

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

На правах рукописи

УДК 538.97

ЖЕРНЕНКОВ

Михаил Николаевич

РЕФЛЕКТОМЕТРИЯ С ЛАРМОРОВСКОЙ ПРЕЦЕССИЕЙ НЕЙТРОНОВ ДЛЯ  
ИЗУЧЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ СТРУКТУР

Специальность: 01.04.07 - физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Дубна 2007

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И. М. Франка  
Объединенного института ядерных исследований

**Научные руководители**

кандидат физико–математических наук  
В. В. Лаутер

доктор философии  
Х. Лаутер

**Официальные оппоненты**

доктор физико-математических наук  
Джепаров Ф. С.

доктор физико-математических наук  
Подурец К. М.

**Ведущая организация**

Петербургский институт ядерной физики РАН  
им. Б.П. Константинова, г. Гатчина

Защита состоится “\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2008 года в \_\_\_\_\_ часов на заседании  
диссертационного совета Д 720.001.06 при Лаборатории нейтронной физики и  
Лаборатории ядерных реакций Объединенного института ядерных  
исследований (141980, г. Дубна Московской области)

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ

Автореферат разослан “\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2007 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

А. Г. Попеко

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы

Нейтронная рефлектометрия – экспериментальный метод исследования свойств поверхностей и границ разделов в слоистых системах с использованием отражения нейтронов. Первоначально метод нейтронной рефлектометрии использовался для изучения немагнитных сред. Позднее, с развитием технологий, позволяющих получить пучки поляризованных нейтронов, метод существенно расширил свои возможности и стал также применяться для исследования магнитных структур. На большинстве исследовательских нейтронных источников в настоящее время установлены рефлектометры поляризованных нейтронов, которые широко применяются в различных областях науки. Использование нейтронной рефлектометрии в течение последних десятилетий способствовало существенному прогрессу в таких научных областях, как физика полимеров и жидкостей, сверхпроводимость, магнетизм поверхности, магнетизм на границах раздела в слоистых системах и т.д.

В настоящее время, с развитием методов по созданию наноструктур, появилась необходимость в применении различных методов рассеяния нейтронов для исследования этих структур, а также в комбинировании нескольких методов для получения информации, недоступной при использовании традиционных методов.

Одним из методов рассеяния нейтронов, открывающих новые перспективы при исследовании наноструктур, является метод нейтронного спин-эхо в комбинации с традиционной нейтронной рефлектометрией. Метод нейтронного спин-эхо (НСЭ) был разработан как специальная экспериментальная методика, применяющаяся в экспериментах по неупругому рассеянию нейтронов [1]\*. Метод НСЭ существенно отличался от «классических» методов неупругого рассеяния, как с точки зрения основной его идеи, так и с технической точки зрения. Принцип, заложенный в основу метода НСЭ, заключается в

---

\* Цитируемая литература обозначается ссылкой [1], работы автора, в которых опубликованы выносимые на защиту результаты – [A1]

использовании эффекта ларморовской прецессии спина нейтрона в магнитном поле, при помощи которого измеряются скорости нейтронов до и после рассеяния на образце. Обычно такой принцип позволяет очень точно (до  $10^{-10}$  эВ) контролировать изменение энергии нейтрона, что определяет высокое разрешение метода НСЭ. Отличительной особенностью НСЭ является то, что в данном методе отсутствует взаимосвязь между интенсивностью (коллимацией) нейтронного пучка и разрешением. Другими словами, разрешение метода определяется не коллимацией или степенью монохроматизации пучка, а величиной и однородностью магнитного поля, в котором прецессирует спин нейтрона. Подобный подход дает необычайно высокое разрешение НСЭ по энергии, недостижимое в других методах рассеяния нейтронов.

Новым толчком к развитию НСЭ послужила идея замены классических длинных соленоидов, используемых как область прецессии (область, в которой вектор поляризации нейтронов прецессирует вокруг направления вектора магнитного поля), резонансными неадиабатическими флипперами (катушками) [2], действие которых основано на резонансном радиочастотном принципе [3–5]. Этот метод получил название резонансного нейтронного спин-эхо (РНСЭ) и был впервые реализован в 1995 году Келлером [6] в Институте им. Хана и Майтнер, Берлин. Авторы продемонстрировали измерения с помощью РНСЭ в комбинации с малоугловым рассеянием. Новизна метода РНСЭ заключалась в том, что резонансные флипперы позволяли наклонять границы областей прецессии нейтронов под большим углом к падающему пучку, что, в свою очередь, дало возможность реализовать принцип углового кодирования траекторий нейтронов, предложенный Келлером [6].

Успешные эксперименты с помощью РНСЭ в комбинации с малоугловым рассеянием [6] (метод получил сокращенное название SESANS: Spin-Echo SANS) подтолкнули других исследователей к разработке методов, основанных на принципе углового кодирования траекторий (углов) нейтронов с использованием ларморовской прецессии. С тех пор был достигнут значительный прогресс в разработке метода по совместному использованию малоуглового рассеяния и НСЭ.

В то же время была предложена идея применения метода спин-эхо в рефлектометрии [7]. Эта идея была в дальнейшем развита группой Р. Пинна [8–11], который предложил использовать метод кодирования траекторий нейтронов в рефлектометрии для разделения зеркального отражения и диффузного рассеяния при использовании пучков с широкой коллимацией. Одним из важных требований в экспериментах по традиционной рефлектометрии является использование узкой коллимации, или, другими словами, высокого углового разрешения. При этом большая часть интенсивности нейтронного пучка теряется. Это требование, в частности, обусловлено тем, что для однозначной достоверной подгонки двумерной карты интенсивности нужно знать точно степень перекрытия зеркального отражения и диффузного рассеяния. До настоящего времени, метод, дающий возможность разделить различные процессы рассеяния при использовании широкой коллимации, на практике реализован не был.

