

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

Р6-350

P14-96-350

В.Л.Аксенов

ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ  
И ТОНКИХ ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ НЕЙТРОНОВ

Лекция на 9-й Международной школе по физике конденсированных сред  
«Тенденции развития физики и технологии тонких пленок в будущем»,  
9—13 сентября 1996 г., Варна, Болгария

1996

## Исследования поверхностей и тонких пленок с помощью нейтронов

Лекция посвящена принципам нейтронной рефлектометрии и ее возможностям при исследованиях магнитных и сверхпроводящих пленок. Кратко изложена теория процессов отражения нейтронов от поверхностей. Обсуждаются эксперименты по отражению и прохождению поляризованных нейтронов в пленках с неколлинеарной магнитной структурой и по измерению глубины проникновения магнитного поля в пленках сверхпроводников с шероховатой поверхностью.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 1996

## Перевод автора

Aksenov V.L.

P14-96-350

Neutron Investigations of Surfaces and Thin Films

This lecture is dedicated to the principles of neutron reflectometry and the prospects it offers for investigations of magnetic and superconducting films. The theory of neutron reflection from surfaces is briefly outlined. The experiments of neutron reflection and transmission in films with a noncolinear magnetic structure, as well as measurements of the magnetic field penetration depth in superconducting films with a rough surface, are discussed.

The investigation has been performed at the Frank Laboratory of Neutron Physics, JINR.

## 1. Введение

Низкоэнергетические нейтроны с энергией меньше  $5 \cdot 10^{-1}$  эВ, проникая в вещество и испытывая упругое и неупругое рассеяние на атомах и молекулах, дают обширную информацию о структуре и динамике конденсированных сред (см., например, [1]). Степень проникновения нейтронов в вещество зависит от их энергии и угла падения пучка на поверхность образца. Для каждой энергии существует некоторый критический угол  $\Theta_g$ , когда нейtron упруго зеркально отражается от поверхности. В этом случае поведение нейтронов подчиняется законам геометрической оптики. Чем меньше энергия нейтронов, тем больше критический угол (угол скольжения). Для нейтронов с энергией  $\leq 5 \cdot 10^{-1}$  эВ угол  $\Theta_g \geq 10^{-3}$  рад.

Явление зеркального отражения было обнаружено в 1946 г. [2], и с 1963 г. [3] оно используется при создании нейтроноводов – нейтронно-оптических систем для проводки пучка от источника до образца. В 1951 г. было установлено, что явление зеркального отражения нейтронов от магнитной поверхности может быть использовано для создания пучков поляризованных нейтронов с ориентированным направлением спинов [4]. Поляризованные нейтронны с успехом используются в настоящее время для изучения магнитных явлений [5].

С начала 80-х годов с появлением нового поколения высокопоточных импульсных источников нейтронов [6] явление упругого зеркального отражения нейтронов активно используется для изучения физики поверхностей и границ раздела сред. Новый метод – нейтронная рефлектометрия – развивался по подобию рентгеновской рефлектометрии и в настоящее время является мощным, дополняющим рентгеновскую рефлектометрию способом изучения поверхностных явлений. В ряде случаев, благодаря особым свойствам нейтрона, нейтронная рефлектометрия оказывается незаменимой.

В нейтронной рефлектометрии используют как неполяризованные, так и поляризованные пучки нейтронов. В первом случае (нейтронная рефлектометрия) изучается профиль нейтронно-оптического ядерного потенциала вдоль нормали к границе. Во втором случае (поляризационная нейтронная рефлектометрия) изучается профиль локальной намагниченности в приповерхностном слое ( $\geq 10$  Å) или в тонкой магнитной пленке. Объектами изучения являются кристаллические и аморфные твердые тела в виде массивных пластин или тонких моно- или многослойных пленок, нанесенных на массивную подложку, а также жидкости. Особое значение для физики, материаловедения и различных

приложений имеет поляризационная рефлектометрия, поскольку она позволяет изучать недоступное другим методам распределение намагниченности тонких пленок с неоднородными (неколлинеарными) по глубине структурами.

В данной лекции кратко изложены основы нейтронной рефлектометрии с акцентом на поляризационную рефлектометрию и некоторые ее приложения.

## 2. Особенности отражения нейтронных волн

В физике конденсированных сред используются тепловые нейтроны с энергией  $5 \cdot 10^{-3} + 5 \cdot 10^{-1}$  эВ, а также холодные нейтроны с энергией  $10^{-4} + 5 \cdot 10^{-3}$  эВ. Целый ряд специфических свойств нейтрона сделали его совершенно необходимым инструментом современного естествознания. В табл.1 приведены основные свойства нейтрона и возможности экспериментов при использовании этих свойств.

