плоскости отражения в зеркальном канале должна иметь кинематический обрыв, если выполняется квадратичный закон дисперсии для поверхностных магнонов. Предварительные эксперименты на многослойной FeCo структуре показали, что несмотря на весьма малое сечение рассеяния нейтронов на поверхностных магнонах эффект находится выше порога чувствительности и может быть измерен.

**Малоугловое рассеяние нейтронов (SANS).** Физическая химия поверхностно-активных веществ (сурфактантов) изучалась на примере тетраметиламмониевого бромида, помещаемого в различные растворы и при изменении температуры. Показано, что размеры образующихся в растворе мицелл уменьшаются с ростом температуры. Интересные изменения наблюдались в форме мицелл, например, сферическая форма переходила в анизометрическую. При увеличении концентрации NaBr в растворе форма мицелл становилась стержнеобразной. Эксперимент, выполненный при различных концентрациях электролита, показал, что причиной изменения формы мицелл может быть их постепенная дегидратация.

a)



б)

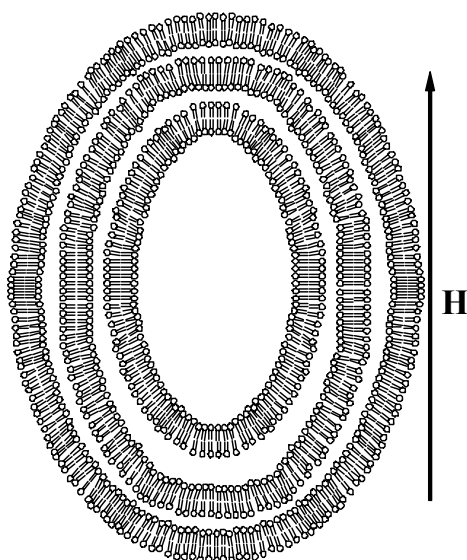


**Рис. 6.** Схема эксперимента по поиску поверхностных магнонов (а). Коллимированный в вертикальной плоскости поляризованный пучок нейтронов отражается от намагниченного зеркала в горизонтальной плоскости под зеркальным углом  $\gamma$ . При фиксированном угле детектора  $\gamma_d = \gamma$  детектор сканирует вдоль вертикали (в зависимости от угла  $\alpha$ ). Распределение интенсивности неупруго рассеянных нейтронов (б). Кружки - интенсивность рассеяния в вертикальном направлении, относительно интенсивности зеркально отраженного пучка. Квадраты - то же самое при изменении знака поляризации в падающем пучке. Несовпадение с первой кривой доказывает, что рассеяние имеет магнитную природу. Треугольники - фон.



Архитектура молекулярных стержней, образованных сульфированным поли-р-фениленом (sulfonated poly(p-phenylene)), изучалась в полимерной сетке полиакриламида (polyacrylamide). Эта задача связана с проблемой увеличения абсорбирующей способности гидрогелей, возникающей из-за ухудшения их механических свойств при набухании. Предполагается, что новые перспективы могут возникнуть, если самоорганизующиеся стержнеобразные полиэлектролиты, играющие роль армирующего наполнителя, будут помещены в гидрогель. С помощью SANS было показано, что внутри полимерного геля действительно могут образовываться жидкокристаллические (нематического типа) самоорганизующиеся стержни. Взаимное влияние параметров геля и стержней также было изучено.

Малоугловое рассеяние нейтронов использовалось для изучения структуры бислоя однослойных липидных везикул. На основе модели, описывающей плотность распределения рассеивающей способности вещества бислоя ступенчатой функцией, из малоугловых спектров были определены толщины гидрофобной и гидрофильной компоненты бислоя, а также определено количество молекул воды, проникающей в гидрофильную область мембраны. Перспективным шагом в анализе спектров малоуглового рассеяния является создание модели разделенных формфакторов для липидных везикул, позволяющей перейти от описания плотности рассеивающей способности поперек мембраны в виде ступенчатой функции к описанию более сложными функциями.