Необходимо отметить, что все методы, основанные на комбинации рефлектометрии с нейтронным спин-эхо, сейчас находятся на стадии разработки, поэтому реальные эксперименты на сложных физических объектах пока не были выполнены. Более того, ни один из методов не использовался ранее для проведения экспериментов с магнитными структурами, поэтому развитие данного направления особенно актуально, поскольку это позволяет существенно расширить возможности традиционных методов при решении современных задач физики магнитных пленок и слоистых структур.

**Цель работы** заключается в разработке и реализации нового метода - углового кодирования с ларморовской прецессией нейтронов (УКЛП), который позволяет использовать высокоинтенсивные пучки широкой коллимации с выигрышем в угловом разрешении; также цель диссертации состоит в исследовании природы эффекта ларморовской псевдо-прецессии вектора поляризации нейтронов при отражении от магнитных пленок, разработке и применении нового метода, основанного на эффекте ларморовской псевдо-прецессии, для измерения направления вектора намагниченности внутри магнитных тонких пленок.

В соответствии с целью работы поставлены следующие основные задачи:

1. Основываясь на методах нейтронного спин-эхо и нейтронной рефлектометрии, разработать метод углового кодирования с ларморовской прецессией пучка нейтронов, который обеспечивает высокое, по сравнению с современными рефлектометрами, угловое разрешение при работе с пучками широкой коллимации.
2. Провести эксперименты на многослойной полимерной пленке со сложной структурой и показать, что метод углового кодирования с ларморовской прецессией нейтронов позволяет разделить диффузное рассеяние и зеркальное отражение при использовании сильно расходящихся пучков.
3. Исследовать экспериментально природу эффекта ларморовской псевдо-прецессии поляризации нейтронов при отражении от магнитных пленок при помощи комбинации нейтронного спин-эхо и рефлектометрии.
4. Показать на примере тонкой магнитной пленке  $\text{Al}_2\text{O}_3 / ^{57}\text{Fe}$  (966 Å) /Cr (22 Å), что новый метод, основанный на комбинации нейтронной рефлектометрии, нейтронного спин-эхо и эффекта ларморовской прецессии, позволяет определить абсолютное направление и величину намагниченности в пленках, что невозможно при помощи традиционной рефлектометрии.

#### **Результаты, выносимые на защиту**

1. Предложен новый метод – угловое кодирование с ларморовской прецессией нейтронов, обеспечивающий значительно более высокое угловое разрешение по сравнению с традиционной рефлектометрией. Первый тест углового кодирования нейтронного пучка выполнен при помощи ларморовской прецессии на стандартной установке спин-эхо. При использовании нейтронных пучков с широкой коллимацией ( $\sim 0.25^\circ$ ) получено угловое разрешение  $\sim 0.01^\circ$ .
2. Впервые в эксперименте использованы нейтронные пучки с широкой коллимацией, при которой сигнал, определяемый незеркальным рассеянием Йонеда, полностью перекрывается интенсивностями отраженного и прямого пучков. При помощи метода УКЛП успешно произведено разделение незеркального рассеяния Йонеда и зеркального отражения от симметричного

сополимера поли(стирен–блок–бутилметакрилат), смешанного с наночастицами  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

3. При помощи комбинации нейтронного спин-эхо и рефлектометрии продемонстрирована прецессия вектора поляризации нейтронов при отражении от магнитной пленки. Впервые *экспериментально* доказано, что осцилляции в области полного отражения являются ларморовской псевдо–прецессией поляризации нейтронов при отражении.
4. При помощи ларморовской псевдо–прецессии и комбинации спин–эхо и рефлектометрии определена величина и абсолютное направление вектора намагниченности структуры  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / $^{57}\text{Fe}$  (966 Å) /Cr (22 Å). Полученное значение ( $M=1.71$  кГаусс) находится в полном согласии с величиной, измеренной методом магнитометрии ( $M=1.74\pm 0.05$  кГаусс).
5. Метод, основанный на комбинации ларморовской псевдо–прецессии и спин–эхо рефлектометрии, был применен для определения абсолютной величины и направления намагниченности в магнитных пленках, что невозможно реализовать в экспериментах по традиционной рефлектометрии, где определяются только проекции вектора намагниченности на заданную ось в плоскости пленки.

### **Научная новизна**

Новый метод – угловое кодирование с ларморовской прецессией нейтронов, основанный на комбинации резонансного нейтронного спин–эхо и рефлектометрии, был применен на практике, используя стандартный спин–эхо спектрометр. Современные рефлектометры используют узкую коллимацию пучков для получения необходимого углового разрешения, что значительно снижает интенсивность нейтронного пучка. Новизна метода УКЛП заключается в возможности использования пучков высокой расходимости с таким же (или лучшим) угловым разрешением, а также разделения сигналов, определяемых различными процессами рассеяния.

Использование поворотных резонансных катушек позволило обеспечить гибкие возможности по изменению разрешения в экспериментах, а также легко адаптировать угол наклона лицевых плоскостей области прецессионного магнитного поля, что необходимо для кодирования траекторий нейтронов с высоким разрешением.

Полученное эффективное разрешение метода позволяет использовать угловое кодирование не только для разделения различных процессов рассеяния от образца, а так же производить деконволюцию этих процессов рассеяния по отношению к любой из частей расходящегося падающего пучка. В традиционной рефлектометрии с монохроматическим пучком измерения производятся при помощи сканирования угла падения. Новизна предлагаемого метода заключается в возможности одновременного использования целого набора углов падения, задаваемого расходимостью падающего пучка и угловым разрешением метода УКЛП. Это, в свою очередь, позволяет значительно быстрее измерять двумерную карту интенсивности рассеяния без сканирования по углу падения и без проигрыша в угловом разрешении.

Новый метод, основанный на использовании эффекта ларморовской псевдо–прецессии и комбинации нейтронного спин–эхо и рефлектометрии, позволяет измерить абсолютную величину и направление магнитных моментов в сложных магнитных структурах, основываясь только на анализе зеркального отражения, что значительно облегчает обработку полученных экспериментальных данных.

