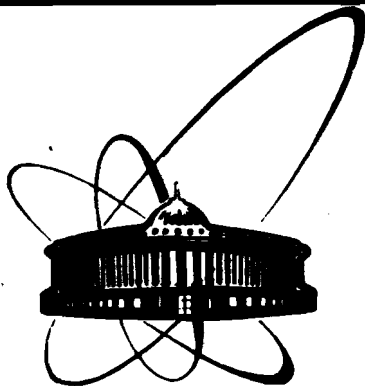


89-579



СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

Г 363

P13-89-579

Д.Георгиев, В.В.Нитц, В.А.Саввин, А.А.Яковлев

СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
КИНЕТИКИ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ
В ИМПУЛЬСНОМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ

1989

I. Введение

Применительно к нейтрондифракционным исследованиям импульсный реактор обладает двумя главными преимуществами перед стационарными: 1) удобство применения метода времени пролета, обеспечивающего значительно лучшее разрешение при больших межплоскостных расстояниях; 2) относительно большой мгновенный поток нейтронов, что позволяет проводить исследования образцов при кратковременных, импульсных воздействиях внешнего поля, такого по величине, которое трудно осуществимо в стационарном режиме.

Первое из этих преимуществ практически не нашло широкого использования из-за относительно узкого круга задач, в которых возникает необходимость в повышенном разрешении при больших d . Совершенно естественным использованием второго преимущества представлялось исследование структуры магнитных фазовых состояний, индуцированных в монокристаллах импульсным магнитным полем. Имелся в виду структура стационарных состояний. Главным образом для таких задач создавался спектрометр [1], используемый ранее на реакторе ИБР-30, и создан новый спектрометр СНИМ-2 для исследований на ИБР-2 [2,3].

Но ещё в 1970 году [4] были предложены несколько дифракционных методов изучения переходных процессов в конденсированных средах. Эти методы предусматривают импульсные воздействия внешнего поля и охватывают по времени разрешения диапазон $10^{-7} + 10^{-4}$ с. Однако, хотя в методическом отношении открывалось новое направление использования импульсного источника нейтронов, физическая актуальность представлялась в то время недостаточной для развития таких работ.

Только впоследствии, в ходе дифракционных измерений в импульсном магнитном поле синусоидальной формы, проявился ряд экспериментальных эффектов неясной природы, связанных с кинетикой фазовой

перестройки. Кроме того, появились теоретические предпосылки для поиска специфических эффектов нелинейного характера в области точек лабильности при магнитных фазовых переходах первого рода. В результате к настоящему времени назрела необходимость в специальном развитии исследований кинетики фазовой перестройки и в усовершенствовании существующей техники, пригодной для таких работ.

В данной работе сделан краткий обзор полученных в лаборатории экспериментальных результатов и теоретических соображений, связанных с кинетикой магнитных фазовых переходов, а затем описан характер предполагаемого развития существующего спектрометра СНИМ-2, которое призвано значительно улучшить возможности изучения таких процессов.

2. Физические данные

Уже в первых экспериментах с импульсным полем, действующим на монокристалле $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (антиферромагнетик со свойством слабого ферромагнетизма) в зависимости интенсивности отражения(111) от амплитуды импульса был обнаружен пик, которого "не должно было быть" (см.рис.1) [5,6]. При этом интенсивность возрастала только в том случае, если первоначально образец приводился в двухдомен-

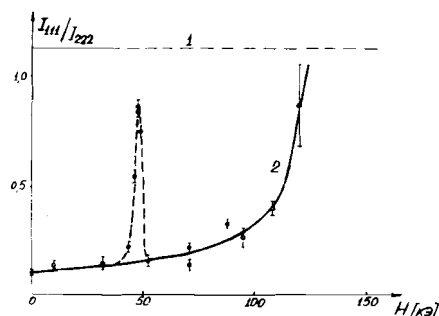


Рис. 1. Зависимость интенсивности отражения (111) в $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ от амплитуды импульса магнитного поля, $T = 80$ К.