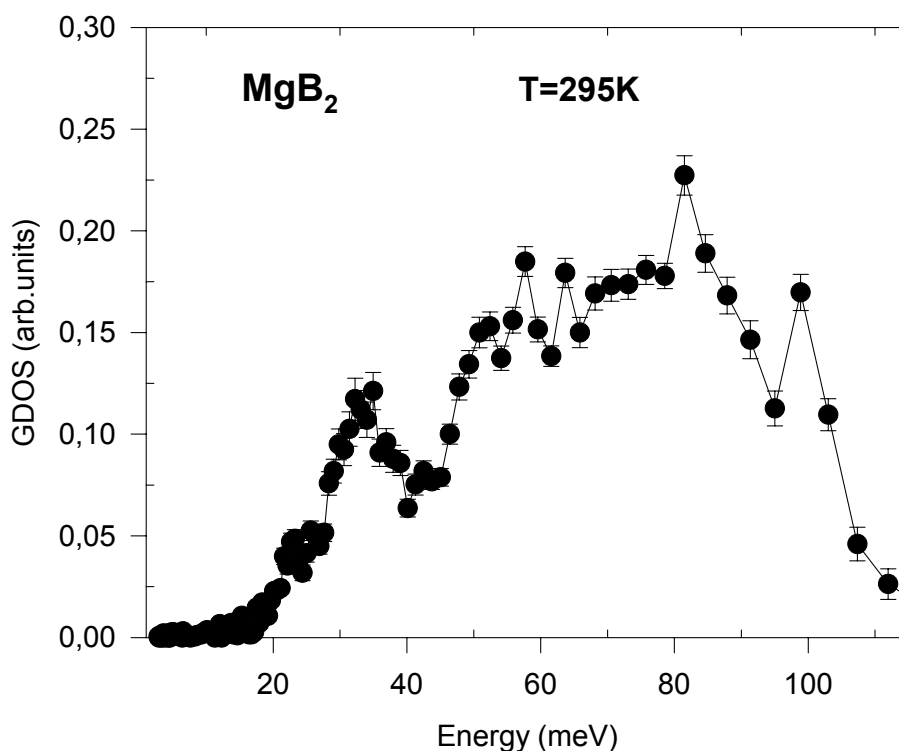
**Рис. 7.** Схематическое изображение мультислойной липидной везикулы деформированной в магнитном поле **H**.

Молекулы фосфолипидов обладают анизотропией диамагнитной восприимчивости  $\Delta\chi$ . Для молекулы димиристоилфосфатидилхолина (DMPC) в жидкокристаллической фазе  $\Delta\chi_{DMPC} = -1.06 \cdot 10^{-29} \text{ erg} \cdot \text{G}^{-2}$ . Несмотря на малость  $\Delta\chi$ , надмолекулярные ансамбли молекул фосфолипидов (везикулы, стержнеобразные мицеллы), содержащие большое количество молекул ( $>10^7$ ), могут ориентироваться в сильных магнитных полях в несколько Тесла. При этом, фосфолипидные агрегаты могут деформироваться под действием магнитного поля. Методом дифракции нейтронов на мультислойных везикулах из DMPC, ориентированных в магнитном поле, было установлено, что их популяция представляет собой смесь сферических и эллиптических везикул (рис.7). Экспериментально доказано, что степень деформации везикул (отклонение от сферической формы) зависит от фазового состояния мембраны. В жидкокристаллической фазе мембраны степень деформации примерно в два раза больше чем в фазе геля, что отражает различие упругих свойств мембранной поверхности в различных фазах. Применение метода ориентации смешанных

липид/детергентных агрегатов в магнитном поле позволило уточнить структуру состояния, образующегося перед возникновением липидного бислоя из смешанных липид/детергентных мицелл. Такая структура представляет собой полимерный гауссов клубок, составным элементом которого является стержнеобразная мицелла постоянной длины. Подвижным элементом такого полимера являются концы стержнеобразных мицелл, в которых, видимо, увеличено содержание детергента. Эксперименты были выполнены на смешанной системе DMPC/C<sub>12</sub>E<sub>8</sub>.