Свойства нейтрона	Экспериментальные возможности
Отсутствие заряда, слабое взаимодействие с веществом	Применимость борновского приближения Большая глубина проникновения
Ядерное рассеяние	Изотопный контраст Легкие элементы
Магнитное рассеяние $\lambda_n \approx 1 + 10$ Å $E_n \approx 1 + 100$ мэВ	Магнитные свойства на микроскопическом уровне Кристаллические структуры положения атомов Динамика квазичастиц
Когерентное и некогерентное рассеяние	Коллективные эффекты Одночастичная динамика

Таблица 1. Экспериментальные возможности применения тепловых нейронов

Рассмотрим прохождение нейtronов через границу "вакуум–среда" [7]. В вакууме полная энергия нейtronов совпадает с кинетической энергией  $T$ :  $E_0 = T_0 = mv_0^2 / 2$ . Вне вещества, если исключить процессы неупругого взаимодействия, полная энергия  $E = E_0$ . Но внутри вещества в результате взаимодействия со средой нейтроны обладают потенциальной энергией

$V = Nb2\pi\hbar^2 / m$  ( $N$  – число рассеивателей,  $b$  – длина рассеяния). В результате внутри вещества скорость нейтрона изменится и будет определяться выражением

$$mv^2 / 2 + V = mv_0^2 / 2. \quad (1)$$

Как и в оптике, коэффициентом преломления нейтронных волн называется отношение скоростей в двух средах:

$$n = v / v_0. \quad (2)$$

Используя выражение (1), получаем

$$n^2 = 1 - \frac{V}{E_0} = 1 - \frac{N\lambda^2 b}{\pi}. \quad (3)$$

Из (3) следует, что если  $b > 0$ , то  $n < 1$ . Это означает, что угол падения  $\Theta_0$  меньше угла преломления  $\Theta_r$ . Отсюда следует, что, в отличие от обычной оптики, в нейтронной оптике при падении нейтрона из вакуума на поверхность вещества возможно полное отражение.

Найдем критический угол скольжения  $\Theta_g = 90^\circ - \Theta_0$ . По определению  $n = \sin \Theta_0 / \sin \Theta_r$ . При полном отражении  $\Theta_r = 90^\circ$ , поэтому  $n = \sin(\pi/2 - \Theta_g) = \cos \Theta_g$ . В результате:  $1 - n^2 = \sin^2 \Theta_g \approx \Theta_g^2$ . Следовательно,

$$\Theta_g \approx \sqrt{1 - n^2} \approx \sqrt{2(1 - n)} = \lambda \sqrt{\frac{Nb}{\pi}}. \quad (4)$$

Например, для меди, если  $\lambda = 1$  Å,  $\Theta_g = 4.8^\circ$ .

Аналогичным образом можно рассмотреть прохождение границы "вакуум–магнитное поле" [7]. В этом случае потенциальная энергия нейtronов в поле  $H$  равна  $V = -\mu_n H$ , где  $\mu_n$  – магнитный момент нейтрона. Показатель преломления будет зависеть от соотношения направления спина нейтрона и направления магнитного поля:

$$n_{\pm} \approx 1 - \frac{\lambda^2 Nb}{2\pi} \mp \frac{\mu_n B}{2E_0}, \quad (5)$$

где  $B$  – магнитная индукция, а верхние знаки означают параллельности спина нейтрона и магнитного поля, нижние знаки – антипараллельности.

Можно создать условия, при которых два последних члена в (5) окажутся равными по величине. Полное отражение при этом будет иметь место только для одного спинового состояния, а именно состояния, в котором спин нейтрона параллелен направлению намагничивания. Отраженный пучок нейtronов в этом случае будет полностью поляризован.

### 3. Нейтронная рефлектометрия

На рис.1 показана геометрия эксперимента по нейтронной рефлектометрии [8]. Скользящая под малым ( $\sim 10^{-3} + 10^{-2}$  рад) углом  $\Theta$  нейтронная плоская волна характеризуется волновым вектором  $\vec{k}$ . В простейшем случае рассматривается полубесконечная идеально плоская ровная поверхность. Предполагается, что плотность материала не меняется в глубь образца вдоль направления  $z$ , нормального к поверхности. При упругом рассеянии, когда энергия нейтрона при отражении не меняется, импульс отраженного нейтрона  $|\vec{k}_f|$  равен импульсу падающего нейтрона  $|\vec{k}_i|$  ( $|\vec{k}_f| = |\vec{k}_i| = k$ ). В этом случае величина переданного импульса  $\vec{Q} = |\vec{k}_f - \vec{k}_i| = 2k \sin \Theta = 2k_z$ , углы падения и отражения равны (зеркальное отражение).

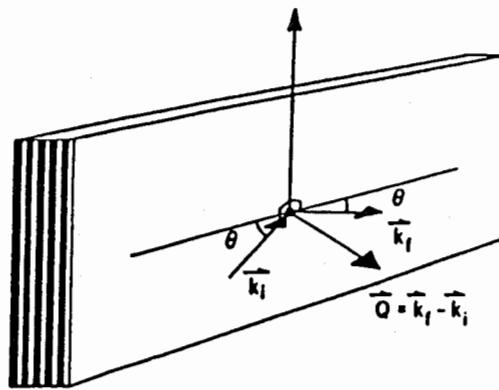


Рис.1: Геометрия отражения нейтронов

При малых значениях  $Q$  отражение достаточно велико и нейтронная плоская волновая функция может исказиться. Поэтому борновское приближение, справедливое при описании дифракции при больших  $Q$ , в случае рефлектометрии при малых  $Q$  не всегда справедливо. В этом случае может потребоваться более аккуратное динамическое рассмотрение.