ное состояние, и интенсивность менялась при $H_m = 48$ кЭ "нормальным" образом, если перед этим проводилось измерение при $H_m > 48$ кЭ. Это обстоятельство послужило в дальнейшем основанием для предположения, что аномальное рассеяние было связано с фазовым переходом первого рода между двумя типами антиферромагнитных доменов [7]. Два типа доменов в гематите при $T < T_m$ (T_m - точка Морины) различаются порядком чередования направлений проекций магнитных моментов на ромбоэдрическую ось. При $H = 0$ энергии их равны, но при действии поля, перпендикулярного этой оси, в силу симметрии кристалла, снимается вырождение двух состояний, т.е. домены одного типа можно считать находящимися в метастабильном состоянии. При дополнительном действии внешнего давления, а по-видимому, в эксперименте действительно на образец действовало давление, параллельное полю, при некотором конечном значении поля H потенциалы двух состояний становятся равными, т.е. имеем точку фазового перехода между двумя типами доменов.

Эти эксперименты не были продолжены, если иметь в виду контролируемое воздействие давлением. И осталось неясным, почему, если даже происходила междоменная фазовая перестройка, это может сопровождаться увеличением рассеяния нейтронов.

На рис.2 представлен другой пример "аномального" рассеяния нейтронов [8,9]. Это также монокристалл гематита в импульсном магнитном поле, но в этом случае имеем другой фазовый переход первого рода. Он связан с относительно малым скачком в величине проекции вектора антиферромагнетизма на ромбоэдрическую ось, т.е. с выходом этого вектора из базисной плоскости. При этом, по-видимому, при изменении поля практически достигаются точки лабильности, т.е. границы существования метастабильных состояний. Как видим, на подложке "нормального" дифракционного рассеяния появляются узкие пики дополнительного рассеяния. Смещение положения пика при изменении температуры качественно соответствует фазовой диаграм-

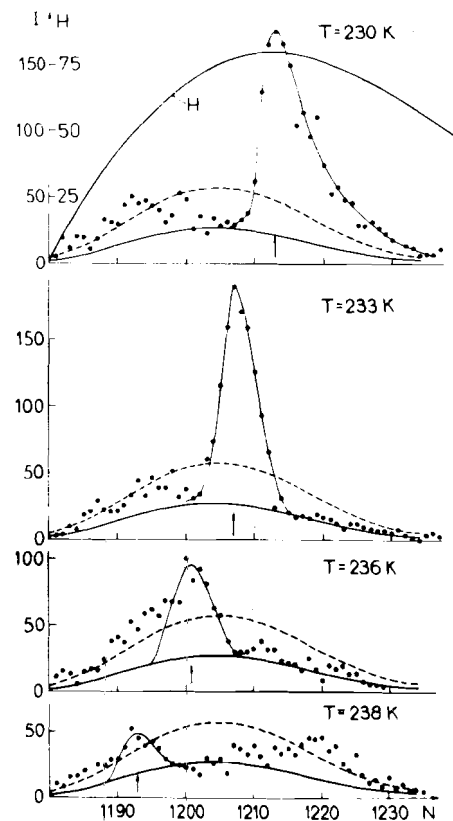


Рис. 2. Нейтронogramмы отражения (100) гематита, полученные при четырёх значениях температуры T с импульсами магнитного поля амплитудой $H_m = 80$ кЭ. Штриховыми линиями показана форма спектра при $T = 233$ К, $H = 0$, сплошной толстой линией – при $T = 250$ К, $H_m = 80$ кЭ. N – номер канала анализатора при ширине канала 16 мкс, I – число импульсов в одном временном канале.

ме (H, T) для рассматриваемого перехода. В этой серии измерений проявилась тенденция увеличения интенсивности дополнительного рассеяния при увеличении скорости изменения поля, т.е. при уменьшении длительности импульсов. Кроме того, из анализа результатов следовало, что "время существования" механизма дополнительного рассеяния нейтронов порядка 10^{-4} с. Увеличение интенсивности рассеяния легко объясняется, если допустить при фазовой перестройке существование множества кластеров (или зародышей новой фазы), амплитуда рассеяния нейтронов в которых отличается от амплитуды в матрице основного вещества $[I_0, II]$. Это вполне естественное допущение, но остается загадкой медленная эволюция этих зародышей ($\sim 10^{-4}$ с), позволяющая их наблюдать с таким большим эффектом.

