

1. НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

ФИЗИКА КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД

Основные цели исследований по теме состояли в изучении структуры, динамики и микроскопических свойств наносистем и новых материалов, интересных с точки зрения фундаментальных исследований, или имеющих большое значение для развития нанотехнологий в сфере электроники, фармакологии, медицины, химии, современной физики конденсированных сред и смежных областей методами рассеяния нейтронов и комплементарными методами. В связи с продолжающейся остановкой реактора ИБР-2 на модернизацию научная экспериментальная работа сотрудников НЭО НИКС проводилась в нейтронных и синхротронных центрах в России и за рубежом. Она осуществлялась в соответствии с Проблемно-тематическим планом ОИЯИ, на основе существующих соглашений о сотрудничестве и принятых предложений на эксперимент. Работы на реакторе ИБР-2 выполнялись по плану модернизации спектрометров. Основное внимание было уделено реализации первоприоритетных проектов (создание нового дифрактометра для исследования микрообразцов ДН-6, многофункционального рефлектометра ГРЭЙНС, модернизация комплекса спектрометров для геофизических исследований СКАТ/Эпсилон).

В рамках исследований по теме сотрудники отдела НИКС поддерживали широкие связи со многими научными организациями в странах-участницах ОИЯИ, а также других странах. Как правило, сотрудничество оформлялось совместными протоколами или соглашениями. В России наиболее активное сотрудничество велось с близкими по тематике организациями, такими как РНЦ КИ, ПИЯФ, МГУ, ИФМ, ИК РАН, ИЯИ РАН и др.

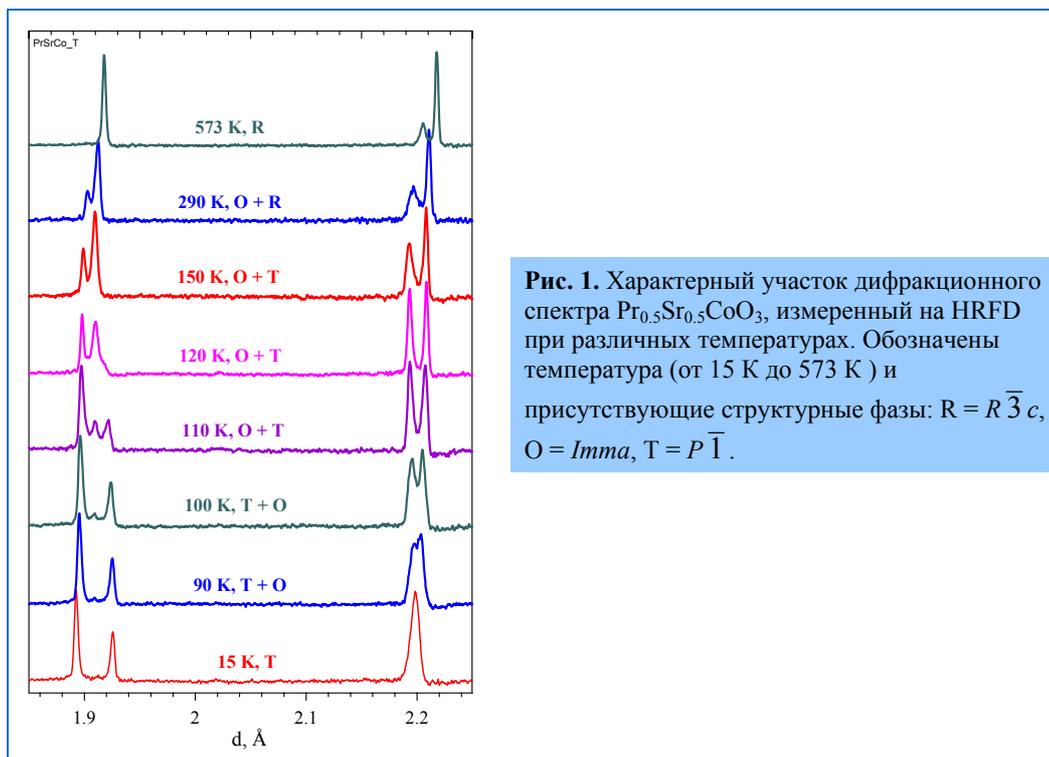
Главными направлениями научных исследований, реализация которых осуществлялась сотрудниками НЭО НИКС, являются:

- Исследование структуры и свойств новых кристаллических материалов и наносистем методом дифракции нейтронов;
 - Исследование магнитных коллоидных систем в объеме и на границах раздела;
 - Исследование структуры углеродных наноматериалов;
 - Магнетизм слоистых наноструктур;
 - Исследование надмолекулярной структуры и функциональных характеристик биологических, коллоидных и полимерных нанодисперсных материалов;
 - Исследования наноструктуры и свойств липидных мембран и липидных комплексов;
 - Исследование атомной динамики наносистем и материалов методом неупругого рассеяния нейтронов;
 - Исследование текстуры и свойств минералов и горных пород;
 - Анализ внутренних напряжений в объемных материалах и изделиях.
-

Научные результаты

Структурные исследования новых оксидных материалов

Проведено исследование магнитной и кристаллической структуры сложного оксида кобальта $\text{Pr}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{CoO}_3$ с помощью дифракции нейтронов и синхротронного излучения в диапазоне температур от 1.5 до 1120 К. В отличие от других соединений $\text{Ln}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{CoO}_3$ в нем наблюдаются как переход парамагнетик – ферромагнетик при $T_C \approx 226$ К, так и еще один магнитный фазовый переход при $T_A \approx 120$ К, сопровождающийся изменением характера поведения намагниченности во внешних магнитных полях и аномалией в поведении упругих свойств материала. При температурах около 800, 300 и 120 К зарегистрированы последовательные структурные переходы с понижением кристаллической симметрии от кубической ($\text{Pm}\bar{3}m$) до ромбоэдрической ($R\bar{3}c$), затем до ромбической (Imma) и триклинной ($P\bar{1}$), **рис. 1**. Полученные результаты помогли уточнить ранее предложенные модели кристаллической структуры различных фаз. При переходе в фазу $P\bar{1}$ наблюдались аномалии температурного поведения некоторых межатомных расстояний и углов, а также переориентация магнитных моментов кобальта.



Исследованы атомная и магнитная структура кобальтита $\text{La}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{CoO}_3$ при высоких давлениях до 4 ГПа в диапазоне температур 10 – 300 К методом нейтронной дифракции [1]. Под давлением наблюдается увеличение температуры Кюри с барическим коэффициентом $dT_C/dP = 1$ К/ГПа, что свидетельствует об устойчивости основного ферромагнитного (ФМ) состояния под давлением. Барическое поведение основного ФМ состояния в $\text{La}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{CoO}_3$ резко контрастирует с соединениями $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$ с меньшим содержанием кальция ($x < 0.3$), где под давлением наблюдается подавление основного ФМ состояния и отрицательный барический

коэффициент температуры Кюри $dT_C/dP < 0$. Получены барические зависимости структурных параметров.

Исследованы структурные и магнитные фазовые переходы в сложном оксиде – мультиферроике ViMnO_3 при воздействии высоких давлений [2], **рис. 2**. Уникальной чертой данного соединения по сравнению с другими мультиферроики является сочетание

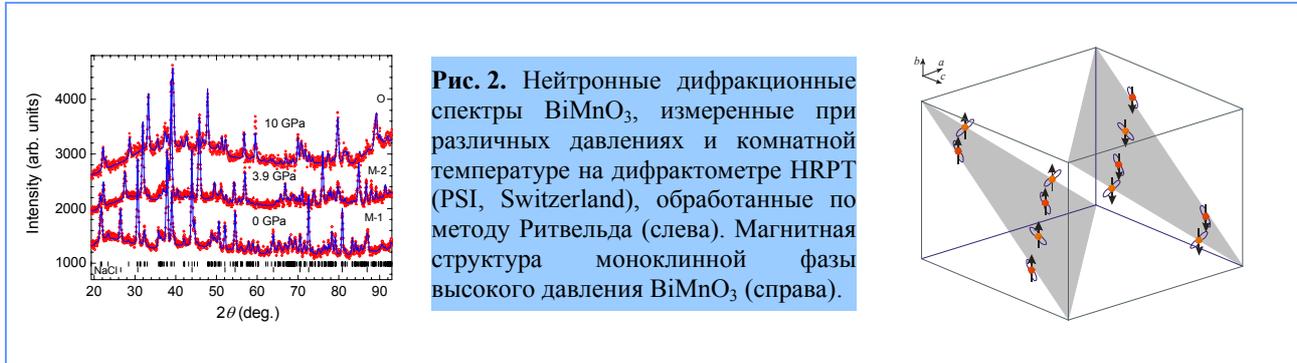


Рис. 2. Нейтронные дифракционные спектры ViMnO_3 , измеренные при различных давлениях и комнатной температуре на дифрактометре HRPT (PSI, Switzerland), обработанные по методу Ритвельда (слева). Магнитная структура моноклинной фазы высокого давления ViMnO_3 (справа).