Поскольку в процессе зеркального упругого отражения компонента волнового вектора нейтрона в плоскости является интегралом движения, соответствующее уравнение движения есть одномерное уравнение Шредингера. Полагая, что длина волны нейтрона в вакууме  $\lambda_{0z} = 2\pi / k_{0z} = 4\pi / Q$  много больше межатомных расстояний в среде, среду можно рассматривать непрерывной. В этом случае потенциальную энергию нейтрона в среде, отделенной от вакуума бесконечной плоской границей, можно представить в виде  $V = 2\pi\hbar^2 bN / m$ , где  $\hbar$  – постоянная Планка,  $b$  – сумма ядерных когерентных длин рассеяния нейтрона с массой  $m$  на  $N$  элементарных ячейках или молекулах. Величина  $\rho = bN$  определяет эффективную плотность рассеяния. Из закона сохранения энергии нейтрона следует

$$k_z^2(z) = k_{0z}^2 - 2mV / \hbar^2 = k_{0z}^2 - 4\pi\rho(z). \quad (6)$$

Для вычисления коэффициентов отражения  $R$  и прохождения  $T$  предполагают непрерывность волновой функции и ее первой производной по  $z$ . Волновая функция в передней и задней областях потенциала описывается выражениями

$$\Psi(z) = e^{ik_f z} + R e^{-ik_f z}, \quad \Psi(z) = T e^{ik_b z}, \quad (7)$$

где  $k_f \equiv k_{zf}$  и  $k_b \equiv k_{zb}$  –  $z$ -компоненты волнового вектора нейтрона перед и за потенциальным барьером. Для одиночного прямоугольного барьера шириной  $\Delta$  вдоль оси  $z$  и высотой, равной плотности рассеяния  $\rho$ , для  $R$  и  $T$  получается [8] следующее уравнение:

$$\begin{pmatrix} T \\ i n_b T \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \delta_m & \frac{1}{n_m} \sin \delta_m \\ -n_m \sin \delta_m & \cos \delta_m \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 + R \\ i n_f (1 - R) \end{pmatrix}, \quad (8)$$

где  $n_b = k_{zb} / k_{0z}$ ,  $n_m = k_z / k_{0z}$ ,  $n_f = k_{zf} / k_{0z}$ ,  $\delta_m = k_{0z}n_m\Delta$ . Описанная процедура может быть обобщена практически на любой профиль плотности рассеяния, который может быть аппроксимирован с необходимой точностью системой прямоугольных потенциалов с плотностями рассеяния  $\rho_i$  и ширинами  $\Delta_i$ . Соответственно в уравнении (8) вместо одной матрицы будет стоять произведение матриц.

Если высота потенциального барьера  $\rho$  в одном направлении стремится в бесконечность и  $k_{0z}^2 < 4\rho$ , то  $k_z$  будет мнимой и возникнет полное внешнее отражение. Для прямоугольного барьера с конечной шириной коэффициент отражения будет осциллировать с периодичностью, определяемой этой шириной.

В эксперименте коэффициент отражения  $R(k_z)$  определяется с помощью соотношения

$$R(k_z) = I(k_z) / I_0(k_z), \quad (9)$$

где  $I_0(k_z)$  и  $I(k_z)$  – интенсивности падающего и зеркально отраженного пучков нейтронов. Обработка экспериментальных данных заключается в минимизации разности измеренного и вычисленного с модельным потенциалом коэффициента  $R$ . Главная цель эксперимента по рефлектометрии состоит в определении плотности рассеяния  $\rho(z)$ .

В изложении схемы определения  $R$  мы использовали целый ряд упрощающих предположений, которые могут не выполняться в реальных системах. Однако удивительно, но такое довольно простое описание вполне соответствует действительности и используется в рефлектометрии в качестве базовой схемы.

Вышеизложенное рассмотрение предполагало, что отражение имеет зеркальный характер, т.е. угол отражения  $\Theta_1$  равен углу падения  $\Theta_0$ . Однако это условие выполняется только в случае идеальной поверхности. В случае неоднородности рассеивающей плотности в плоскости рассеяния или при наличии шероховатостей поверхности возникают незеркальные компоненты как в отраженном, так и в прошедшем пучке. Эффекты незеркального отражения из-за шероховатостей привлекают в последнее время большое внимание [9–11]. Можно ожидать, что эта область рефлектометрии будет активно развиваться в ближайшее время.

#### 4. Поляризационная рефлектометрия

Изложенный в предыдущем разделе формализм непосредственно обобщается на случай рассеяния поляризованных нейтронов. Теперь матрица перехода имеет размерность  $4 \times 4$  для двух зависящих от поляризации спина компонент коэффициентов отражения и прохождения [12]. Метод поляризационной нейтронной рефлектометрии описан, например, в работах [13–17]. Если мы интересуемся только отраженным пучком, то в общем случае процесс характеризуется матрицей [7]

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} R_{++} & R_{+-} \\ R_{-+} & R_{--} \end{pmatrix}, \quad (10)$$

где  $R_{\alpha\beta}$  ( $\alpha, \beta = \pm$ ) – амплитуды вероятности отражения без переворота ( $\alpha = \beta$ ) и с переворотом ( $\alpha \neq \beta$ ) спина нейтрона; знаки “+”, “–” обозначают направление спина нейтрона “по” и “против” заданного направления магнитного поля  $\vec{H}$ . Матрица  $\hat{R}$  находится из решения уравнения Паули и содержит информацию о структуре вектора магнитной индукции среды  $\vec{B}(z)$ .