### **Практическая ценность работы**

Современные рефлектометры для получения высокого углового разрешения используют пучки узкой коллимации, получаемые с помощью сужения диафрагм. Это значительно уменьшает интенсивность нейтронных пучков и увеличивает время измерения. Одно из основных преимуществ метода углового кодирования заключается в возможности использования пучков с широкой коллимацией с таким же угловым разрешением, как в традиционной рефлектометрии, что значительно снижает время, затрачиваемое на измерение в экспериментах на магнитных образцах. В частности, метод УКЛП особенно важен при измерениях

на низкопоточных реакторах, где эксперименты по традиционной рефлектометрии с высоким разрешением связаны со значительными трудностями из-за низкой интенсивности нейтронных пучков.

Новый метод, предложенный в работе и основанный на эффекте ларморовской псевдо-прецессии, позволил сделать первые шаги по реализации трехмерной поляриметрии (трехмерного поляризационного анализа) магнетизма в тонких пленках.

Результаты исследования эффекта ларморовской псевдо-прецессии могут быть применены на практике в связи со значительным интересом к реализации альтернативных путей осуществления ларморовской прецессии магнитного момента нейтрона. В настоящее время большинство методов, основанных на ларморовской прецессии вектора поляризации нейтронов, используют в качестве областей прецессии тонкие магнитные пленки, при этом вектор поляризации набирает фазу прецессии *при прохождении* сквозь пленку. Основная трудность, связанная с использованием тонких магнитных пленок (фольг), заключается в неоднородности этих пленок по толщине, что дает существенную деполяризацию пучка *при прохождении* сквозь пленку. Использование тонких пленок, обнаруживающих эффект ларморовской псевдо-прецессии вектора поляризации, позволяет исключить влияние неоднородностей толщин пленок на степень поляризации пучка, поскольку вектор поляризации набирает фазу прецессии *при отражении от* пленки.

### **Апробация работы**

Основные результаты работы опубликованы в 4 статьях.

Результаты, представленные в работе, докладывались на семинарах в отделе нейтронных исследований конденсированных сред Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований, а также на международных и российских конференциях и школах:

1. Germany-JINR User Meeting 2004 (JINR, Dubna, Russia)
2. 8th Surface X-Rays and Neutron Scattering conference (Bad Honnef, Germany)
3. NMI3 meeting, Saclay, France 2004

4. Reflectometry, Off-specular, GISANS 2005 (Villigen, Switzerland)
5. 13<sup>me</sup> Journées de la Diffusion Neutronique / European School on Neutron Scattering (JDN13, June 2005, Anglet, France)
6. International Conference on Neutron Scattering 2005 ( Sydney, Australia)
7. Joint ILL-ESRF-EMBL PhD Student conference (2006, Grenoble, France)
8. European Workshop on Neutron Optics 2007 (Villigen, Switzerland)
9. VI Национальная конференция по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ 2007, Москва)

### **Личный вклад автора**

Автор участвовал во всех экспериментах, результаты которых включены в диссертацию, а так же в получении и обсуждении научных результатов, в развитии методики проведения эксперимента и обработке данных. Все экспериментальные данные, представленные в работе, обработаны автором. Автор лично представлял результаты работы на международных конференциях со стендовыми и устными докладами.

### **Структура и объём работы**

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Работа изложена на 85 страницах, включая 33 рисунка и 110 наименований литературы.

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обосновывается актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и задачи исследования, а также результаты, выносимые на защиту. Дается характеристика научной новизны и практической ценности полученных результатов. Кратко изложена структура и содержание диссертации.

**Первая глава** диссертации носит обзорный характер. В ней детально рассмотрены существующие методы, основанные на использовании ларморовской прецессии (SESANS, SESAME, SERGIS) в комбинации с

традиционными методами рассеяния нейтронов. В главе дан подробный анализ литературы, в которой опубликованы результаты экспериментов по комбинации нейтронного спин-эхо и рефлектометрии; в главе представлен исчерпывающий анализ существующих методов, отмечены их основные достоинства и недостатки, нерешенные до сих пор вопросы, которые, в конечном итоге, определили задачи диссертации.

**Вторая глава** посвящена описанию метода УКЛП нейтронных монохроматических пучков высокой расходимости [A1]. Дается краткое описание установки спин-эхо, впервые используемой для комбинации нейтронной рефлектометрии и спин-эхо. Эта установка является основой для реализации метода УКЛП. Новый метод основан на использовании резонансных флипперов, применяемых в резонансном нейтронном спин-эхо.

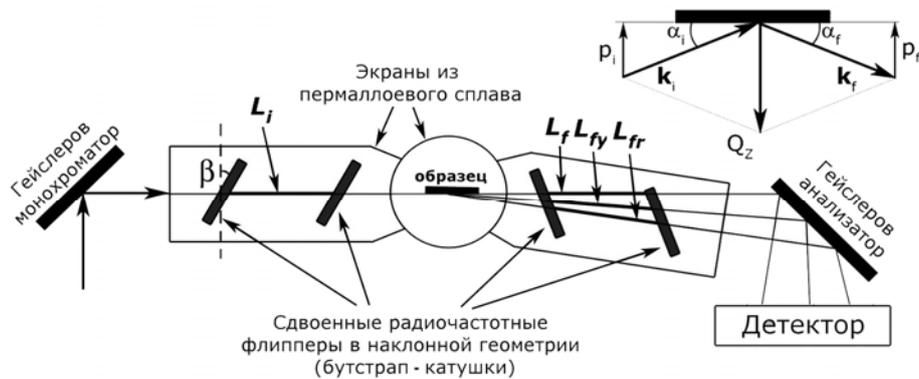


Рис.1. Схема спин-эхо установки ZETA на спектрометре IN3 (Институт Лауэ-Ланжевена, Гренобль, Франция) в геометрии рефлектометрии.  $L_i$ ,  $L_f$ ,  $L_{fy}$ ,  $L_{fr}$  – траектории пролета нейтронов между бутстрап-катушками в первом и втором плечах спин-эхо (ПСЭ) для падающего, прошедшего, диффузно рассеянного и отраженного пучков, соответственно. Длина спин-эхо определяется как  $\Delta SE = L_{fr} - L_i$ . Во вставке изображена геометрия рассеяния нейтронов:  $k_i$ ,  $k_f$  – начальный и конечный волновые вектора нейтронов,  $p_i$ ,  $p_f$  – компоненты векторов  $k_i$  и  $k_f$ , перпендикулярные поверхности образца,  $Q_z$  – вектор переданного импульса

Основной принцип предлагаемого метода может быть описан при помощи схемы, изображенной на рис. 1.