магнитоэлектрических эффектов с ферромагнитным упорядочением. При давлении $P = 1$ ГПа наблюдался структурный фазовый переход между двумя моноклинными модификациями симметрии $C2/c$, который сопровождался значительным изменением параметров элементарной ячейки и некоторых межатомных расстояний. Структурный фазовый переход сопровождается изменением характера магнитного упорядочения с ферромагнитного ($T_C = 100$ К) на антиферромагнитный ($T_N = 90$ К) с вектором распространения $k = (\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$. С дальнейшим

повышением давления при $P \sim 8$ ГПа наблюдался структурный фазовый переход в орторомбическую фазу симметрии $Pbnm$. Полученные результаты позволили выявить роль конкурирующих сверхобменных взаимодействий в механизме возникновения магнитоэлектрических явлений.

Методом малоуглового рассеяния нейтронов исследованы структурные характеристики наноструктурированных силикатных стекол, содержащих оксиды церия и титана [3]. Установлено, что оптические свойства стекол, в частности, коэффициент пропускания, сильно зависят от среднего размера кластеров Ce-Ti-O, образующихся при допировании CeO_2 и TiO_2 .

Исследования магнитных жидкостей

В рамках совместной исследовательской группы Сообщество Гельмгольца Германии – Россия (проект Гельмголец-РФФИ HRJRG-16) с помощью малоуглового рассеяния нейтронов определена [4, 5] структура биосовместимых феррожидкостей, синтезируемых для терапии раковых опухолей мозга человека. Для стабилизации (преимущественно стерической) наночастиц магнетита (размер ~ 10 нм, полидисперсность > 50 %) в жидкой среде использован двойной слой миристиновой (MA+MA) или лауриновой (LA+LA) кислот. Несмотря на сравнительно большие объемные доли диспергированного магнетита ($\varphi_m \sim 10$ %) при сохранении высокой стабильности, в образцах присутствуют кластеры наночастиц с характерным размером в диапазоне 30–40 нм. Использование вариации контраста (смеси $\text{H}_2\text{O}/\text{D}_2\text{O}$) с применением метода модифицированных базисных функций позволили определить характеристики внутренней структуры кластеров. В частности, обнаружено существенное различие в доле ПАВ в кластерах для образцов двух типов. Если для образцов типа LA+LA кластеры состоят из частиц магнетита, полностью покрытых оболочкой ПАВ толщиной около

3.5 нм, то в случае образцов типа МА+МА кластеры состоят из частиц магнетита с неполным покрытием ПАВ (рис. 3). Это указывает на более значительную агломерацию ПАВ с большей длиной в процессе приготовления, что снижает адсорбцию МА на поверхность магнетита. Данный вывод согласуется с тем фактом, что получение стабильных водных феррожидкостей посредством более длинных ПАВ из ряда монокарбоновых кислот (пальмитиновая, стеариновая кислоты) не представляется возможным. Из важных полученных характеристик следует также отметить температурную стабильность кластеров и отсутствие мицелл свободного (неадсорбированного) ПАВ, что сильно отличает исследованные системы от рассмотренных ранее технических водных феррожидкостей, стабилизированных с использованием додецилбензолсульфоновой кислоты, где наблюдались фрактальные агрегаты и существенный избыток ПАВ с образованием мицелл.

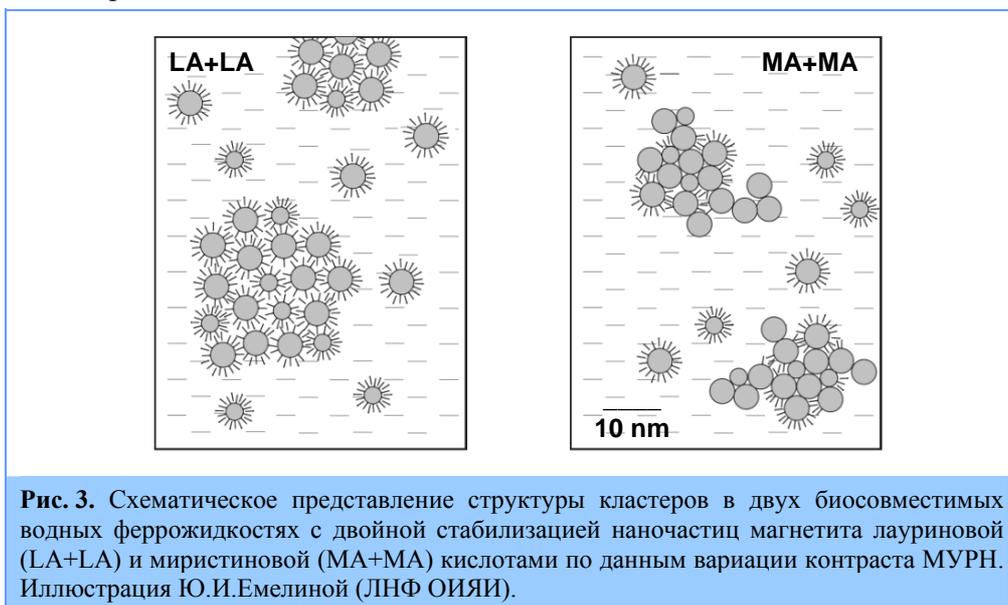


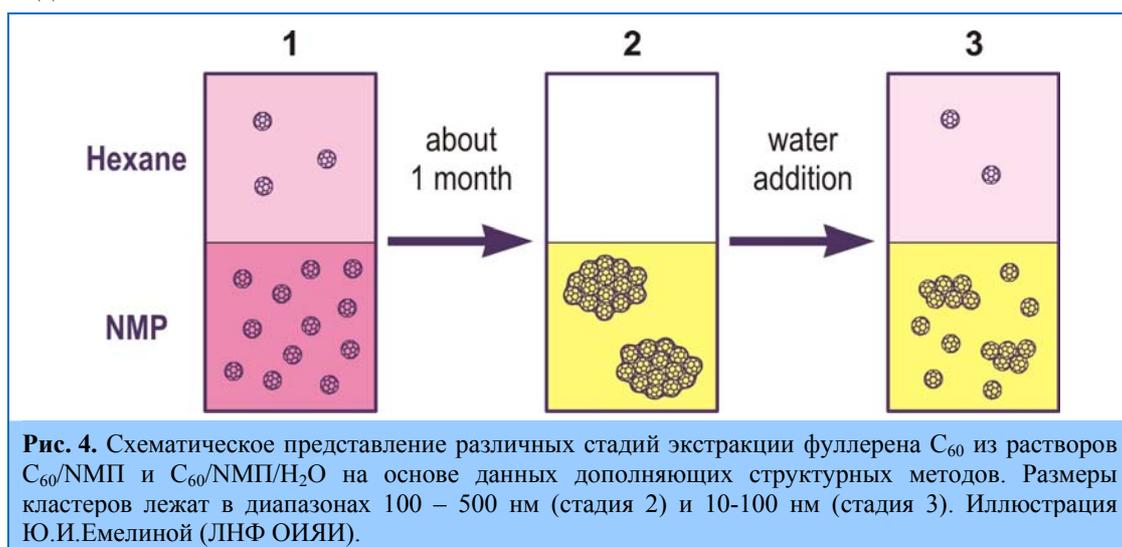
Рис. 3. Схематическое представление структуры кластеров в двух биосовместимых водных феррожидкостях с двойной стабилизацией наночастиц магнетита лауриновой (LA+LA) и миристиновой (MA+MA) кислотами по данным вариации контраста МУРН. Иллюстрация Ю.И.Емелиной (ЛНФ ОИЯИ).