Впоследствии в ряде теоретических работ была предложена солитонная гипотеза [12-13]. Магнитные солитоны при фазовых переходах первого рода могут рассматриваться как определенного вида зародыши новой фазы, обладающие специфической конфигурацией, т.е. распределением намагниченностей, и имеющие anomalно повышенную устойчивость. Энергия солитонов anomalно уменьшается и, соответственно, вероятность спонтанного образования их anomalно возрастает в области точек лабильности. Однако термодинамики состояния системы в области точек лабильности с учетом солитонных возбуждений не существует, и поэтому пока не удается теоретически оценить их роль в процессе фазовой перестройки.

В последнее время попытки наблюдать подобные (как в гематите) эффекты при спин-флоп переходе в Cr_2O_3 дали совершенно неожиданные результаты [14]. Полученные данные с Cr_2O_3 имеют пока предварительный характер. Необходимо проведение более систематических, планомерных измерений. Но можно уже утверждать, что наблюдаемые в этом случае особенности не связаны с точками лабильности состояний и поэтому не согласуются с солитонной

гипотезой, по крайней мере, в том виде, как она применялась к фазовому переходу в гематите. Одна из серий измерений с импульсным магнитным полем на монокристалле Cr_2O_3 представлена на рис.3б, где нанесены разностные нейтронограммы (I_H - интенсивность при наличии импульсов поля, I_0 - интенсивность при $H=0$) дифракционного пика (444). Интенсивность рассеяния в данном случае

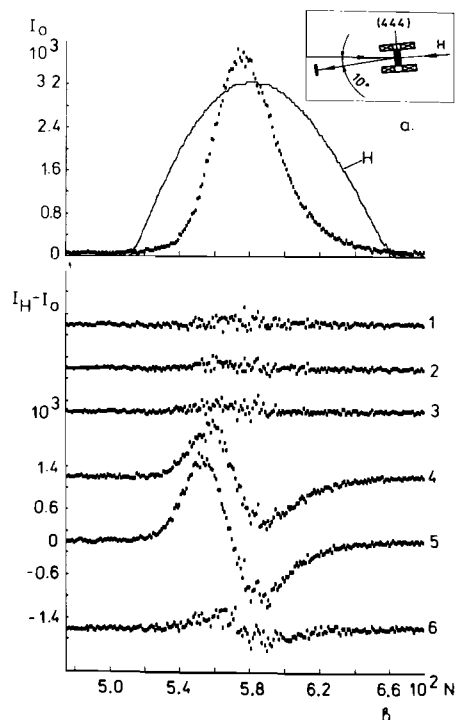


Рис. 3. а). Нейтронограмма I_0 отражения (444) для Cr_2O_3 при $H = 0$, $T = 147$ К, $2\theta = 170^\circ$, и положение импульса магнитного поля.

б). Последовательность разностных нейтронограмм ($I_H - I_0$) при ряде значений амплитуды магнитного поля:
 1 - $H_m = 76$ кЭ, 2 - 80 кЭ, 3 - 83 кЭ, 4 - 89 кЭ,
 5 - 95 кЭ, 6 - 98 кЭ.

ведёт себя таким образом, как будто магнитная структура не успевает реагировать на магнитное поле даже при амплитуде $H_m > H_{кр}$ ($H_{кр}$ - критическое поле спин-флоп перехода, равное здесь около 55 кЭ), но затем, при приближении к определенному значению, в данном случае $H_0 \approx 95$ кЭ, ведёт себя резонансным образом. При этом магнитные моменты как бы когерентно (по всему объему или макроскопической части объема образца) изменяют свое направление, осциллируя с характерным временем порядка 10^{-4} с. "Резонанс" имеет странный характер: не по величине поля, а скорее по начальной скорости его изменения dH/dt , причем при дальнейшем изменении величины поля в импульсе "когерентное" поведение сохраняется.