Монохроматический пучок поляризованных нейтронов проходит через первое плечо спин-эхо (ПСЭ), состоящее из двух бутстрап-катушек, расположенных на расстоянии  $L_i$  друг от друга (рис. 1). На длине траектории  $L_i$

спин нейтрона набирает фазу, согласно формуле  $\varphi = \frac{2\pi\gamma BL_i}{v}$  ( $\gamma = 2.916$  КГц/Гс),

где  $B$  – величина магнитного поля,  $v$  – скорость нейтронов. При зеркальном отражении от образца пучок нейтронов проходит через второе ПСЭ вдоль траектории  $L_{fr}$ , где прецессия спина нейтрона происходит в обратную сторону. Если энергия нейтронов и направление поляризации остались неизменны после отражения от образца, то исходная поляризация будет восстановлена благодаря симметрии магнитного поля в первом и втором ПСЭ и одинаковой длине траекторий  $L_i$  и  $L_{fr}$  (условие спин–эхо). При наличии рассеяния на образце (например, диффузного рассеяния) траектория нейтрона во втором ПСЭ будет отличаться от траектории  $L_{fr}$ , соответственно спин нейтрона наберет меньшую или большую фазы по сравнению с фазой в первом ПСЭ, определяемой длиной траектории  $L_i$ , что приведет к падению поляризации. На рис. 1 в качестве примера показаны три характерные траектории  $L_f$ ,  $L_{fy}$  и  $L_{fr}$ , обозначающие траектории нейтронов между «бутстрап» катушками во втором ПСЭ для прямого, диффузно рассеянного и отраженного пучков, соответственно. Изменение длин траекторий  $L_f$ ,  $L_{fy}$  и  $L_{fr}$  можно производить одновременно при помощи регулировки положения второй катушки во втором ПСЭ.

В общем случае, при рассмотрении непрерывного набора различных траекторий во втором ПСЭ, которые соответствуют различным величинам перпендикулярной поверхности образца компоненты  $r_f$  конечного волнового вектора нейтрона (вставка на рис.1), значения поляризации пучка могут быть представлены двумерной функцией косинуса разностей фаз, набранных на различных траекториях во втором ПСЭ и траектории  $L_i$  в первом ПСЭ (рис. 2). Косинус разности фаз представлен как функция, зависящая от длины спин–эхо  $\Delta SE$ ; величина  $\Delta SE$  варьируется при помощи положения второй бутстрап–катушки во втором ПСЭ (рис.1).

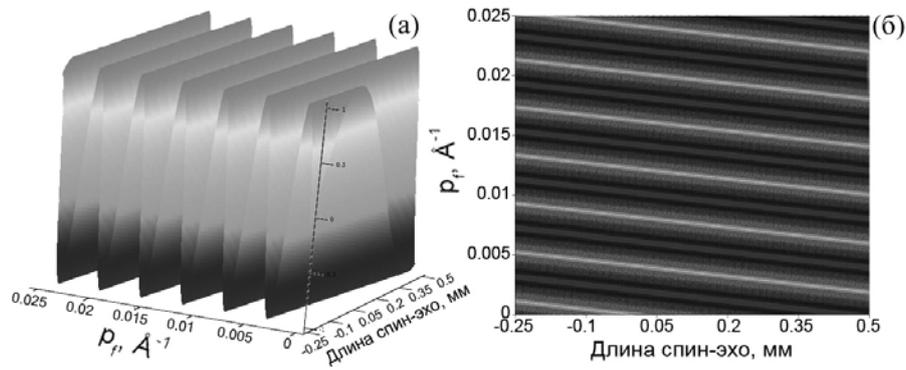


Рис. 2. Двумерный косинус, описывающий угловое кодирование нейтронного пучка, как функция  $p_f$  и положения второй катушки, или длины спин-эхо  $\Delta SE$ . При расчетах использовались значения  $\lambda = 2.44 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 30^\circ$ ,  $L_i = 550 \text{ мм}$ . Значение  $p_f = 0$  соответствует горизонту, совпадающему с поверхностью образца. Рис. 2б – вид сверху рис. 2а

Из рис. 2 видно, что выбором соответствующей длины спин-эхо интенсивность при каком-либо значении  $p_f$  может быть усилена по отношению к другим процессам. Для этого длину спин-эхо необходимо выбрать таким образом, чтобы максимум двумерной функции соответствовал требуемому значению  $p_f$ . Например, для длины спин-эхо  $\Delta SE = L_{fr} - L_i = -0.25 \text{ мм}$  интенсивность, соответствующая значению волнового вектора  $p_f = 0.005 \text{ \AA}^{-1}$ , будет усилена благодаря максимуму двумерной функции для данных значений  $\Delta SE$  и  $p_f$  (см. рис. 2б). В то же время, процесс рассеяния, соответствующий значению  $p_f = 0.015 \text{ \AA}^{-1}$ , будет практически полностью подавлен благодаря минимуму двумерного косинуса в этой точке [A2]. Вышеприведенное описание справедливо для измерений в геометрии рефлектометрии, когда бутстрап-катушки расположены зеркально противоположно в первом и втором ПСЭ (рис. 1). Для кодирования малоуглового рассеяния нейтронов катушки в первом и втором ПСЭ должны быть параллельны друг другу. Такая ситуация подробно описана в разделе первой главы. Измерение малоуглового рассеяния нейтронов в скользящей геометрии (GISANS) при помощи спин-эхо (глава 1) реализуется при повороте образца таким образом, чтобы поверхность образца была в плоскости рис. 1.