Вариация контраста в малоугловом рассеянии нейтронов (Гельмогольц-центр Геестхахта) с использованием метода модифицированных базисных функций применена в исследовании биологически совместимых водных феррожидкостей, приготовленных с помощью замещения олеата натрия полиэтиленгликолем при стабилизации магнетита в воде (Институт экспериментальной физики, Кошице, Словакия) [6]. Обнаружена реорганизация кластеров, степень которой зависит от количества добавляемого в систему полимера. В частности, небольшие (размер 40 нм) кластеры в исходной жидкости, при достаточном количестве полимера переходят в большие (размер свыше 120 нм) фрактальные кластеры. При этом толщина оболочки меняется незначительно, что указывает на адсорбцию полимера на поверхности магнетита в плоской конфигурации. Учитывая тот факт, что намагниченность насыщения новой жидкости понижается, наблюдаемая реорганизация связана с ухудшением стабильности системы.

Исследование углеродных наноматериалов

В рамках исследования растворов фуллеренов со средней полярностью (диэлектрическая постоянная 10–50) подробно изучена система C₆₀/N-метил-пирролидон (НМП), которая характеризуется образованием в ней со временем (порядка месяца после растворения) больших

(размер до 500 нм), но стабильных, кластеров из молекул фуллерена. В частности, рост кластеров предложено [7] отслеживать с помощью экстракции в органический растворитель, не смешиваемый с NMP, например, гексан (**рис. 4**). Кластерообразование коррелирует с временным сольватохромным эффектом (изменение во времени спектра поглощения УФ-Вид). После растворения молекулярный C_{60} из C_{60}/NMP (малиновый цвет) экстрагируется в гексан (малиновый цвет меньшей интенсивности). Со временем экстракция уменьшается и, в конце концов, свидетельствует о переходе всего C_{60} в составе C_{60}/NMP (желто-коричневый цвет) в кластеры, которые не экстрагируются. Переход молекулярный раствор – коллоидный (кластерный) раствор проявляется в масс-спектрах высушенных растворов. При добавлении в систему воды (также не смешиваемую с гексаном), экстракция возобновляется, что свидетельствует о разрушении кластеров за счет отсоединения одиночных молекул C_{60} (мономеров). Появление одиночных молекул в растворе подтверждается масс-спектрометрией, а уменьшение размеров кластеров регистрируется малоугловым рассеянием нейтронов. Показано, что при этом вода образует связь (комплекс с переносом заряда) с фуллереном. Таким образом, на основе комплексного анализа с привлечением различных методов предложено объяснение сольватохромным эффектам в системах C_{60}/NMP и $C_{60}/NMP/вода$: наряду с развитием кластеров первоначальные комплексы фуллерен-растворитель меняются со временем (преимущественно на поверхности кластеров) и способствуют растворимости фуллерена в смеси вода-NMP.



Продолжены построение теоретической модели кластерообразования для растворов фуллерена C_{60} в полярных растворителях [8]. На основе подхода кинетической теории нуклеации проанализированы собранные экспериментальные данные для раствора C_{60}/N -метилпирролидон (NMP). В рамках теории нуклеации было показано, что также как и в случае неполярных растворов C_{60} , использование капельной модели кластера приводит к быстрому разделению фаз в системе. Подстановка оценочных термодинамических параметров для раствора C_{60}/NMP дает длительность стадии независимого роста порядка 10 мкс. В отличие от неполярных растворов, использование модели ограниченного роста с ограничением размера кластеров по n (числу молекул C_{60} в агрегате) не имеет физических обоснований. Для качественного описания протекающих в системе процессов, предложена альтернативная модель ограниченного роста, где предполагается, что постепенное образование донорно-акцепторных комплексов C_{60} -NMP ограничивает рост кластеров фуллерена. Модель учитывает

предполагаемое изменение комплексов C_{60} -NMП во времени.

Исследование магнитных слоистых наноструктур

Проведены исследования предсказанного обратного эффекта близости для бислоя ферромагнетик-сверхпроводник наноструктуры V/Fe, который заключается в намагничивании сверхпроводника (рис. 5). Теоретические предсказания давали как положительную по отношению к направлению намагниченности ферромагнетика намагниченность сверхпроводника, так и отрицательную. В исследованиях бислоя V/Fe обнаружен обратный эффект близости [9]. При этом установлено, что при температуре ниже температуры сверхпроводящего перехода сверхпроводящий слой намагничивается положительно, а ферромагнетный слой отрицательно, так что весь бислой увеличивает магнитный момент.

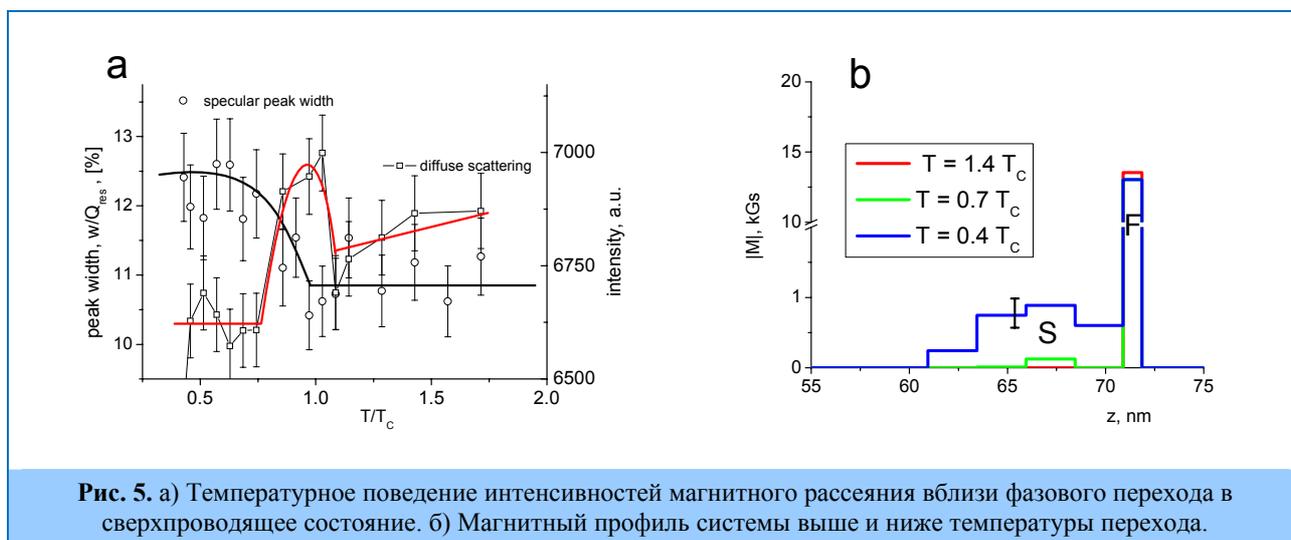


Рис. 5. а) Температурное поведение интенсивностей магнитного рассеяния вблизи фазового перехода в сверхпроводящее состояние. б) Магнитный профиль системы выше и ниже температуры перехода.

Исследование липидных мембран и липидных комплексов

Методом дифракции синхротронного излучения исследованы водные растворы мультислойных везикул мембран, моделирующих липидную составляющую слизистой оболочки ротовой полости млекопитающих на основе церамид-6 и мембран входящих в ее состав смеси сфингомиелен/дипальмитоилфосфатидилхолин/дипальмитоилфосфатидилэтанолламин с церамидом-6 в диапазоне температур 20 - 80 (90)°C (рис. 6). Установлено, что смесь сфингомиелен/фосфолипиды при высоких температурах (70-80 °C) склонна к образованию обратной гексагональной фазы. Церамид-6 при мольной доле 0,2-0,3 увеличивает значение периода повторяемости МСВ смеси сфингомиелен/фосфолипиды на величину около 1 Å и препятствует образованию обратной гексагональной фазы при высоких температурах.