В эксперименте измеряют интенсивности отраженных нейтронов с поляризацией по полю,  $I_+(k_z)$ , и против поля,  $I_-(k_z)$ . Пространственное направление вектора поляризации падающего пучка  $\vec{P}_0(k_z)$  определяется направлением ведущего поля установки  $\vec{H}$ . Изменение направления поляризации пучка производится с помощью специального электромагнитного устройства – спин-флиппера. Интенсивности  $I_+(k_z)$ ,  $I_-(k_z)$  связаны с  $\vec{P}_0(k_z)$  и вектором поляризующей способности среды  $\vec{W}(k_z)$  соотношением

$$\vec{P}_0(k_z)\vec{W}(k_z) = \frac{I_+(k_z) - I_-(k_z)}{I_+(k_z) + I_-(k_z)}. \quad (11)$$

Вектор  $\vec{W}(k_z)$  связан с матрицей отражения соотношением

$$\vec{W} = \text{tr}(\hat{R}\hat{R}^+\vec{\sigma}) / \text{tr}(\hat{R}\hat{R}^+), \quad (12)$$

где  $\hat{R}^+$  – эрмитово-сопряженная матрица,  $\vec{\sigma}$  – вектор с компонентами  $\sigma_\alpha (\alpha = x, y, z)$ ,  $\sigma_\alpha$  – матрица Паули.

Таким образом, задача рефлектометрического исследования с поляризованными нейтронами состоит в подгонке вектора поляризующей способности образца  $\tilde{W}(k_z)$ , вычисленного с помощью соотношения (12), к определенному из эксперимента согласно соотношению (11). Цель эксперимента состоит в подгонке модельной магнитной структуры к экспериментальным данным.

На рис.2 показана принципиальная схема поляризационного рефлектометра. Пучок нейтронов от источника направляется на поляризатор 1, с помощью которого выделяются нейтроны с заданным направлением спина. Современные поляризаторы позволяют поляризовать пучок нейтронов на 98%. После поляризатора нейтроны проходят через коллиматор 2, который представляет собой поглощающие диафрагмы, и затем магнитную систему пучка, которая состоит из постоянных магнитов 3, создающих ведущее магнитное поле, и спин-флиппера 4. Образец 5 размещён в зазоре электромагнитной системы образца 6, которая представляет собой, например, систему колец Гельмгольца и служит для создания магнитного поля на образце, а также для задания направления поляризации нейтронов  $\vec{P}_0$  относительно поверхности образца. Отраженные нейтроны регистрируются детектором 7.

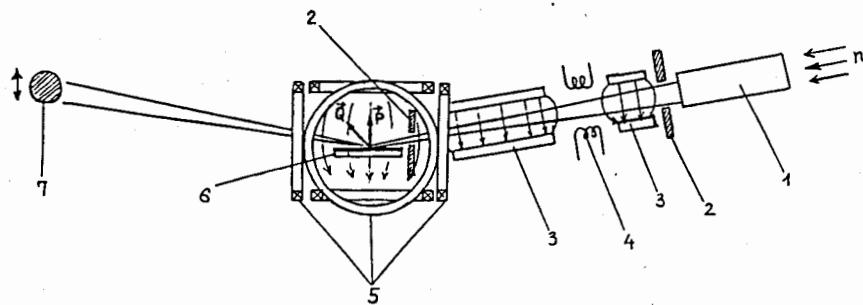


Рис.2: Принципиальная схема рефлектометра. Обозначения описаны в тексте

Если на схеме (рис.2) убрать магнитную систему и поляризатор, то мы получим схему рефлектометра с неполяризованными нейтронами. В современных рефлектометрах используется многопучковая схема формирования не одного, а двух и более пучков, разнесенных по углу  $\Theta$  и регистрируемых раздельно после отражения [17]. Такие системы позволяют увеличить светосилу рефлектометра.

В качестве примера применения нейтронной поляризационной рефлектометрии рассмотрим результаты измерения магнитного момента в

основном состоянии в ультратонкой пленке  $W(110)/Fe(110)/W(110)$ . Измерения были выполнены на спектрометре поляризованных нейтронов СПН на пульсирующем реакторе ИБР-2 в Дубне [18]. Проблема определения момента в основном состоянии низкоразмерных систем обсуждалась в целом ряде теоретических работ. Однако из экспериментальных работ нам известна, кроме работы [18], еще только работа [19], где измерялась намагниченность в моно- и двухслойной пленке  $Fe$ .