**В третьей главе** дается описание эксперимента, в котором впервые при помощи метода УКЛП было произведено разделение сигналов, соответствующих

зеркальному отражению и диффузному рассеянию. В качестве образца использовалась ламеллярная тонкая пленка блок-сополимера с наночастицами. Образец представляет собой многослойную периодическую структуру с общей толщиной 164 нм, состоящую из семи чередующихся слоев дейтерированного полистирина (PS) и полибутилметакрилата (PBMA) – P(Sd-b-BMA). Процентное объемное содержание наночастиц магнетита  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  диаметром 5 нм составляет 13%. Карта интенсивности зеркального отражения и диффузного рассеяния от данного образца, измеренная ранее [12] с помощью традиционной рефлектометрии, представлена на рис. 3.

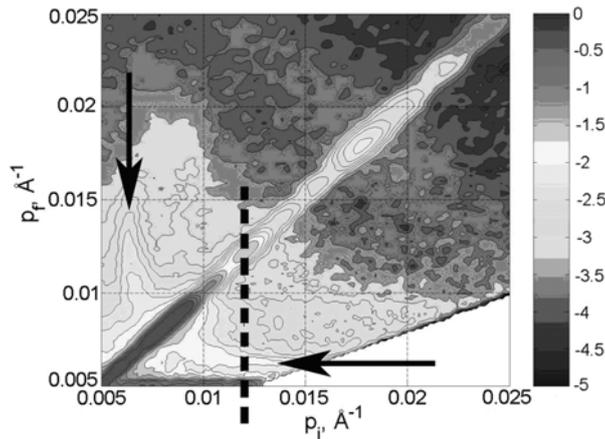


Рис. 3. Карта интенсивности рассеяния от полимерной многослойной структуры P(Sd-b-BMA) как функция компонент  $p_i$  и  $p_f$  падающего и конечного волнового вектора. Пунктирная линия соответствует направлению, вдоль которого производилось угловое кодирование ( $p_i = \text{const} = 0.012 \text{ \AA}^{-1}$ ). Интенсивность вдоль диагонали  $p_i = p_f$  соответствует зеркальному отражению. Стрелками показано диффузное рассеяние Йонеда.

В эксперименте по разделению диффузного рассеяния и зеркального отражения использовался пучок с угловой расходимостью  $\delta\alpha = 0.25^\circ$ . Значение падающего импульса  $p_i$  было выбрано  $p_i = 0.012 \text{ \AA}^{-1}$  (соответствующее штриховой линии на рис. 3), таким образом, детектор регистрирует интенсивность вдоль пунктирной линии на рис. 3

При такой расходимости падающего пучка низкое разрешение не позволяет идентифицировать пик рассеяния Йонеда ( $p_f = 0.0064 \text{ \AA}^{-1}$ ). Несмотря на то, что пик рассеяния Йонеда полностью покрывается крыльями прямого и отраженного пучков, все три процесса рассеяния могут быть разделены благодаря тому, что их

интенсивности имеют синусоидальную зависимость от длины спин-эхо, и фазовый сдвиг между этими зависимостями может иметь произвольное значение. Для разделения сигналов отраженного пучка, прямого пучка и диффузного рассеяния и восстановления рассеяния Йонеда метод УКЛП был применен с варьированием длины спин-эхо. Анализ экспериментальных данных для одной из кривых представлен на рис. 4

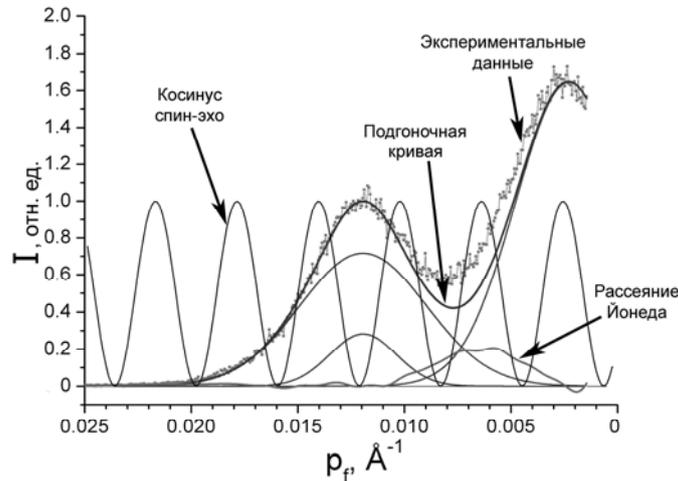


Рис. 4. Профиль интенсивности вдоль пунктирной линии на рис. 3 как функция  $p_f$  для длины спин-эхо  $\Delta SE = 0.48$  мм. Интенсивность отраженного пучка нормализована на 1. Подгонная кривая состоит из трех гауссовых функций (показанных под ней), две из которых соответствуют отраженному пучку (центр пучка около значения  $p_f = 0.012 \text{ Å}^{-1}$ ) и одна – прямому пучку (центр пучка около значения  $p_f = 0.001 \text{ Å}^{-1}$ ). Кривая, помеченная «Рассеяние Йонеда» – результат вычитания подгонной кривой из экспериментальных данных. Кривая «Косинус спин-эхо» является срезом двумерного косинуса (рис. 2) вдоль оси  $p_f$  при значении длины спин-эхо  $\Delta SE = 0.48$  мм

В общем, угловое кодирование может применяться не только для разделения процессов рассеяния в расходящемся пучке, отраженном от образца. Предложенный метод позволяет производить кодировку траекторий нейтронов внутри расходимости падающего на образец пучка, что дает возможность реализовать деконволюцию процессов рассеяния по отношению к любой из частей расходящегося падающего пучка. Также полученные результаты в перспективе позволяют сделать выводы о точной степени перекрытия диффузного рассеяния и зеркального отражения в области вблизи полного отражения.