SANS эксперимент в реальном времени был проведен для регистрации структурных изменений липидной кубической фазы в процессе кристаллизации бактериородопсина (bacteriorhodopsin, BR) из *Halobium Salinarium* с целью прояснения механизма кристаллизации. Полученные данные были затем использованы для кристаллизации мембранных белков BR, образующих протонный насос, и мембранного комплекса, состоящего из сигнального рецептора и преобразователя. В результате удалось получить кристаллы указанных компонент выдающегося качества – дифракционная картина от них наблюдалась вплоть до  $d \approx 1.2 \text{ \AA}$ . Есть все основания считать, что трехмерный дифракционный эксперимент на полученных кристаллах позволит определить атомную структуру с высоким разрешением.

**Неупругое рассеяние нейтронов.** На спектрометре КДСОГ измерены спектры неупругого рассеяния нейтронов недавно открытого сверхпроводника MgB<sub>2</sub> и восстановлена его обобщенная плотность фононных состояний. Первое сообщение группы J.Akimitsu о сверхпроводимости в MgB<sub>2</sub> появилось в январе 2001 г. (подробнее см. J.Nagamatsu et al., Nature, 410 (2001) 63) и вызвало немалый ажиотаж в связи с высокой для безмедных соединений температурой,  $T_c \approx 39 \text{ K}$ , сверхпроводящего перехода. Кроме того, это соединение замечательно тем, что имеет исключительно простую кристаллическую структуру. Уже в феврале 2001 г. в печать поступило несколько статей, описывающих свойства нового сверхпроводника. В них утверждалось, что большинство из них хорошо согласуются с оценками, сделанными на основе классической БКШ модели, т.е. механизм



**Рис. 8.** Обобщенная плотность фононных состояний нового сверхпроводника MgB<sub>2</sub>, впервые измеренная на спектрометре КДСОГ в ЛНФ.

возникновения сверхпроводимости является электрон-фононным. Это определило высокую значимость измерений плотности фононных состояний  $MgB_2$ , что и было впервые сделано в ЛНФ. Измерения проводились на образце с естественной смесью изотопов бора, что представляло серьезные экспериментальные трудности из-за большого сечения поглощения. Высокая светосила спектрометра и правильный выбор геометрии эксперимента позволил измерить фононный спектр с необходимым уровнем статистики (**рис.8**). По результатам измерений удалось выделить несколько характерных фононных полос в фононном спектре и оценить эффективную константу электрон-фононного взаимодействия (подробнее см. в разделе Experimental reports).

На спектрометре НЕРА-ПР продолжались исследования динамических свойств и фазовых переходов в молекулярных и ионно-молекулярных соединениях, методами дифракции и неупругого рассеяния нейтронов. Основное внимание уделялось исследованиям динамического беспорядка и стеклообразных фаз в твердых растворах и соединениях содержащих молекулярные группы типа  $CH_3$ ,  $CH_4$ ,  $H_2O$  и  $OH$ . Эти исследования проводятся совместно с сотрудниками разных институтов из Польши и России. Получаемые экспериментальные результаты проверяются с помощью модельных расчетов динамики кристаллов и молекул, проводящихся методами молекулярной динамики и вычислительной квантовой химии.

На ДН-12 изучены колебательные спектры галогенидов аммония  $NH_4Cl$ ,  $NH_4Br$ ,  $NH_4I$  при давлениях до 8-10 ГПа, которые являются рекордными в экспериментах по неупругому рассеянию нейтронов. В области фазового перехода из неупорядоченной кубической в упорядоченную кубическую структуру типа  $CsCl$  в  $NH_4Cl$  и  $NH_4Br$  наблюдался излом барической зависимости либрационной моды ионов аммония. В  $NH_4I$  при давлениях выше 6 ГПа наблюдалась гибридизация поперечной оптической и либрационной мод. Выявленные особенности динамики галогенидов аммония позволят лучше понять причины наблюдающихся в них структурных фазовых переходов.