В результате проведенных исследований мембран с составом церамид 6/холестерин / пальмитиновая кислота/ сульфат холестерина установлено, что фазовое состояние мембраны зависит не только от температуры, но и от pH воды, используемой при их приготовлении. При низких значениях pH (5 – 7), липидный бислой находится в кристаллической L_{α} фазе, а при увеличении pH до 9 происходит фазовый переход в гель L_{β} фазу, при этом существенно понижается степень упорядоченности углеводородных хвостов и мембрана становится однофазной.

Проведены исследования лекарства фосфоглив, растворенного в воде. Установлено, что липидная фракция фосфоглива существует в водной фазе в виде многослойных липосом состоящих из смеси фосфатидилхолина (ФХ) и глицерризиновой кислоты (ГРК) с периодом повторяемости 47.1 Å. В осадке обнаружены липосомы с периодом повторяемости 47.1 Å (смесь ФХ и ГРК) и 62.8 Å (чистый ФХ).

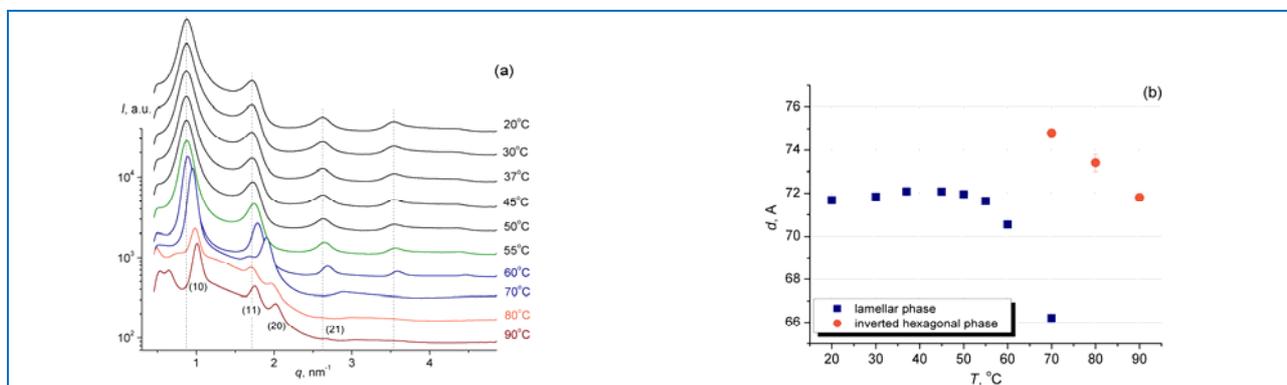


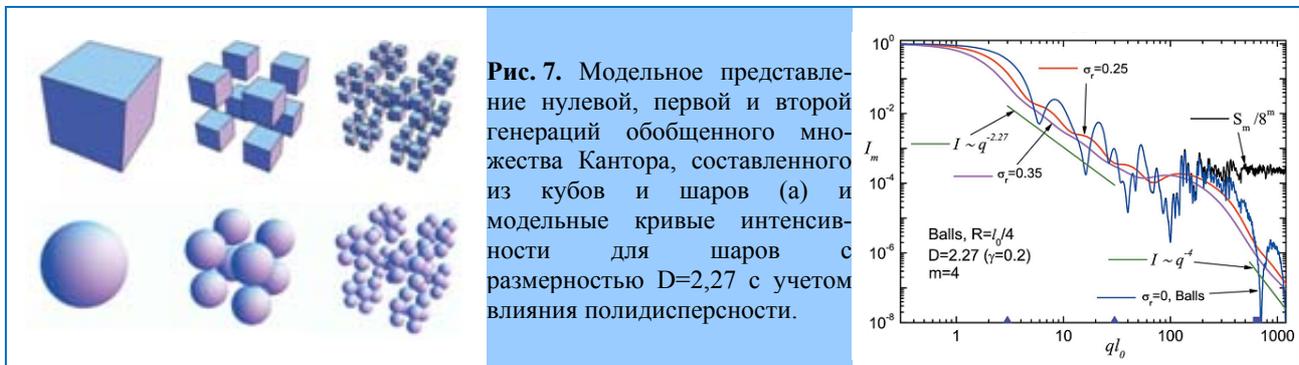
Рис. 6. (а) Дифракционные спектры от ламеллярной структуры МСВ сфингомиелен/ДПФХ/ДПФЭ = 1/2/2. (б) Температурная зависимость периода повторяемости (а) ламеллярной фазы (■) и параметра решетки ($a = 2d/\sqrt{3}$) инвертированной гексагональной фазы (●) МСВ сфингомиелен/ДПФХ/ДПФЭ=1/2/2.

Проведены исследования фосфолипидной транспортной системы, разработанной в Институте биомедицинской химии РАН. Образцы приготавливались путем растворения лиофилизированного лекарства в воде с концентрацией препарата 25%. Такая концентрация соответствует медицинской рекомендации по использованию лекарства. Исследования показали, что 25% раствор ФТНС в воде представляет собой везикулярную систему низкой полидисперсности, относительное среднеквадратичное отклонение размера составляет 20-30%. Средний радиус везикулы равен 160 Å, что соответствует размеру наночастицы ФТНС 320 Å. Определена морфология ФТНС. Доказано, что фосфолипидная транспортная система является везикулярной системой с низким уровнем полидисперсности при её 25% концентрации в воде.

Исследование полимерных и коллоидных наносистем

Совместно с ИСПМ РАН и ЛТФ ОИЯИ продолжено исследование структурных особенностей строения дендримеров – полимеров, сочетающих в себе свойства сверхразветвленных макромолекул и частиц [10]. С помощью метода вариации контраста для малоуглового рассеяния нейтронов получены значения средней рассеивающей плотности дендримеров и произведены расчеты инвариантов. Показано, что распределение рассеивающей плотности в объеме дендримера является однородным в пределах экспериментальной ошибки. Получена верхняя оценка величины неоднородности рассеивающей плотности дендримера. Показана возможность проникновения растворителя внутрь дендримера и дана количественная оценка объема, доступного проникновению растворителя. Сделаны обобщающие выводы о структуре и свойствах указанной разновидности дендримеров от низких до высоких генераций. В системе дендример-растворитель при различных концентрациях и внешних условиях обнаружено существование не типичного для систем типа «жестких сфер» структурного фактора вплоть до самых низких концентраций.

Проведены теоретические расчеты (совместно с ЛТФ ОИЯИ) по моделированию малоуглового рассеяния от детерминированного фрактала – обобщенного фрактала Кантора, **рис. 7** [11]. Детерминированные фракталы являются моделью некоторых точных самоподобных структур нанобъектов, которые стало возможно получать в последнее время благодаря развитию современных нанотехнологий. Размерность фрактала может варьироваться в пределах от 0 до 3 в зависимости от степени его упаковки, контролируемой безразмерным параметром. Форм-фактор для обобщенного фрактала Кантора был вычислен аналитически для произвольных значений волнового вектора и для любых конечных итераций фрактала для описания малоуглового нейтронного и рентгеновского рассеяния на ориентационно-упорядоченном множестве фракталов. Для неупорядоченно расположенных моно- и полидисперсных фракталов, интенсивность рассеяния получена в виде простых интегралов. Рассчитаны величины асимптотик фрактального структурного фактора и аналитически получен радиус гирации для произвольной итерации. Объяснено “полочное” поведение кривой малоуглового рассеяния. Показана возможность оценки числа частиц фрактальной структуры.