Что следует из приведенного краткого обзора в отношении дальнейшего развития исследований?

1. Пока даже не ясно, есть ли что-то общее в механизмах, являющихся причинами наблюдаемых эффектов в приведенных примерах. Общее для них, по крайней мере, одно: во всех случаях происходит магнитный фазовый переход первого рода, т.е. имеем дело с системой, далекой от равновесного состояния. В связи с этим возможно распространение исследований не только на другие вещества, но и на фазовые переходы другого характера (и не только магнитные).

2. Далеко не исчерпаны возможности применения существующего спектрометра СНИМ-2 с импульсами синусоидальной формы для изучения кинетики фазовых переходов, что особенно проявилось в случае с Cr_2O_3 . При этом целесообразно не только варьирование амплитуды импульсов, но и изменение их длительности.

3. Наблюдаемые эффекты были сильнее выражены в более совершенных кристаллах. Это объясняется тем, что при наличии большого количества дефектов (дислокаций, границ кристаллитов) фазовая перестройка может осуществляться за счет образования и роста множества доменов новой фазы, прежде, чем достигается точка лабильности или проявляются эффекты когерентного поведения.

Необходимость приготовления и использования более совершенных образцов вызвана и тем, что при этом меньше интенсивность "нормального" дифракционного рассеяния, являющегося в такой ситуации "фоновым".

4. При изучении поведения системы вблизи точек лабильности существенным недостатком используемой методики является форма импульсов поля. фактически измеряется зависимость $I(t, H(t))$ в переходном процессе. А задача состоит в том, чтобы быстро переводить образец в метастабильное состояние, например, близкое к точке лабильности, а затем при постоянной величине поля наблюдать процессы перестройки, т.е. измерять зависимость $I(t, H_0 - H_{кр})$. Для этого необходимы импульсы поля прямоугольной формы.

5. Независимо от того, какова природа наблюдаемых эффектов, актуальна проблема возникновения магнитных солитонов при фазовых переходах первого рода. Без импульсов магнитного поля прямоугольной формы и улучшения временного разрешения при регистрации переходного процесса обнаружение и идентификация магнитных солитонов представляются нереальными.

3. Генератор прямоугольных импульсов магнитного поля (ГПИ)

На рис.4 показана блок-схема ГПИ. В дискретной формирующей линии будут использованы конденсаторы ИМ-20-8 (20 кВ, 8 мкФ). Катушки индуктивности будут изготовлены из медной трубки, через которую должна пропускаться охлаждающая вода. Чтобы компенсировать спад величины тока в импульсе за счет активных сопротивлений R_i линии, предусмотрена возможность регулирования индуктивностей L_i в пределах 10% с помощью ферритовых вкладывшей. Индуктивность в первой ячейке $L_1 = 1,27$ мкГн, последующие должны уменьшаться в соответствии с выражением:

$$\sqrt{L_{i+1}} = \sqrt{L_i} - \sqrt{C_i R_i}$$

Для устранения резких пульсаций тока в начале прямоугольного импульса тока введена корректирующая ячейка C_0 , состоящая из пяти

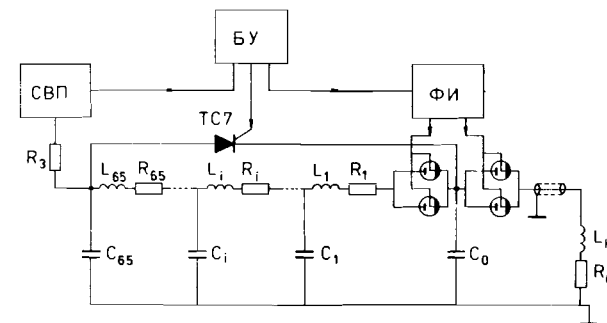


Рис. 4. Блок-схема генератора прямоугольных импульсов магнитного поля. СВП - система высоковольтного питания установки ИМУ-2, ТС7 - дополнительный тиристорный коммутатор, L_H - индуктивность импульсного магнита, БУГПИ - блок управления ГПИ, ФИГПИ - формирователи импульсов управления.