**В четвертой главе** описывается новый метод по определению направления вектора магнитного момента пленки с помощью ларморовской псевдо–прецессии нейтронов. Дается краткое квантово-механическое описание эффекта ларморовской псевдо–прецессии (ЛПП). Новый метод основан на том, что угол эффективного вращения вектора поляризации нейтронов вокруг направления вектора намагниченности, или ЛПП, как функция падающего угла зависит от набора параметров магнитной пленки, в частности, от распределения намагниченности и толщины пленки. Первый эксперимент по обнаружению вращения вектора поляризации вокруг вектора намагниченности был продемонстрирован в статье [13]. Позднее, теоретическое описание ЛПП, подтвержденное экспериментом на пленке  $^{57}\text{Fe}$ , было выполнено Топервергом в [14]. В данной работе были произведены эксперименты [А4] по прямому подтверждению существования эффекта ЛПП вектора поляризации нейтронов и определению намагниченности пленок при помощи этого эффекта.

Эффект ЛПП был исследован при отражении от тонкой пленки  $^{57}\text{Fe}$ , выращенной с помощью молекулярно–лучевой эпитаксии на сапфировой подложке и покрытой тонким слоем хрома:  $\text{Al}_2\text{O}_3/^{57}\text{Fe}(966 \text{ \AA})/\text{Cr}(22 \text{ \AA})$ . Магнитное поле насыщения  $H = 0.7 \text{ Т}$  было приложено вдоль легкой оси, затем величина магнитного поля была уменьшена до нулевого значения. После этого образец был помещен в область с магнитным полем, величина которого вокруг образца была порядка 10–15 мГс, таким образом, что вектор реманентной намагниченности образца был ориентирован перпендикулярно плоскости рассеяния (рис. 1)

Для экспериментального доказательства существования эффекта ЛПП были произведены измерения коэффициентов отражения от исследуемого образца в отсутствие спин–эхо и при наличии спин эхо для двух состояний второго спин–флиппера. Исключение сигнала спин–эхо из соответствующих кривых коэффициентов отражения позволяет выделить прецессию вектора поляризации нейтронов вокруг направления намагниченности образца как функцию угла падения. Извлечение дополнительной фазы прецессии спин нейтрона производится в соответствии со следующей формулой:

$$\cos(\varphi + \alpha) = \cos(\varphi) \cdot \cos(\alpha) - \sin(\varphi) \cdot \sin(\alpha)$$

где  $\cos(\varphi + \alpha)$  – комбинированная функция, измеряемая анализатором при наличии спин-эхо.  $\varphi$  – фаза, набираемая нейтроном при отражении от образца,  $\alpha$  – фаза, пропорциональная длине спин-эхо  $\Delta SE$ . Затем при помощи обратного преобразования мы получаем функцию образца:

$$\cos(\varphi) = \cos(\varphi + \alpha) \cdot \cos(\alpha) + \sin(\alpha) \cdot \sqrt{1 - \cos^2(\varphi + \alpha)}$$

На рис.5 представлены результаты извлечения сигнала спин-эхо из кривых коэффициентов отражения, измеренных в комбинации с методом спин-эхо [АЗ]. Видно, что кривые, полученные обратной трансформацией в соответствии с вышеприведенными формулами, совпадают с кривой коэффициента отражения, измеренного в отсутствие спин-эхо.

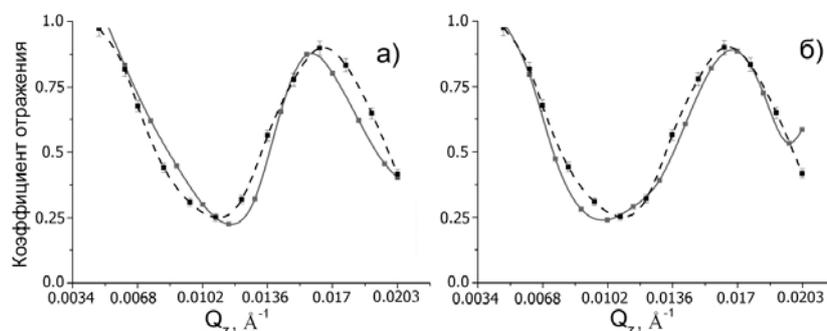


Рис. 5. Сравнение кривых, полученных после извлечения сигнала спин-эхо из коэффициентов отражения  $R^{++}$  (а) и  $R^{+-}$  (б) (сплошные кривые), с кривой коэффициента отражения  $R^{++}$ , измеренного без спин-эхо (пунктирные линии).

Это служит прямым доказательством того, что осцилляции внутри области полного отражения на кривых на рис. 5 являются ларморовской псевдо-прецессией вектора поляризации нейтронов при отражении от образца.

Эксперимент, описанный выше, был сделан на тонкой магнитной пленке и заключался в измерении зеркального отражения (кривая коэффициента отражения) при помощи монодетектора в  $\theta$ - $2\theta$  геометрии. Магнитный момент железного слоя был определен из подгонки кривой отражения, где в качестве параметра использовалась магнитная часть плотности длины рассеяния. Полученное значение  $Nb_m = 4.98 \cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$  соответствует намагниченности

железной пленки  $M = 1.71 \text{ kG}$ , что совпадает со значением реманентной намагниченности, полученным методом магнитометрии с вибрирующим образцом ( $M = 1.74 \pm 0.05 \text{ kG}$ ).

Другой параметр пленки, получаемый при измерении ЛПП и недоступный в экспериментах по традиционной рефлектометрии, – это направление намагниченности внутри слоев. Приведенная ниже схема объясняет принцип такого измерения.