В рамках изучения растворов ПАВ, используемых для стабилизации феррожидкостей, с помощью малоуглового рассеяния нейтронов (Гельмогольц-центр Геестхакта) получены параметры структуры и взаимодействия для мицеллярных растворов додецилбензинсульфоновой кислоты в дейтерированной воде [12]. Проведен анализ концентрационных зависимостей агрегационного числа, заряда на мицеллу и поверхностного потенциала мицелл. Наблюдено типичное увеличение размера мицелл с увеличением концентрации ПАВ, что связано с переходом мицелл от сферической формы к цилиндрической. Используя полученные данные, оценена доля молекул ПАВ, которые находятся в мицеллах и в одиночном состоянии в объеме феррожидкости (магнетит в воде с двойным слоем кислоты при ее избытке в растворе).

Проведено исследование спиновой динамики в системе в $\text{Ce}_{(1-x)}\text{Y}_x\text{Al}_3$ при переходе от состояния с тяжелыми фермионами (ТФ) при $x=0$ к состоянию с переменной валентностью (ПВ) при $x=0.5$ методом неупругого рассеяния нейтронов [13] (**рис. 8**). Показано, что замещение церия иттрием приводит к сильной трансформации спектральных компонент магнитного отклика из-за усиления k - f гибридизации.

Проведено исследование динамики мононитрида урана, который рассматривается как базовый материал для создания комбинированного топлива для реакторов на быстрых нейтронах. В спектрах неупругого рассеяния нейтронов UN обнаружены квазирезонансные особенности в области щели между акустическими и оптическими колебаниями, которые могут быть объяснены солитонами и нелинейными локализованными модами.

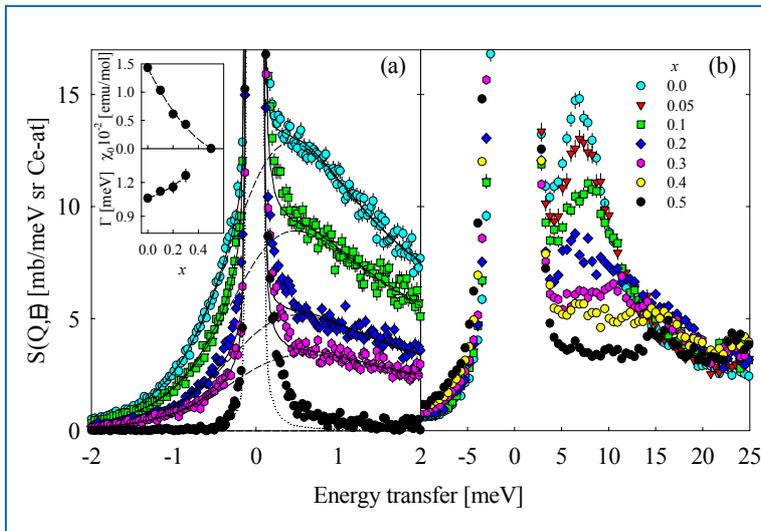


Рис. 8. $S(Q, \omega)$ для соединений $Ce_{1-x}Y_xAl_3$ в зависимости от концентрации иттрия “ x ”: а) измеренные на IN6 (ILL, France) с налетающей энергией 3.12 мэВ и среднем угле рассеяния 60° . Линия- результат профильного анализа суммы квазиупругого Лоренциана (прерывистая линия) и упругого пика (точечная линия), свернутых с функцией разрешения. На вставке - зависимость от концентрации иттрия “ x ” значений статической восприимчивости ω_0 (верхний рисунок) и полуширины $\Gamma/2$ (нижний рисунок) для квазиупругих пиков. б) измеренные на LRMECS (ANL, USA) с налетающей энергией 35 мэВ и среднем угле рассеяния 15° .

С помощью рассеяния нейтронов исследована атомная структура и динамика гидроксила никеля $Ni(OH)_2$, материала для электродов в химических источниках тока. На основе данных по неупругому некогерентному рассеянию нейтронов, а также КР и ИК-спектроскопии проведен сравнительный анализ колебательных спектров и динамики решетки гидроксидов никеля и магния [14]. Спектры оптических фононов рассчитаны с использованием методов теории функционала плотности, хорошо согласуются с данными колебательной спектроскопии. Анализ матрицы силовых постоянных определенных по результатам расчета, позволил предложить интерпретацию основных особенностей проявляющихся в спектрах этих соединений. Метод функционала плотности выявляет особенности междуатомного взаимодействия, характерны для этих слоистых соединений и указывает на существенную роль спинового взаимодействия в гидроксиде никеля. Показано, что этот метод может быть с успехом применен для разработки моделей структуры и динамики фазы β - $NiOOH$.

Прикладные работы

К прикладным работам в отделе НИКС ЛНФ традиционно относятся экспериментальные исследования текстуры горных пород и минералов, внутренних напряжений в них и определение внутренних напряжений в объемных материалах и изделиях, включая инженерные материалы и детали машин и устройств. В основном, эти исследования ведутся с помощью дифракции нейтронов.

Проведены эксперименты по исследованию распространения упругих волн в модельных неоднородных анизотропных средах – образцах оргстекло + монокристаллический кварц, оргстекло + поликристаллический графит (с известной текстурой), эпоксидная смола + биотит (рис. 9). Показано, что в модельных материалах “эпоксидная смола + биотит”, отличающихся на порядок по размеру зерен биотита (0-0.4 мм и 2-5 мм), скорости продольных упругих волн с различными частотами совпадают. Предложено использовать метод дискретных вейвлет-преобразований для анализа акустических сигналов и определения скоростей поперечных упругих волн. Проведено сопоставление теоретических расчетов с ультразвуковыми данными на физических моделях, получено удовлетворительное совпадение результатов.

Проведено нейтронографическое исследование остаточных напряжений в образце аустенитной нержавеющей стали AISI 321 крестообразной формы (рис. 10), подвергнутом двuosному циклированию в виде периодического растяжения-сжатия. Под действием пластической деформации аустенитная матрица испытала частичную трансформацию, что привело к появлению в образце новой мартенситной ферромагнитной фазы. С помощью дифракции нейтронов по времени пролета были измерены полные остаточные напряжения в обеих фазах, присутствующих в циклированном образце. Их анализ в планарном приближении позволил определить макронапряжения, одинаковые в обеих фазах, и микронапряжения в каждой фазе отдельно, а также вклад гидростатического давления в полные фазовые напряжения. Кроме того, установлено, что при планарном циклировании происходит частичный переход аустенитной фазы в мартенситную, что связано с пластической деформацией материала.