параллельно соединенных конденсаторов ИМ-20-8 и заряжаемая до напряжения $U_k = 0,546 U_0$, где U_0 - напряжение на формирующей линии [15].

В качестве коммутаторов будут использоваться игнитронные разрядники типа ИРТ-6 ($U_m < 25$ кВ, $I_m < 100$ кА, $dI/dt < 10^4$ А/мкс). Согласующее сопротивление $R_0 = 0,4$ Ом - специальной конструкции, охлаждается водой. Его индуктивность не больше 25 нГн. Связь с магнитом осуществляется 125 кабелями РК50-13-13 (волновое сопротивление 51 Ом) длиной около 12 м - таким образом, результирующее волновое сопротивление кабельной линии 0,4 Ом.

При числе ячеек, равном 65, длительность прямоугольного импульса составит около 400 мкс ($T \approx 2\sqrt{LC}$, где L и C - суммарные индуктивность и емкость формирующей линии). Колебания тока в начале импульса и величина спада тока за время всего импульса, согласно расчетам, не превысят 1%. Длительность фронта импульса существенным образом определяется индуктивностью нагрузки

($\tau_* \approx 3L_H/R_0$) - для малоиндуктивного магнита (при $L_H \approx 0,2$ мкГн) можно обеспечить $\tau \approx 2 + 3$ мкс (см. рис. 5а).

Все элементы разрядного контура ПИ должны быть хорошо согласованы между собой, а паразитные индуктивности токопроводов следует свести к минимуму.

Формирующая линия будет заряжаться от высоковольтного выпрямителя, используемого сейчас в установке ИМУ-2 [3] для генератора синусоидальных импульсов. Для зарядки корректирующей ячейки

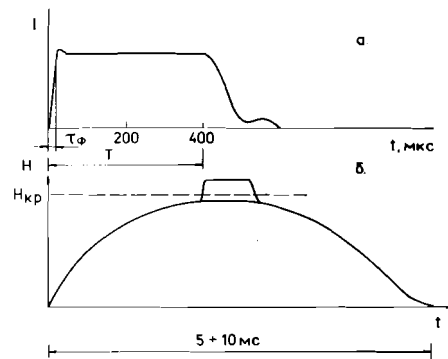


Рис. 5. а). Форма импульса тока.

б). Сочетание синусоидального и прямоугольного импульсов магнитного поля.

Со предусмотрен дополнительный управляемый коммутатор на основе тиристорного столба.

Максимальное напряжение U_0 на формирующей линии исходя из возможностей выпрямителя равно 13 кВ. При этом максимальный разрядный ток (при $R_0 = 0,4$ Ом) равен около 16 кА. С малоиндуктивным, возможно, одновитковым магнитом при таком токе можно получить на образце поле не меньше 10 + 12 кЭ.

Для изучения поведения магнитной системы в области точек лабильности можно подобрать подходящие объекты для $H \leq 10$ кЭ.

Но в случаях спин-флоп перехода в антиферромагнетиках возникают дополнительные трудности, связанные с необходимостью работы при более низкой температуре (вещества с низкими значениями точки Нееля). Поэтому предусмотрена разработка конструкции магнита, обеспечивающей сочетание импульса синусоидальной формы и дополнительного прямоугольного импульса поля. Имеется в виду работа с синусоидальными импульсами длительностью 5 + 10 мс и амплитудой, несколько не достигающей критического значения, и наложенных на них прямоугольных импульсов, переводящих образец в "закритическое" состояние (рис. 5б).

4. Регистрация переходного процесса

Исходя из параметров импульсов ПИ возможно изучение переходных процессов длительностью до 400 мкс с минимальным временем разрешения, определяемым длительностью переднего фронта 2 + 3 мкс. Важно, чтобы регистрация нейтронов обеспечивала такое разрешение.