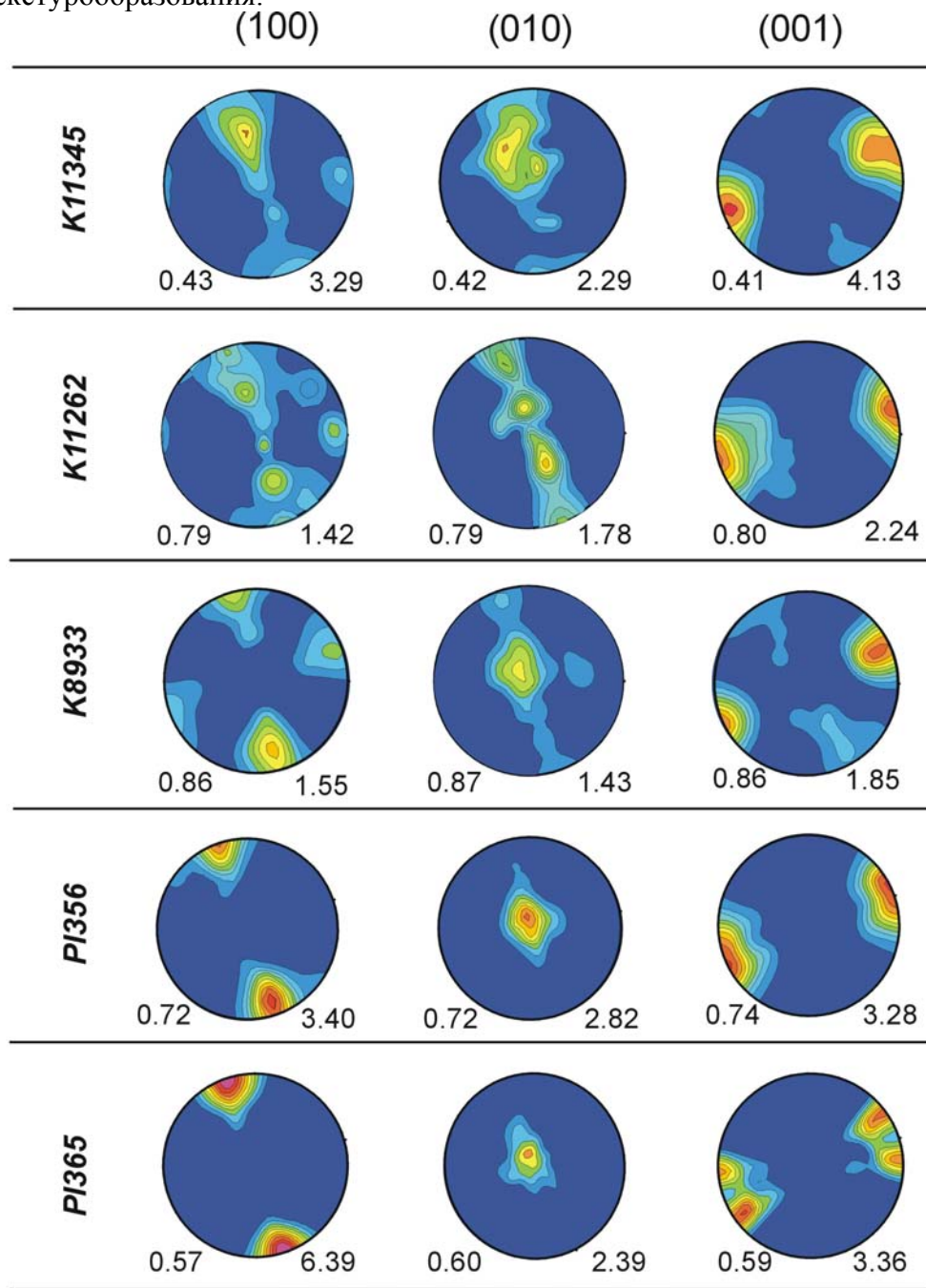
Проведено исследование эффектов кристаллического электрического поля (КЭП) методом неупругого рассеяния нейтронов в системе  $RAgSb_2$  ( $R=Er, Tm, Ho$ ). Определены параметры КЭП, схемы уровней и волновые функции для каждого соединения. Температурная зависимость магнитной восприимчивости, рассчитанная вдоль различных кристаллографических направлений, хорошо согласуется с результатами измерений на монокристаллах. Анализ результатов показывает, что магнитокристаллическая анизотропия в этих соединениях обусловлена, главным образом, КЭП.