Для нейтронных экспериментов [18] использовалась трехслойная пленка  $Fe(110)$  с толщиной слоя  $6 \pm 1 \text{ \AA}$ , нанесенная на слой  $W(110) 500 \pm 5 \text{ \AA}$  и покрытая слоем  $W(110) 100 \pm 5 \text{ \AA}$ . На рис.3 показана зависимость коэффициента отражения нейтронов  $R^+$ , с поляризацией, параллельной намагниченности, от переданного импульса, полученная в эксперименте при температуре 300 К при магнитном поле 500 Э, приложенном вдоль оси намагничивания образца. Эта зависимость может служить примером типичной зависимости коэффициента отражения в рефлектометрическом эксперименте. Из подгонки к измеренной зависимости расчетной извлекается толщина слоев и шероховатость поверхности. Шероховатость оказалась равной  $5 \text{ \AA}$  на границах  $Fe/W$ . Намагниченный слой толщиной  $5 \text{ \AA}$  состоит приблизительно из 20%  $Fe$  и 80%  $W$ .

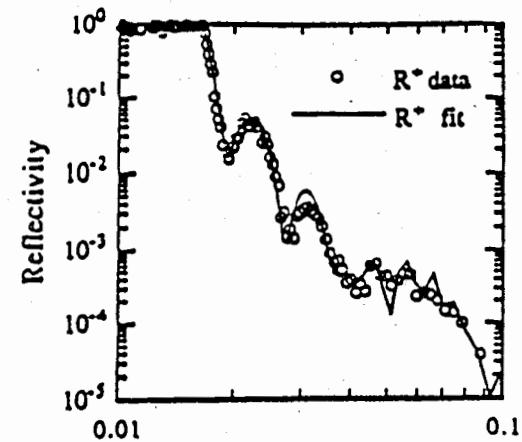


Рис.3: Коэффициент зеркального отражения нейтронов от магнитной пленки  $W(110) / Fe(110) / W(110)$  (см.[18])

Информация о магнитном взаимодействии (о магнитном моменте) извлекается из отношения  $R^+ / R^-$  ( $R^-$  – коэффициент отражения нейтронов с

поляризацией, антипараллельной намагниченности). Средний магнитный момент в магнитном слое равен  $m = 1.80 \pm 0.05 \mu_B$ . Экстраполяция к нулевой температуре дает  $m_0 = 2.1 \pm 0.1 \mu_B$ , что качественно совпадает с результатом теоретических расчетов [20]. Кроме того, данный эксперимент подтверждает вывод теории о подавлении вольфрамом магнитного момента на границе  $W/Fe$ .

До сих пор мы рассматривали зеркальное отражение. При попадании пучка нейтронов на границу раздела двух магнитоядерных сред, когда векторы индукции и магнитного поля неколлинеарны, может возникать незеркальное отражение. Этот эффект, связанный с переходом нейтрана из одного спинового состояния в другое на границе раздела вакуум–магнитная среда, был предсказан теоретически в работе [21]. Далее он был изучен для более общего случая граничащих магнитных сред [22]. В общем случае отраженный пучок должен состоять из трех (ср. рис.1): средний – зеркальный и два боковых – незеркальные. Боковые пучки оказываются поляризованными, их интенсивность определяется матричными элементами  $R_{+-}$  и  $R_{-+}$  и поляризацией падающего пучка. Если падающий пучок поляризован полностью, то в отраженном потоке будет только один боковой луч. Если падающий пучок неполяризован, то в слабом внешнем поле боковые отраженные пучки должны иметь одинаковые интенсивности. Расщепление отраженного пучка происходит вследствие переворота спина, сохранения энергии и компонент импульса нейтрана, параллельных плоскости разделения сред.

Обсуждаемые эффекты дают возможность изучать распределение намагниченности в магнитных средах. Изучение угловой дисперсии дает возможность прямого измерения недиагональных элементов  $R_{+-}(\lambda)$ ,  $R_{-+}(\lambda)$  в незеркально отраженных пучках и суммы  $[R_{++}(\lambda) + R_{--}(\lambda)]^{-1}$  в зеркально отраженном пучке.

Расщепление поляризованного отраженного пучка от магнитных пленок наблюдалось в работах [23, 24].

## 5. Метод пропускания нейтронов

Измерение деполяризации нейтронов, прошедших через образец, используется в качестве метода исследования магнитных доменов в объеме, начиная с 1950 г. (см. обзор [25]). Этот метод оказался эффективным и при изучении сверхпроводников в смешанном состоянии [26]. Здесь мы рассмотрим эффект зеемановского расщепления при пропускании пучка нейтронов через магнитные среды, который возникает, так же как и в случае незеркального

отражения, при наличии неколлинеарности. Этот эффект с неполяризованным пучком использовался в [27] для определения толщины блоховских стенок в ферромагнитном монокристалле  $Fe$ . Пучок тепловых нейтронов, проходя блоховскую стенку, частично преломляется. Распределение интенсивности преломленного и прямого пучков зависит от толщины стенки. Сравнение вычисленных и измеренных интенсивностей дает толщину стенок: при  $T = 650^{\circ}C$   $d = 224$  нм, при  $T = 700^{\circ}C$   $d = 272$  нм. Температура магнитного перехода для исследуемого образца  $Fe(4\%Si)$  равна  $750^{\circ}C$ . Таким образом, видно, что при  $T \rightarrow T_c$  толщина доменных стенок увеличивается.