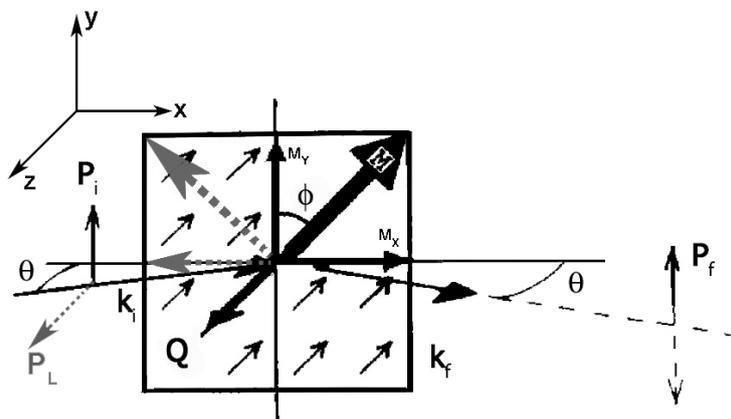


Рис. 6. Две различные геометрии измерений, используемые в традиционной рефлектометрии и при измерении ЛПП с поляризованными нейтронами на многослойной магнитной структуре.  $P_{i,f}$  – векторы поляризации падающего и отраженного нейтронных пучков в случае стандартной геометрии;  $P_L$  – вектор поляризации падающего пучка в случае экспериментов по ЛПП.  $k$  – волновой вектор нейтрона (индексы  $i$  и  $f$  отвечают начальному и конечному состоянию вектора),  $Q$  – вектор переданного импульса,  $M$  – вектор намагниченности в плоскости слоя: сплошной и пунктирный векторы намагниченности, выделенные жирным, составляют углы  $+45^\circ$  и  $-45^\circ$  с осью  $Y$ . Направление намагниченности анализатора параллельно оси  $Y$

В экспериментах по традиционной рефлектометрии направление вектора поляризации  $P_i$  нейтронов выбирается вдоль вертикальной оси и перпендикулярно вектору переданного импульса  $Q$ . Компоненты вектора намагниченности, не лежащие в плоскости слоя, не вносят вклад в рассеяние нейтронов. В рассматриваемой геометрии проекция вектора магнитного момента заданного слоя на вертикальную ось (ось  $Y$ ) способствует рассеянию поляризованных нейтронов без переворота спина. Проекция вектора  $M$  на горизонтальную ось (ось  $X$ ) является источником рассеяния нейтронов с

переворотом спина. В этом случае два взаимно перпендикулярных направления вектора намагниченности, показанные на рис. 6 жирными пунктирной ( $-45^\circ$ ) и сплошной ( $+45^\circ$ ) стрелками, неразличимы. Это обусловлено тем, что проекции обоих векторов  $\mathbf{M}$  на ось  $Y$  одинаковы, а при рассеянии с переворотом спина играет роль абсолютная величина проекции на ось  $X$ .

Выполненный эксперимент по ларморовской псевдо-прецессии дает возможность различить направления векторов намагниченности, показанных на рис. 6. В данном эксперименте вектор реманентной намагниченности сначала составлял угол  $+45^\circ$  с осью  $Y$  (сплошной жирный вектор  $\mathbf{M}$  на рис. 6), затем образец был повернут таким образом, что вектор магнитного момента составлял угол  $-45^\circ$  с осью  $Y$  (пунктирный жирный вектор на рис. 6). Полученные экспериментальные данные для обеих ориентаций намагниченности образца представлены на рис. 7. При выборе начального направления вектора поляризации вдоль оси  $Z$  (вектор  $\mathbf{P}_L$  на рис. 6) прецессия вектора  $\mathbf{P}$  вокруг векторов магнитных моментов происходит во взаимно перпендикулярных плоскостях. Это, в свою очередь, позволяет различить в эксперименте оба направления намагниченности в слое [A4]:

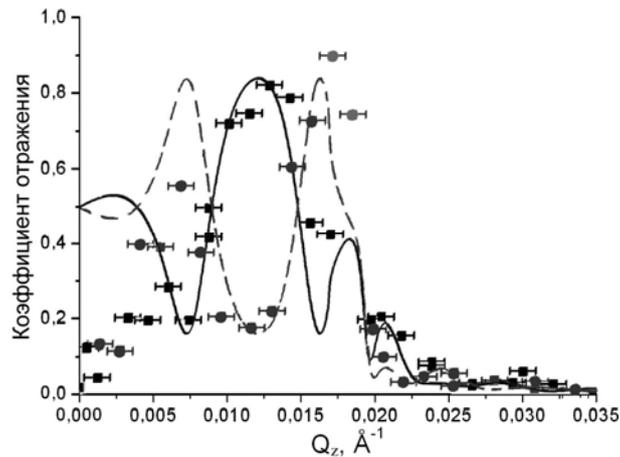


Рис. 7. Экспериментальные данные, полученные для двух ориентаций направления вектора намагниченности образца:  $+45^\circ$  (квадраты) и  $-45^\circ$  (кружки). Соответствующие расчетные кривые коэффициентов отражения показаны сплошной и пунктирной линиями. Геометрия эксперимента та же, что и на рис. 6 (ось  $Y$  направлена вверх), начальное направление вектора поляризации  $\mathbf{P}_L$  выбрано вдоль оси  $Z$ . Расхождение расчетных кривых и экспериментальных точек в малых значениях  $Q_z$  является результатом потери поляризации в области перекрытия отраженного и прямого пучков.

Разрешение по переданному импульсу в данном эксперименте равно  $\Delta Q = 0.00087 \text{ \AA}^{-1}$  (показано ошибками вдоль оси  $Q_z$  на рис. 7). При расчете кривых коэффициентов отражения не учитывалась функция разрешения спектрометра, поэтому наблюдается небольшое расхождение экспериментальных данных и расчетных кривых в области больших значений  $Q_z$  (например, при  $Q_z \sim 0.016 \text{ \AA}^{-1}$ ).

Результаты экспериментов позволили реализовать на практике новый метод по определению распределения намагниченности в магнитных тонких пленках. Этот метод дает уникальную возможность определить величину и абсолютное направление намагниченности внутри слоев, что невозможно при помощи традиционной рефлектометрии [A4].