В основе метода регистрации лежат идеи, изложенные в [4]. Временное разрешение определяется тем, насколько последовательно во времени, без перемешивания, информация о состоянии образца передается нейтронами к детектору и последующей регистрирующей аппаратуре. Если на образце в каждый момент времени рассеиваются в сторону детектора нейтроны в диапазоне длин волн $\Delta \lambda$, а расстояние, которое нейтроны пролетают от момента рассеяния до момента регистрации, определено с точностью ΔL_2 , то временное разрешение

$$\Delta t = 253 \sqrt{(\lambda_0 \cdot \Delta L_2)^2 + (L_2 \cdot \Delta \lambda)^2}$$

(здесь время - в мкс, длина волны - в Å, расстояния - в м)

На дифрактометре НД-3 [2], предназначенном для изучения переходных процессов для нейтронов с длинами волн 2 + 5 Å, угловой диапазон, в котором нейтроны первичного пучка падают на образец, равен около 10 угл. мин. Поэтому величина $\Delta \lambda$ практически опреде-

ляется этой расходимостью (если мозаичность образца не превышает угловую расходимость). Выбором достаточно малого расстояния можно сделать второй член в разрешении пренебрежимо малым.

Сейчас на дифрактометре $L_2=2$ м толщина рабочего объема детектора 0,02 м. Полагая, что при этом эффективная величина $\Delta L_2 \approx 0,01$ м, при $\lambda_0 \approx 2\text{Å}$ и $\theta_0 > 45^\circ$ имеем $\Delta t \approx 6$ мкс.

В дальнейшем, при необходимости, можно уменьшить расстояние L_2 до 0,5 м и, используя сцинтилляционный детектор и достаточно малый образец, получить $\Delta t \approx 5$ мкс даже при $\lambda_0 = 8 \text{Å}$.

5. Заключение

Дополнение существующего спектрометра СНИМ-2 генератором прямоугольных импульсов магнитного поля и усовершенствование техники регистрации нейтронов позволит решать следующие задачи:

1. Проводить измерения переходных процессов дифракцией нейтронов на монокристаллах, например, при фазовых переходах первого рода, длительностью до 400 мкс с временным разрешением, предельная величина которого несколько мкс.

2. Быстро, за время в несколько мкс переводить магнитоупорядоченный кристалл в метастабильное состояние, находящееся в области точки лабильности, и наблюдать с разрешением в несколько мкс процессы развития системы, далекой от равновесных состояний и не описываемой теориями равновесной термодинамики. Особый интерес представляют магнитные солитоны, вероятная возможность наблюдения которых в области лабильности является уникальной.

Литература

1. А.В.Андросов и др. ОИЯИ, Р13-11559, Дубна, 1978
2. Б.Н.Ананьев и др. ОИЯИ, Р13-89-517, Дубна, 1989
3. Г.А.Вареник и др. ОИЯИ, Р13-89-518, Дубна, 1989
4. В.В.Нитц, ОИЯИ, 3-5372, Дубна, 1970

5. П.С.Анцупов и др., ОИЯИ, Р14-4548, Дубна, 1969
6. R.Z.Levitin et al. Sol.St.Comm., v.7, P1665, 1969
7. V.V.Nitts, Sol.St.Comm., v.30, p71, 1979
8. Т.Гебултович и др., ОИЯИ, Р14-11558, Дубна, 1978
9. Т.Гебултович и др., ФТТ, 23, № 1, 233, 1981
10. В.В.Нитц, ОИЯИ, Р13-10071, Дубна, 1976
11. В.В.Нитц, Г.Рэпке, ФТТ, 23, № 1, 64, 1981
12. В.В.Нитц, ОИЯИ, Р17-87-28, Дубна, 1987
13. В.В.Нитц, ОИЯИ, Р17-87-121, Дубна, 1987
14. Д.Георгиев и др., ОИЯИ, Р14-89-578, Дубна, 1989
15. В.М.Нашатырь, В.А.Попова, Известия вузов СССР, сер."Радиотехника", том IX, № 5, 599, 1966

Рукопись поступила в издательский отдел
3 августа 1989 года.