В работе [28] изучалось зеемановское расщепление в поляризованном пучке, прошедшем сквозь магнитную пленку. На рис.4 показана схема расщепления нейтронного пучка при отражении и прохождении через магнитный слой, когда внешнее магнитное поле неколлинеарно с намагниченностью пленки [28]. Причина всех расщеплений находится в зеемановской энергии нейтрана, т.к. в магнитном поле  $H$  энергия нейтрана  $E = mv^2/2 \pm \mu_n H$ , где знак показывает ориентацию поляризации нейтрана относительно магнитного поля (см.(5)). Таким образом, если спин нейтрана переворачивается адиабатически, то его кинетическая энергия изменяется на величину, равную энергии Зеемана. Это изменение энергии в силу законов сохранения приводит к изменению углов отражения и прохождения. Отраженный пучок был описан в предыдущем разделе.

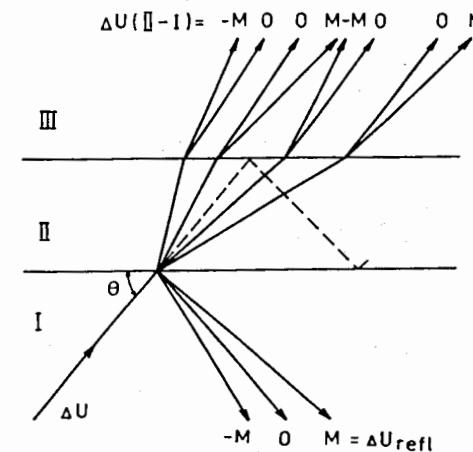


Рис.4: Схема расщепления нейтронного пучка при отражении и прохождении через магнитный слой

В магнитном слое (среда II) распространяется четыре пучка, два из которых состоят из нейтронов, испытавших изменение спинового состояния, а другие два состоят из нейтронов без изменения направления спина. На границе между слоем и подложкой (средой II и средой III) из каждого пучка образуется два отраженных в слой и два прошедших в подложку пучка в соответствии с двумя возможными процессами с переходом и без перехода нейтрона между спиновыми состояниями. В результате в подложке распространяется восемь спиновых состояниями. В результате в подложке распространяется восемь спиновых состояниями. В следующем порядке отражения число пучков пучков первого порядка. В следующем порядке отражения число пучков увеличится еще в четыре раза, но их интенсивность будет значительно меньше. Важно помнить, что всегда будет три типа пучков с потенциалами относительно вакуума:  $-2\mu H$ ,  $0$ ,  $2\mu H$ . В результате при регистрации нейтронов в плоскости, перпендикулярной плоскости образца и отстоящей на расстоянии, значительно превосходящем протяженность образца вдоль пучка, позиционное распределение нейтронов будет определяться именно наличием трех значений потенциала взаимодействия.

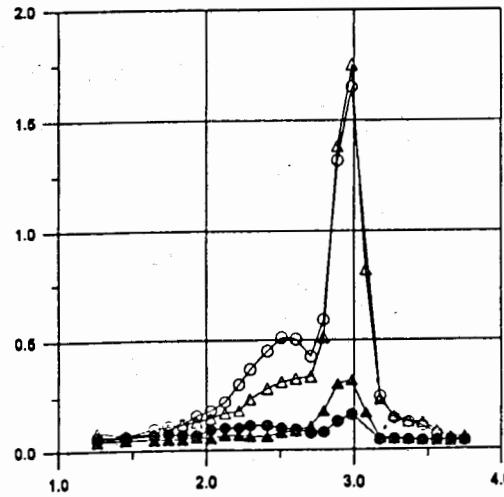


Рис.5: Зависимость интенсивности прошедшего пучка от угла скольжения  $\Theta_{tr}$  в магнитном поле 6.8 кЭ, направленном под углом  $70^\circ$  к поверхности магнитной пленки Fe/Al/Si. Кривая 1 – пучок “ $\downarrow\downarrow$ ”, 2 – “ $\uparrow\uparrow$ ”, 3 – “ $\downarrow\uparrow$ ”, 4 – “ $\uparrow\downarrow$ ” (см.[28])

На рис.5 показаны результаты измерения интенсивности прошедшего пучка, выполненные с анализом поляризации [28]. Исследовался магнитный слой толщиной 5 мкм, состоящий из Fe (80%), Al (9.6%), Si(4.4%), нанесенный на подложку из керамики. Образец имел размеры 1 мм по толщине, 10 мм по вертикали и 20 мм по горизонтали (вдоль пучка). Магнитное поле было направлено под углом  $70^\circ$  к поверхности образца. Из рисунка видно, что наибольшее расщепление испытывают пучки “ $\downarrow\downarrow$ ” и “ $\uparrow\uparrow$ ”, что обусловлено геометрией эксперимента. Стрелки обозначают направления спина нейтрона, первая – в падающем пучке, вторая – в прошедшем.

Меняя угол направления магнитного поля, можно исследовать магнитные свойства слоя. Для измерения толщины магнитных доменов наиболее оптимальным является перпендикулярное к поверхности направление [27].