На спектрометре ДИН-2ПИ проведены комплексные исследования микродинамических свойств расплава  $Pb-K$  в рамках программы исследования перспективных тяжелых теплоносителей для реакторов нового поколения. Исследована микроструктура расплава  $Pb-K$  в окрестностях его эвтектического состава при температуре 660 К для чистого свинца и расплава  $Pb-K$  и 4-х концентраций калия: 25.0, 21.8, 14.1, 5.1%ат. Было обнаружено, что при концентрациях калия менее 10% в структурном факторе расплава особенность в области  $Q \sim 1 \text{ \AA}^{-1}$ , которую принято считать свидетельством существования в расплаве кластеров Цинтля, и которая отчетливо наблюдается при более высоких концентрациях, практически исчезает. Следовательно, при концентрациях калия в расплаве около или ниже эвтектической (9%ат.) жидкометаллическая система  $Pb-K$  является раствором внедрения. Это означает, что добавка калия реально модифицирует физико-химические свойства свинца в нужном направлении, уменьшая его окислительный потенциал, что чрезвычайно важно для совершенствования технологии жидкометаллического теплоносителя. Можно ожидать, что такая жидкометаллическая система будет иметь ряд преимуществ по сравнению с чистым свинцом при ее использовании в качестве теплоносителя в реакторе БРЕСТ.

Проведено исследование динамики решетки металл-органических соединений  $A_2MeX_4$ , где  $A$  – органический радикал ( $N(CH_3)_4^+$ ,  $N(C_2H_5)_4^+$ ),  $Me$  – металл ( $Zn, Cu, Cl$ ),  $X$  – галоген методом неупругого некогерентного рассеяния нейтронов в широком диапазоне

температур выше и ниже точек фазовых переходов. Данные соединения интересны наличием сильного комплексного влияния полной или частичной замены органической группы на структурную организацию и различные типы структурной нестабильности. В результате проведенных исследований предложен механизм наблюдаемых фазовых переходов.

**Геофизические исследования.** Получены уникальные экспериментальные данные о текстурном строении горных пород земной коры и верхней мантии. Проведено изучение коллекции образцов оливиносодержащих мантийных пород из различных регионов Европы. С использованием количественного текстурного анализа восстановлены текстурные функции ФРО и проведено теоретическое моделирование пространственного распределения скоростей упругих волн в каждом из образцов. По полюсным фигурам (ПФ), измеренным у оливиновых образцов и на основе данных об условиях пластической деформации оливина определены системы скольжения, а также возможные термодинамические условия и глубины текстурообразования.



**Рис. 9.** Сравнение текстур минеральных компонент пород, извлеченных с разных глубин из Кольской сверхглубокой скважины СГ-3, и пород в естественных обнажениях.