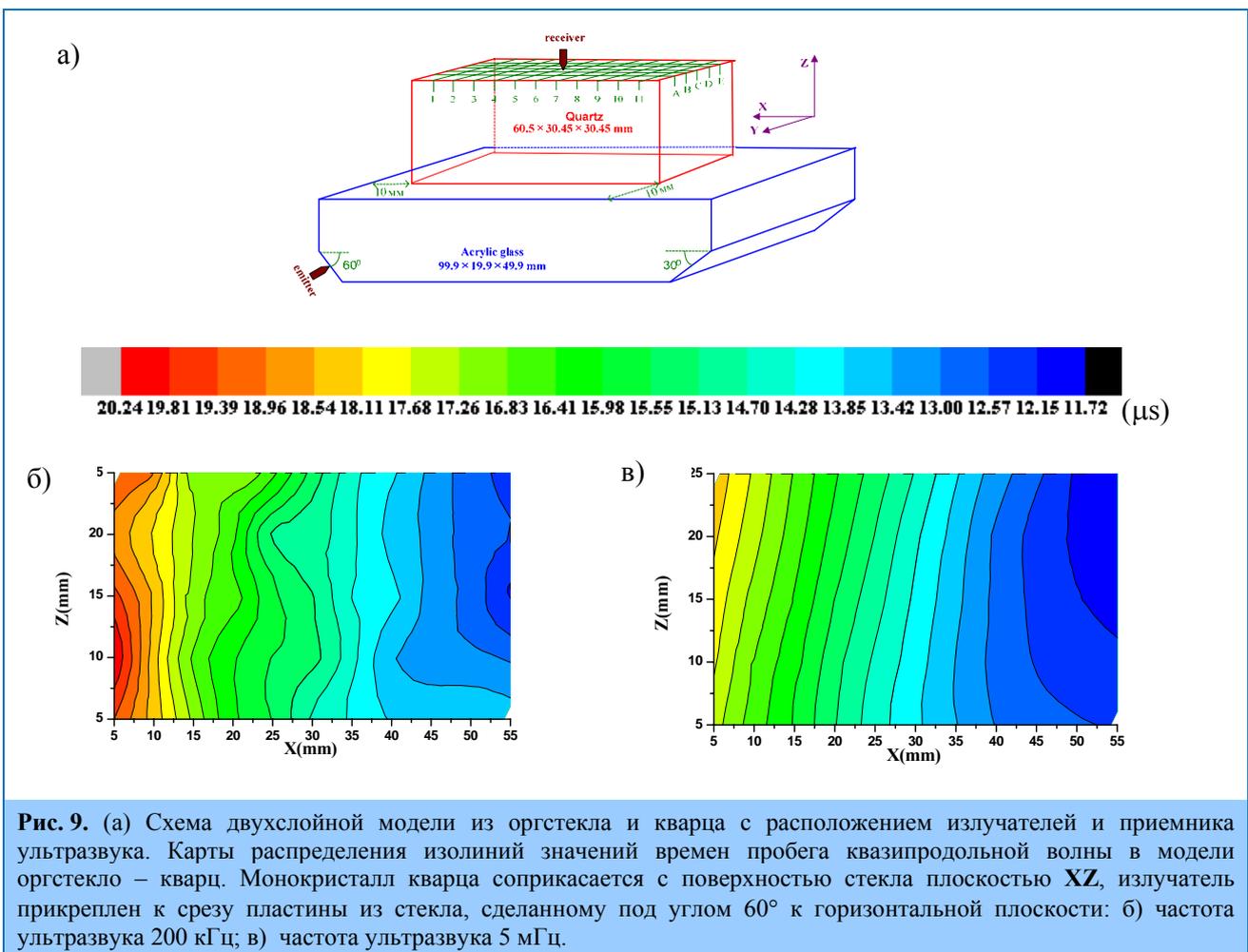


Рис. 9. (а) Схема двухслойной модели из оргстекла и кварца с расположением излучателей и приемника ультразвука. Карты распределения изолиний значений времен пробега квазипродольной волны в модели оргстекло – кварц. Монокристалл кварца соприкасается с поверхностью стекла плоскостью XZ , излучатель прикреплен к срезу пластины из стекла, сделанному под углом 60° к горизонтальной плоскости: б) частота ультразвука 200 кГц; в) частота ультразвука 5 мГц.

Продолжаются исследования кристаллографической текстуры и остаточных напряжений в реакторных материалах, в частности в цилиндрических заглушках ТВЭЛ-ов реактора ВВЭР-1000, изготовленных из сплава Э-110. Показано, что процесс изготовления детали ротационной ковкой приводит к формированию аксиальной кристаллографической текстуры, которая существенно изменяется при отжиге материала. Рассчитаны остаточные напряжения первого

рода в нагартованной (растяжение ≈ 150 МПа в радиальном направлении) и отожженной (остаточные напряжения близки к нулю) заглушках.

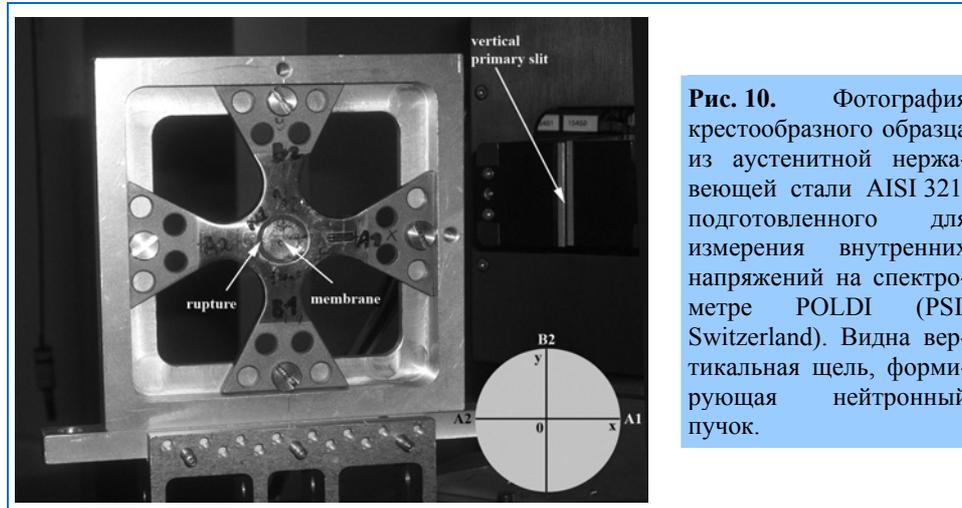


Рис. 10. Фотография крестообразного образца из аустенитной нержавеющей стали AISI 321, подготовленного для измерения внутренних напряжений на спектрометре POLDI (PSI, Switzerland). Видна вертикальная щель, формирующая нейтронный пучок.

На основе анализа данных текстурных измерений полифазного гранитного щебня из Рудных Гор показано, что магматическое течение и ориентированный рост кристаллов в анизотропном поле напряжений являются основными процессами образования текстуры. Выполнены текстурные измерения каменной соли из различных источников в северной Германии с целью изучения механизмов активной деформации. Несмотря на наличие внешней деформации, выделенных направлений ориентаций зерен не установлено. Был сделан вывод, что во время деформационных процессов текстура не развивается, или же уже существовавшая текстура разрушается из-за миграционных процессов границ зёрен.

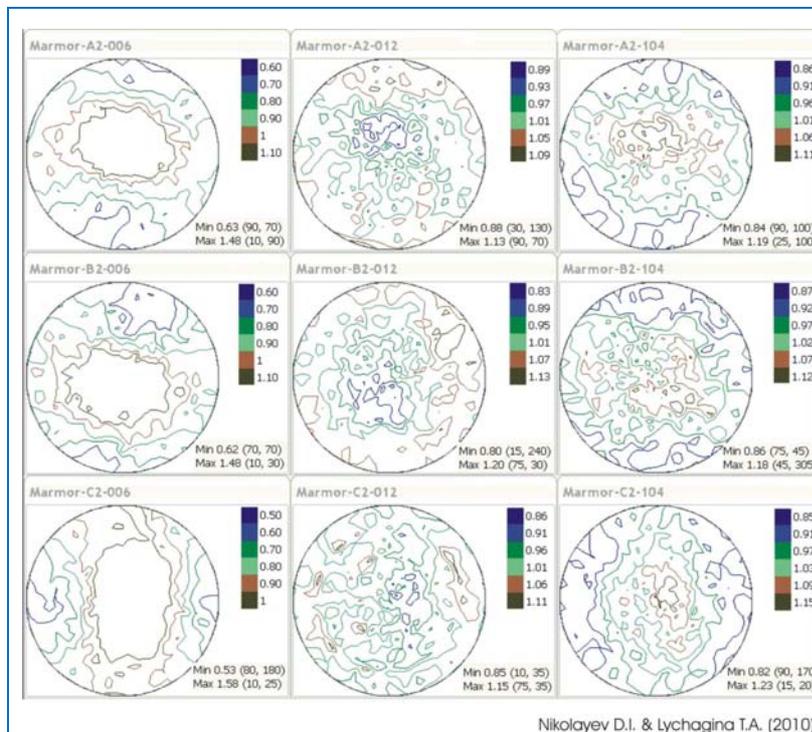


Рис. 11. Полусные фигуры образца мрамора из района Carrara (Italy), полученные на основе дифракционных данных, измеренных на дифрактометре TEX-2 (FRM-II, Germany).

Моделирование скоростей упругих волн в скалистых породах по данным текстуры образцов горных пород показало, что упругие свойства горных пород независимы от влияния формирования трещин при высоких давлениях. Экспериментальные оценки скоростей упругих волн при низких давлениях были совмещены с эффектами трещинообразования, экстраполяция на высокие давления необходима, чтобы оценить условия давления на очень больших глубинах. Методические исследования подтвердили, что все использованные модельные функции неприменимы для экстраполяции. Предложена процедура уточнения для модельной функции, которая приведёт к лучшей экстраполяции скоростей.