## 6. Сверхпроводники в магнитном поле

В качестве примера использования нейтронной рефлектометрии рассмотрим исследование проникновения магнитного поля в сверхпроводники [17]. Измерения глубины проникновения магнитного поля  $\Lambda$  в сверхпроводники с помощью поляризационной рефлектометрии были начаты в 1984 году [29]. Когда появились высокотемпературные сверхпроводники, эти измерения были проведены сразу несколькими группами, поскольку глубина проникновения связана с фундаментальными параметрами и является важной величиной для понимания механизмов сверхпроводимости. Измерения разных групп дали сильно различающиеся значения  $\Lambda$ . Как было установлено в исследованиях дубненской группы [30, 31], это различие было связано с разным учетом шероховатостей поверхности.

При вычислении коэффициента отражения шероховатость поверхности учитывается с помощью параметра (“высоты”) шероховатости  $\sigma$ . Этот параметр определяется из экспериментальной кривой для коэффициента отражения при  $T > T_c$  (температуры сверхпроводящего перехода) согласно формуле

$$R(k_z) = R_F \exp(-4k_z k'_z \sigma^2),$$

где  $R_F$  – коэффициент отражения Френеля от резкой границы,  $k_z$ ,  $k'_z$  – волновой вектор нейтрона в вакууме и в среде. Затем при определенном значении  $\sigma$  вычисляется  $\Lambda$ .

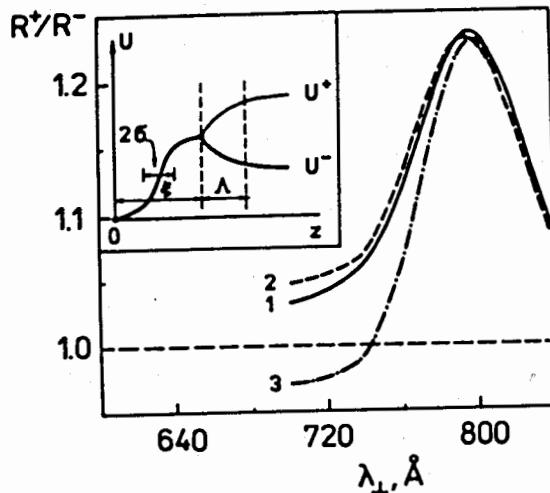


Рис.6: Зависимость отношения переброса  $R^+ / R^-$  от длины волны нейтрона  $\lambda_{\perp}$  для пленки высокотемпературного сверхпроводника  $YBa_2Cu_3O_7$ . Кривая 1 –  $\lambda_{\perp} \sim 1/k_z$  для пленки высокотемпературного сверхпроводника нейтрона  $YBa_2Cu_3O_7$  ( $T_c = 92$  К). На вставке показан модельный оптический потенциал  $U$  для двух направлений поляризации нейтронов. При расчетах введен еще один параметр –  $\xi$ , характеризующий подавление параметра порядка в приповерхностном слое (“мертвый слой”). Расчеты выполнены для внешнего поля  $H = 4200$  Э и при разрешении  $\Delta\lambda / \lambda \approx 0.006$  и коррекции поляризации около 0.8.

На рис.6 показан результат вычисления отношения коэффициентов отражения при выключенном  $R^+$  и включенном спин-флиппере  $R^-$  в зависимости от нормальной к поверхности пленки компоненты длины волны нейтрона  $\lambda_{\perp} \sim 1/k_z$  для пленки высокотемпературного сверхпроводника  $YBa_2Cu_3O_7$  ( $T_c = 92$  К). На вставке показан модельный оптический потенциал  $U$  для двух направлений поляризации нейтронов. При расчетах введен еще один параметр –  $\xi$ , характеризующий подавление параметра порядка в приповерхностном слое (“мертвый слой”). Расчеты выполнены для внешнего поля  $H = 4200$  Э и при разрешении  $\Delta\lambda / \lambda \approx 0.006$  и коррекции поляризации около 0.8.

Расчеты показывают, что учет шероховатости поверхности сильно меняет результат для  $\Lambda$ : кривая (1)  $\Lambda = 225$  Å,  $\sigma = 0$  Å,  $\xi = 0$  Å и кривая (2)  $\Lambda = 800$  Å,  $\sigma = 90$  Å,  $\xi = 0$  Å практически совпадают. Кривая (3) получена при значении  $\xi = 300$  Å,  $\sigma = 90$  Å, что дает  $\Lambda = 400$  Å.

Эксперименты с монокристаллическими пленками  $YBa_2Cu_3O_7$  показали, что этот сверхпроводник имеет значение  $\Lambda \approx 970$  Å при  $T = 5$  К, что согласуется с измерениями с помощью других методов. При этом параметр шероховатости  $\sigma \approx 80$  Å. Надо заметить, что при этом не учитывалась возможность появления “мертвого слоя”. В работе [28] при исследовании пленок  $Nb$  при  $T = 4.9$  К в поле 500 Э было получено значение  $\Lambda = 450$  Å при глубине “мертвого слоя”  $\xi = 280$  Å. Заметим, что “мертвый слой” связан с наличием шероховатостей поверхности. Таким образом, исследование шероховатостей, т.е. незеркального отражения, имеет важное значение для понимания физики явления. Что касается изучения профиля диамагнитного слоя в сверхпроводниках, то, как видно из приведенных данных, в настоящее время нет однозначной картины. Этот важный для физики сверхпроводимости и для приложений вопрос требует дальнейшего исследования.