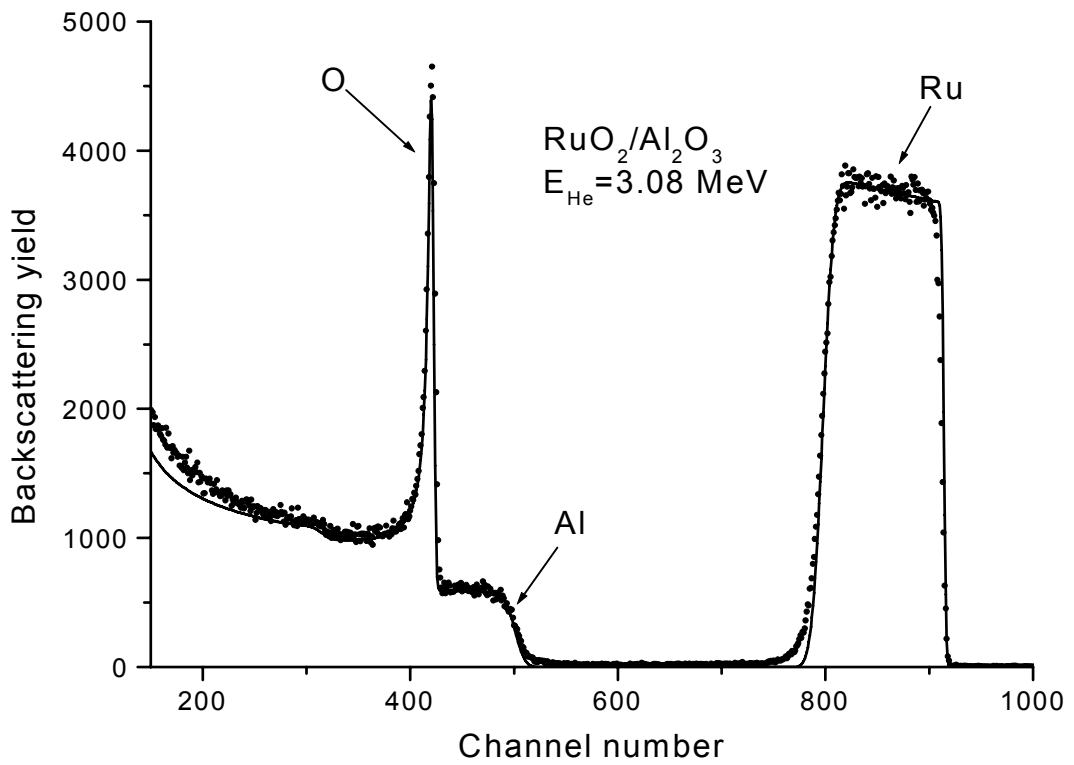
Изучены образцы архейских пород из разреза Кольской сверхглубокой скважины СГ-3. Обнаружено их поразительное сходство с породами Кольской серии в естественных обнажениях не только по минеральному составу, но и по текстурам минеральных компонент (**рис.9**). Микроструктурные и нейтронографические исследования образцов с больших глубин земной коры и их аналогов с поверхности выявили новые особенности текстурного строения этих пород, например, более совершенную преимущественную ориентировку зерен роговой обманки по сравнению с плагиоклазом, и плагиоклаза по сравнению с кварцем. Комплексные эксперименты при различных гидростатических давлениях показали, что коэффициент анизотропии амфиболитов с разных глубин СГ-3 с ростом давления (а соответственно, и с глубиной) уменьшается. Эти результаты позволили дать объяснение характеру анизотропии пород на различных глубинах на основе новой модели текстурированной, неоднородной, трещиновато-пористой среды.

С помощью специального деформирующего устройства было проведено изучение влияния одноосного сжатия на внутренние микронапряжения в образцах доломита. При различных значениях внешней нагрузки были измерены величины остаточных напряжений и деформаций в этих образцах. Из экспериментальных данных получены значения модулей Юнга. Результаты текстурных измерений, выполненных до деформационных экспериментов, показали существование слабой преимущественной ориентировки, соответствующей плоскости слоистости в доломите.

**Инженерные исследования.** Проведены измерения остаточных напряжений в элементе корпусе реактора ВВЭР-1000 в сотрудничестве с исследовательскими институтами Министерства атомной энергии. Исследуемый образец представлял собой двухслойную пластину, основной слой которой изготовлен из конструкционной ферритной стали 15ХГМФАА, а наплавленный слой - из аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Измерена  $\sigma_y$  компонента темплета обечайки корпуса реактора в наплавке и основном металле. При анализе интенсивностей дифракционных пиков была обнаружена сильная текстура в аустенитной фазе наплавки (подробнее см. в разделе Experimental reports).

Проведены первые эксперименты по определению остаточных напряжений в графитовых стержнях, используемых в ядерных реакторах. Они показали, что существует явно выраженное анизотропное уширение дифракционных пиков. Возможно, что оно связано с наличием сильных микронапряжений в материале графита.

**Элементный анализ.** Электростатический генератор ЭГ-5 успешно использовался для аналитических исследований состава и структуры твердых тел (**рис.10**). В частности, выполнен целый ряд исследований образцов SiC с имплантированными ионами  $Fe^+$ , водородсодержащих фуллеренов, пленок карбида кремния, содержащих водород, некоторых геологических образцов, арсенида галлия, имплантированного индием. Измерены глубинные профили элементов H, C, N, O и Si в образцах карбида кремния из Электротехнического института (Братислава). В геологических образцах из Египта, обнаружен целый ряд основных и микроэлементов, начиная от лития и кончая кадмием.



**Рис. 10.** Экспериментальный и расчетный (сплошная линия) спектры обратного рассеяния ионов  ${}^4\text{He}^+$  на пленке  $\text{RuO}_2$  толщиной 680 нм, нанесенной на подложку из сапфира.