Проведено исследование текстуры образцов мрамора с помощью метода дифракции нейтронов на установке TEX-2 (FRM-I) исследовательского центра GKSS и STRESS SPEC (FRM-II) Технического Университета г. Мюнхен, Германия. Образцы мрамора были взяты из района Carrara (Италия). Задача является актуальной, поскольку необходимо установить причину деформации и разрушения плит, изготовленных из этого вида мрамора. Такие плиты широко используются в Германии для облицовки зданий (например, здание библиотеки университета г. Геттинген). Разрушение провоцируется накоплением остаточных напряжений при циклическом деформировании (в результате действия сезонных температурных градиентов). В результате проведенных исследований (**рис. 11**) сделан вывод о том, что острота текстуры в изученных образцах мрамора недостаточна для того, чтобы оказывать существенное влияние на формирование распределения остаточных напряжений. Тем не менее, деформация и разрушение мраморных плит наблюдается и необходимо найти причину этих явлений, для чего планируется провести ряд экспериментов и модельных исследований.

Методические результаты

Завершен монтаж прерывателя пучка и головной части зеркального нейтроновода нового дифрактометра для исследования микрообразцов ДН-6 на канале 6Б реактора ИБР-2 (**рис. 12**). Продолжено изготовление зеркал для хвостовой части нейтроновода. Подготовлена техническая документация для изготовления механической части ДН-6. В НЭОКС ЛНФ начато изготовление газового ПЧД детектора.

Завершена установка головной части нового многофункционального рефлектометра GRAINS на канале 10 реактора ИБР-2М.



Рис. 12. Головная часть зеркального вакуумного нейтроновода, установленная на 6-м канале реактора ИБР-2 в рамках реализации про-екта по созданию нового дифрактометра для исследования микрообразцов ДН-6.

Завершено изготовление, проведена первичная сборка и проверка на вакуум вакуумного кожуха системы формирования пучка (**рис. 13**). Продолжено изготовление фонового

прерывателя нейтронов барабанного типа с горизонтальной щелью. Продолжено создание автономной вакуумной системы рефлектометра. Начато проектирование и изготовление системы управления шаговыми двигателями установки и программного обеспечения рефлектометра, завершено изготовление и проверка 2D позиционно-чувствительного детектора нейтронов (совместно с НЭО КС).

Исследовано влияние гравитации на функцию разрешения рефлектометра с горизонтальной плоскостью образца. Получены и проанализированы зависимости гравитационных искажений зеркального коэффициента отражения от различных параметров рефлектометра: коллимации, размеров образца, относительных расстояний между элементами рефлектометра.

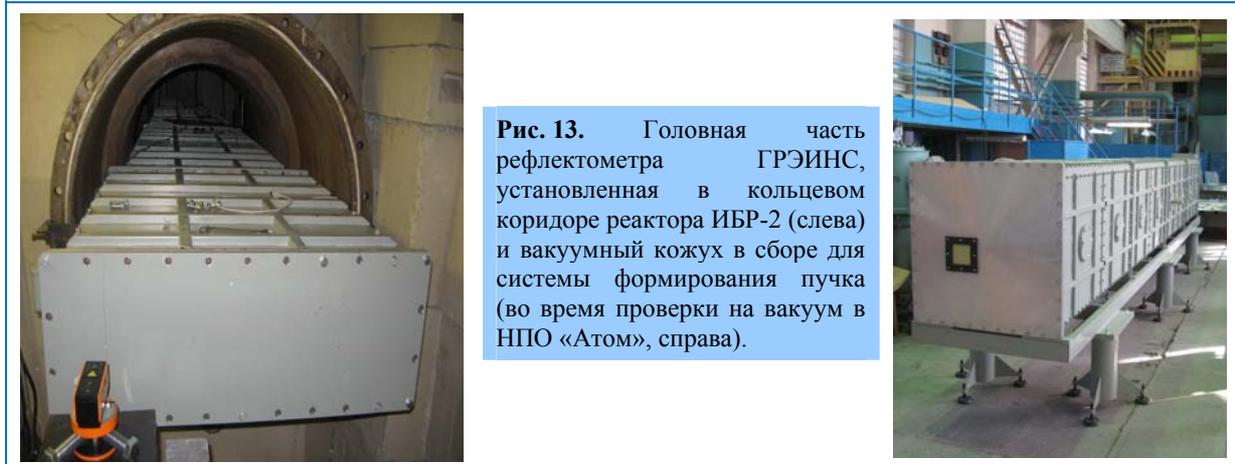


Рис. 13. Головная часть рефлектометра ГРЭИНС, установленная в кольцевом коридоре реактора ИБР-2 (слева) и вакуумный кожух в сборе для системы формирования пучка (во время проверки на вакуум в НПО «Атом», справа).

Завершены работы по установке и вакуумированию сплиттера на 7 канале ИБР-2, который разделяет исходный нейтронный пучок на три независимых пучка для спектрометров ЭПСИЛОН, СКАТ и НЕРА (рис. 14).



Рис. 14. Сплиттер, разделяющий исходный нейтронный пучок на три независимых пучка для спектрометров ЭПСИЛОН, СКАТ и НЕРА (слева) и новый фоновый прерыватель (справа) на 7 канале реактора ИБР-2.

Установлен, смонтирован и протестирован новый фоновый прерыватель, оборудованный широким окном для трёх нейтронных труб (совместно с НЭО КС). Изготовлены и доставлены три лямбда-прерывателя для нейтронных труб 7А-1 (ЭПСИЛОН) и 7А-2 (СКАТ) и 7Б (НЕРА).

Подготовлена техническая документация и оформлен контракт на изготовление 80 м секции зеркального вакуумного нейтронновода для спектрометра НЭРА. Работы по модернизации спектрометров 7-го канала выполняются совместно с НЭО КС.

Завершены работы по монтажу и юстировке механических узлов и зеркальных сегментов нейтронного концентратора спектрометра ДИН-2ПИ.

Подготовлен проект по созданию нейтронного спектрометра для исследований переходных процессов в реальном времени на реакторе ИБР-2.

Проведены теоретические и экспериментальные работы по обоснованию нового метода изучения наноструктур - нейтронного магнитного резонанса. Метод основан на явлении расщепления нейтронной волны при процессах отражения и преломления нейтронов в статическом коллинеарном магнитном поле и перпендикулярном ему осциллирующем магнитном поле, связанном с передачей (отдачей) кванта электромагнитной волны нейтрону (от нейтрона). Это явление в канале отражения нейтронов было обнаружено в измерениях на спектрометре РЕМУР в 2006 году и подтверждено в 2010 году в исследованиях в Германии (Мюнхен). Одновременно было показано, что отражение имеет резонансный характер (интенсивность не зеркально отражённых нейтронов зависит от частоты осциллирующего поля и возрастает при частоте, равной ларморовской частоте прецессии спина нейтронов вокруг вектора индукции магнитного поля в плёнке).

Проведены методические работы по получению микропучков поляризованных нейтронов для исследования локальных неоднородностей наноструктур (рис. 15).