## 7. Заключение

Итак, использование рассеяния нейтронов позволяет исследовать такие характеристики поверхностей, пленок и многослойных структур, как шероховатость, пространственная плотность, профиль магнитных структур, распределение и параметры доменных стенок и др.

Большинство выполняемых в настоящее время исследований интерпретируются в рамках теории упругого зеркального отражения. При рассмотрении реальных систем необходимо учитывать эффекты незеркального отражения (диффузного рассеяния) от шероховатостей поверхности и от неоднородностей магнитных структур.

Учет этих эффектов важен для правильной интерпретации экспериментальных результатов. Кроме того, они открывают новые возможности. Так, эффекты незеркального отражения позволяют использовать неполяризованные нейтроны для изучения магнитных систем.

Нейtronная рефлектометрия – довольно молодая область экспериментальной физики, поэтому возможно появление и других необычных приложений. Так, в работе [32] было показано, что поляризованные нейтроны могут дать новую информацию о немагнитных пленках, нанесенных на подложку, содержащую слой с известными магнитными свойствами, что позволяет выделить определенную фазовую информацию, теряемую в обычной рефлектометрии. В работе [33] обсуждалось использование резонансного усиления нейтронных стоячих волн в тонких пленках для прецизионных структурных измерений.

## Литература

- [1] В.Л.Аксенов, Природа, **2**, 3, 1996.
- [2] E.Fermi and W.H.Zinn, Phys. Rev., **70**, 103, 1946.
- [3] H.Meier-Leibnitz and T.Stringer, Reactor Sci. and Technol., **17**, 217, 1963.
- [4] D.J.Hughes and M.T.Burgy, Phys. Rev.,**81**, 498, 1951.
- [5] С.В.Малеев и А.И.Окороков, Природа, **10**, 46, 1986.
- [6] V.L.Aksenov, in *Large Facilities in Physics*, ed. M.Jacob and H.Schopper, (World Scientific, 1995), p.273.
- [7] Ю.Г.Абов, А.Д.Гулько, П.А.Крупчицкий, *Поляризованные медленные нейтроны*, М.:Атомиздат, 1996.
- [8] C.F.Majkrzak, in *Neutron Scattering in Material Science II*, ed.D.A.Neumann, T.P.Russell, B.J.Wuensch (Pittsburg, M.R.S., 1995), p.143.
- [9] R.Pynn, ibid., p.165.
- [10] S.K.Sinha, ibid., p.175.
- [11] A.E.Munter et al., ibid., p.199.
- [12] G.P.Felcher et al., Rev. Sci. Instrum., **58**, 609, 1987.
- [13] G.P.Felcher et al., J. Appl. Phys., **57**, 3784, 1985.
- [14] Д.А.Корнеев, Поверхность, 1989.
- [15] C.F.Majkrzak, Physica B, **156 / 157**, 619, 1989.
- [16] C.F.Majkrzak, Physica B, **173**, 75, 1991.
- [17] V.L.Aksenov, D.A.Korneev, L.P.Chernenko, in *SPIE Proc. 1738*, (1992), p.335.
- [18] V.Pasyuk et al. FLNP – Annual Report - 94, Dubna, JINR, 1994, p.93.
- [19] H.J.Elmers, G.Liu and U.Gradmann, Phys.Rev.Lett., **63**, 566, 1989.
- [20] C.L.Fu and A.J.Freeman, JMMM, **69**, L1, 1987.
- [21] В.К.Игнатович, Письма в ЖЭТФ **28**, 311, 1978.
- [22] N.K.Pleshakov, Z. Phys. B, **24**, 223, 1994.
- [23] G.P.Felcher et al., Physica B, 1995.
- [24] D.A.Korneev, V.I.Bodnarchuk, V.K.Ignatovich, Pis'ma ZhETP, **63**, 900, 1996.
- [25] O.Shärpf, H.Strothman, Physica Scripta, **24**, 58, 1988.
- [26] V.L.Aksenov, E.B.Dokukin, Yu.V.Nikitenko, Physica B, **213 / 214**, 100, 1995.
- [27] H.Strothman, O.Schärpf, JMMM, **140-144**, 1897, 1995.
- [28] V.L.Aksenov, Yu.V.Nikitenko, Preprint JINR № E13-96-149, Dubna, 1996.
- [29] G.P.Felcher et al., Phys. Rev. Lett., **52**, 1539, 1984.
- [30] S.V.Gaponov et al., Pis'ma ZhETP, **49**, 277, 1989.
- [31] Д.А.Корнеев и др., Письма в ЖЭТФ, **55**, 653, 1992.
- [32] C.F.Majkrzak et al., in *SPIE Proc. 1738*, (1992), p.282.
- [33] S.K.Satija et al., in *Neutron Scattering in Material Science II* (Pittsburg, M.R.S., 1995), p.259.

Рукопись поступила в издательский отдел  
29 сентября 1996 года.