Необходимо отметить, что в подобных экспериментах одновременно определяются толщина пленки или слоев, величина намагниченности слоя, а также абсолютное направление векторов магнитных моментов. Более того, ЛПП чувствительна не только к компонентам намагниченности, лежащим в плоскости пленки, но также и к компонентам, перпендикулярным плоскости магнитного слоя. Это следует из фундаментальной природы эффекта ЛПП, описанной в [14].

**В заключении** сформулированы основные выводы диссертации.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

1. В настоящей работе экспериментально реализован новый метод – угловое кодирование с ларморовской прецессией нейтронов (УКЛП) – основанный на комбинации нейтронной рефлектометрии и нейтронного резонансного спин-эхо. Комбинация этих методов была реализована с использованием стандартного спектрометра резонансного спин-эхо, который был адаптирован для проведения экспериментов в геометрии рефлектометрии.
2. Метод позволяет работать при очень низкой коллимации пучков (до  $1^\circ$ ) и обеспечивает высокое угловое разрешение порядка  $0.01^\circ$ , а также выигрыш (до одного порядка по величине) в интенсивности нейтронных пучков. Принцип углового кодирования пучков, подтвержденный в эксперименте по разделению Йонедо рассеяния и отраженного пучка, позволяет определить степень

- перекрытия диффузного рассеяния и отраженного пучка, что невозможно в рамках существующей теории борновской аппроксимации искаженной волны.
3. При помощи комбинации метода нейтронного спин-эхо и рефлектометрии проведены измерения прецессии вектора поляризации нейтронов на тонкой пленке  $\text{Al}_2\text{O}_3/^{57}\text{Fe}(966 \text{ \AA})/\text{Cr}(22 \text{ \AA})$ . Впервые показано экспериментально, что данные осцилляции являются ларморовской псевдо-прецессией (ЛПП) поляризации нейтронов при отражении от магнитного образца.
  4. На основе использования эффекта ЛПП вектора поляризации нейтронов предложен новый метод, который дает возможность определить абсолютное направление вектора намагниченности в плоскости пленки, что невозможно при использовании традиционной рефлектометрии. Предложенный метод экспериментально подтвержден при измерении двух зеркально симметричных направлений намагниченности в пленке  $\text{Al}_2\text{O}_3/^{57}\text{Fe}(966 \text{ \AA})/\text{Cr}(22 \text{ \AA})$ .
  5. Измеренная с помощью этого метода величина намагниченности пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3/^{57}\text{Fe}(966 \text{ \AA})/\text{Cr}(22 \text{ \AA})$   $M = 1.71 \text{ kG}$  согласуется со значением, измеренным при помощи метода магнитометрии с вибрирующим образцом  $M=(1.74\pm 0.05) \text{ kG}$ . Полученное значение соответствует величине реманентной намагниченности железной пленки.

#### **Список публикаций по теме диссертации**

- [A1] M. Jernenkov, H. Lauter, V. Lauter-Pasyuk, B. Toperverg, S. Klimko, R. Gähler, Angular encoding with Larmor precession, *Physica B: Condensed Matter*, V. 357 (2005) pp. 94-97
- [A2] М. Жерненко, С. Клишко, В. Лаутер–Пасюк, Б. П. Топерверг, М. Миляев, Л. Ромашев, В. Устинов, Х. Лаутер и В. Аксенов, Рефлектометрия с ларморовской прецессией для исследования многослойных структур” *Кристаллография*, том 53, выпуск 2 (2008) стр.
- [A3] M. Jernenkov, S. Klimko, V. Lauter-Pasyuk, H. Lauter, V. Aksenov and B. Toperverg, Magnetization of magnetic films determined with Larmor pseudo-precession and spin echo, *Physica B*, Vol. 385–386 (2006) p. 471

- [A4] M. Jernenkov, S. Klimko, V. Lauter-Pasyuk, B. P. Toperverg, M. Milyaev, L. Romashev, V. Ustinov, H. Lauter, V. Aksenov, Larmor Precession reflectometry for magnetic film studies, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. A, DOI: 10.1016/j.nima.2007.11.052, in press, available online 5<sup>th</sup> December 2007

### **Список цитируемой литературы**

1. F. Mezei, Z. Phys. 255, pp.146-160, (1972)
2. Лобашов В.М., Серебров А.П., III школа по нейтронной физике, ОИЯИ, ДЗ-Н7Й7, 1978
3. Rabi I. I. Phys. Rev., 51 (1937) 652
4. Rabi I. I. Phys. Rev., 51 (1937) 683
5. J. Schwinger, Phys. Rev. 51, 648–651 (1937)
6. T. Keller, R. Gähler, H. Kunze, R. Golub, Neutron News 6, 16 (1995)
7. M. Th. Rekveldt, Phys. B 234-236 (1997) 1135
8. R. Pynn, M. R. Fitzsimmons, M. T. Rekveldt, J. Major, H. Fritzsche, D. Weller, and E. C. Johns, Rev. Sci. Instrum. 73, 2948 (2002)
9. R. Pynn, M. R. Fitzsimmons, H. Fritzsche, J. Major, M. Th. Rekveldt, Phys. B 336 (2003) 1
10. R. Pynn, M. R. Fitzsimmons, H. Fritzsche, M. Gierlings, J. Major, A. Jason, Rev. Sci. Instrum. 76, 053902 (2005)
11. M. R. Fitzsimmons, H. Fritzsche, M. Gierlings, J. Major, R. Pynn, Nucl. Instr. and Meth. A 529 (2004) 10
12. V.Lauter-Pasyuk, H. J. Lauter, G. P. Gordeev, P. Mueller-Buschbaum, B. P. Toperverg, M. Jernenkov, and W. Petry, Vol. 19 pp. 7783-7788, 2003
13. S. G. E. te Velthuis, G. P. Felcher, P. Blomquist and R. Wäppling, J. Phys.: Condens. Matter 13 (2001) 5577
14. B. Toperverg, H. J. Lauter, V. V. Lauter-Pasyuk, Phys. B 356 (2005) 1