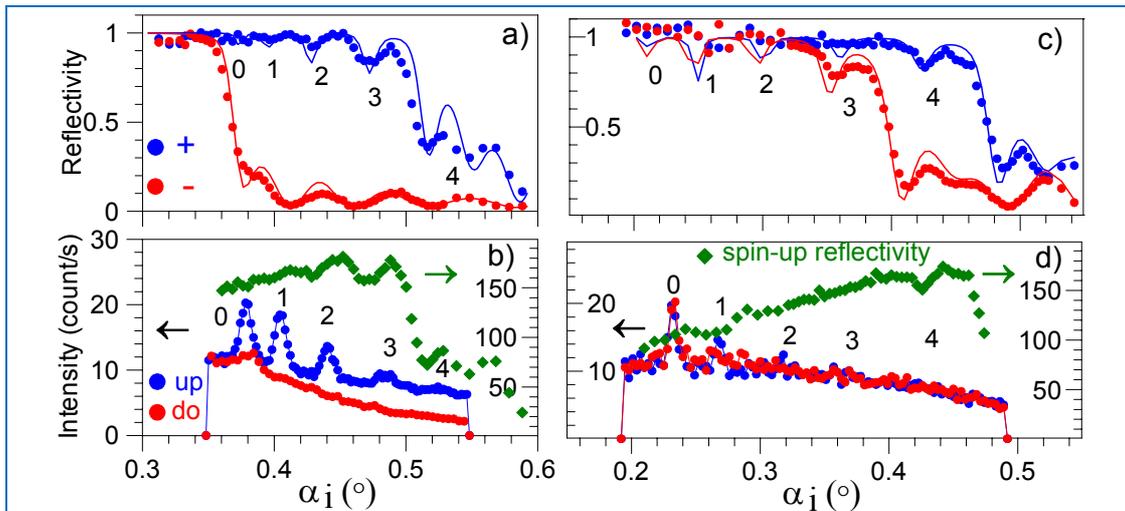


Рис. 15. Создание поляризованных микропучков нейтронов с помощью магнитных слоистых структур.

Левая колонка: полярирующий волновод $\text{FeO}_x(5.4 \text{ нм})/\text{Fe}(15 \text{ нм})/\text{Cu}(136 \text{ нм})/\text{Fe}(51 \text{ нм})/\text{glass}$. Правая колонка: неполярирующий волновод $\text{Py}(13 \text{ нм})/\text{Al}(141 \text{ нм})/\text{Py}(48 \text{ нм})/\text{glass}$. Вверху: коэффициенты отражения спиновых состояний «+» и «-». Точки – экспериментальные данные, линии – подгонка модельной структуры. Индексами обозначены минимумы, соответствующие резонансам волновой функции нейтронов в волноводном слое Cu или Al. Внизу: максимумы микропучка нейтронов в зависимости от угла скольжения первичного нейтронного пучка. Для сравнения приведена интенсивность зеркально отражённого пучка. Положение максимумов микропучка соответствуют положению минимумов зеркально отражённого пучка. Ширина микропучка равна ширине волноводного слоя Cu(136 нм) и Al(141 нм).

В обычном нейтронном эксперименте информация об исследуемом объекте усредняется по ширине падающего на образец пучка размером 0.1 – 1 мм. Для создания более узких пучков нейтронов (нейтронного зонда) большие перспективы имеют слоистые волноводы, представляющие собой трёхслойную плёночную структуру, которая преобразует относительно широкий (0,1 мм) и коллимированный ($0,01^\circ$) пучок в узкий (0,1 мкм) и расходящийся ($0,1^\circ$) пучок. С помощью слоистых волноводов впервые были получены поляризованные микропучки нейтронов шириной 0,15 мкм. Пучок нейтронов имеет форму вытянутой щели, поэтому наиболее эффективно он может быть использован для одномерных решёток в виде полос из магнитных материалов.

Проведено экспериментальное исследование (на реакторе FRMII, Германия) эффективности спин-флипперов с вращающимися магнитными полями конечной толщины на переворот спина нейтрона. Подобные устройства могут использоваться в спин-эхо спектрометрах нового типа. Конечная толщина флипперов приводит к тому, что невозможно достичь точного переворота спина нейтрона на 180° .

Модернизирована автоматизированная установка высокого гидростатического давления, установленная на спектрометре ЮМО для проведения волюметрических изменений в диапазоне давлений 0 - 4 кбар и температур 5 – 200 °С. Проведены первые P-V-T эксперименты на водном растворе димиристоилфосфатидилхолина.

Литература

1. Н.О.Голосова, Д.П.Козленко, Е.В.Лукин, Б.Н.Савенко “Влияние высокого давления на кристаллическую и магнитную структуру кобальтита $\text{La}_{0,5}\text{Ca}_{0,5}\text{CoO}_3$ ”, Письма в ЖЭТФ, т. 92, с. 114-118 (2010).
2. D.P.Kozlenko, A.A.Belik, S.E.Kichanov, I.Mirebeau, D.V.Sheptyakov, Th.Straessle, O.L.Makarova, A.V.Belushkin, B.N.Savenko, and E.Takayama-Muromachi Competition between ferromagnetic and Antiferromagnetic ground states in BiMnO_3 at high pressures, *Phys. Rev. B* 82, 014401 (6 pp.) (2010).
3. A.V.Belushkin and D.P.Kozlenko Structural organization of nanomaterials and nanosystems: neutron scattering insight, *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology* 1, 023002 (8 pp.) (2010).
4. M.V.Avdeev, B.Mucha, K.Lamszus, L.Vekas, V.M.Garamus, A.V.Feoktystov, O.Marinica, R.Turcu, R.Willumeit. Structure and in Vitro Biological Testing of Water-Based Ferrofluids Stabilized by Monocarboxylic Acids. *Langmuir* 26 (2010) 8503–8509.
5. М.В.Авдеев, В.Л.Аксенов, «Малоугловое рассеяние нейтронов в структурных исследованиях магнитных жидкостей. Обзор», *УФН*, т. 180, №10, с. 1009-1034 (2010).
6. M.V.Avdeev, A.V.Feoktystov, P.Kopcansky, G.Lancz, V.M.Garamus, R.Willumeit, M.Timko, M.Koneracka, V.Zavisova, N.Tomasovicova, A.Jurikova, K.Csach, L.A.Bulavin. Structure of water-based ferrofluids with sodium oleate and polyethylene glycol stabilization by small-angle neutron scattering: contrast-variation experiments. *J. Appl. Cryst.* 43 (2010) 959–969
7. О.А.Кызыма, М.В.Коробов, М.В.Авдеев, В.М.Гарамус, С.В.Снегир, В.И.Петренко, В.Л.Аксенов, Л.А.Булavin, Aggregate development in C_{60}/N -metyl-2-pyrrolidone solution and its mixture with water as revealed by extraction and mass spectroscopy, *Chem. Phys. Lett.* 493, 103–106 (2010).
8. М.В.Авдеев, Т.В.Тропин, В.Л.Аксенов, Модели кластерообразования фуллеренов в растворах, *Ж. Физ. Хим.* 84(8), 1405–1416 (2010).
9. V.L.Aksenov, Yu.N.Khaidukov, Yu.V.Nikitenko, Peculiarities of magnetic states in “Ferromagnet-Superconductor” heterostructures due to proximity effects, *Journal of Physics: Conference Series*, 211, 012022-012027 (2010).
10. А.В.Рогачев, А.И.Куклин, А.Ю.Черный, А.Н.Озерин, А.М.Музафаров, Е.А.Татарина, В.И.Горделий, Структура кремнийорганических дендримеров высоких генераций. *Физика Твёрдого Тела*, 52, № 5, 979-

983 (2010).

11. A.Yu.Cherny, E.M.Anitas, A.I.Kuklin, M.Balasoïu and V.A. Osipov, Scattering from generalized Cantor fractals. *J. Appl. Cryst.* 43, 790–797 (2010).
 12. V.I.Petrenko, M.V.Avdeev, V.M.Garamus, L.A.Bulavin, V.L.Aksenov, L.Rosta. Micelle formation in aqueous solutions of dodecylbenzene sulfonic acid studied by small-angle neutron scattering. *Coll. Surf. A* 369 (2010) 160–164.
 13. E.A. Goremychkin, R. Osborn, I.L. Sashin, P. Riseborough, B.D. Rainford, D.T. Adroja, and J.M. Lawrence. Transition from Heavy-Fermion to Mixed-Valence Behavior in $Ce_{1-x}Y_xAl_3$: A Quantitative Comparison with the Anderson Impurity. *Phys. Rev. Lett.* 104, 176402 (4 pp.) (2010).
 14. V.Yu. Kazimirov, M.B. Smirnov, L. Bourgeois, L. Guerlou-Demourgues, L. Servant, A.M. Balagurov, I. Natkaniec, N.R. Khasanova, and E.V. Antipov, “Lattice Dynamics of Ni and Mg Hydroxides”. *Solid State Ionics*, 181, 1764-1770 (2010).
-