# ОБЪЕДИНЁННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ЛАБОРАТОРИЯ НЕЙТРОННОЙ ФИЗИКИ ИМЕНИ И.М. ФРАНКА

На правах рукописи

tome

# Кожевников Сергей Васильевич

# Нейтронооптические методы характеризации планарных магнитных наноструктур

Специальность 01.04.01 - приборы и методы экспериментальной физики

# ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени доктора физико-математических наук

Дубна – 2020

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики имени И.М. Франка Объединённого института ядерных исследований

Официальные оппоненты

#### – Григорьев Сергей Валентинович

доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, зам. директора по международной деятельности, Федеральное государственное бюджетное учреждение "Петербургский институт ядерной физики имени Б.П. Константинова" НИЦ "Курчатовский институт", г. Гатчина

# Кравцов Евгений Алексеевич

доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник лаборатории квантовой наноспинтроники, Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург

# Подурец Константин Михайлович

доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник отдела синхротронно-нейтронных и рентгеновских исследований, Федеральное государственное бюджетное учреждение Национальный исследовательский центр "Курчатовский Институт", г. Москва

С электронной версией диссертации можно ознакомиться на официальном сайте Объединённого института ядерных исследований в информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» по адресу: https://dissertations.jinr.ru. С печатной версией диссертации можно ознакомиться в Научно-технической библиотеке ОИЯИ (г. Дубна, Московская область, ул. Жолио-Кюри, д. 6).

Ученый секретарь диссертационного совета ОИЯИ.04.01.2019.П, кандидат физико-математических наук Т. И. Иванкина

#### ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

#### Актуальность темы

Низкоразмерные магнитные структуры (многослойные плёнки, литографические решётки, нити, стержни и т.п.) обладают интересными физическими свойствами и широко применяются на практике. Например, многослойные плёнки с перпендикулярной магнитной анизотропией используются в компактных электронных приборах, устройствах магнитной записи и хранения информации, датчиках магнитного поля. В подавляющем большинстве случаев такие системы имеют магнитно-неоднородную структуру (домены, кластеры, искусственно создаваемые островки и т.п.), а стандартные макроскопические методы (MOKE, VSM, SQUID) дают усреднённую по поверхности или объёму информацию о магнитных свойствах среды. Для характеризации сложных неоднородных микроструктур необходимы методы, работающие на микроскопическом масштабе.

Поляризованные нейтроны являются мощным инструментом изучения слоистых магнитных наноструктур. Рефлектометрия поляризованных нейтронов (РПН) в геометрии зеркального отражения позволяет определить изменение намагниченности в направлении, перпендикулярном поверхности плёнки. При этом РПН имеет ряд существенных ограничений: 1) нечувствительна к плёнкам толщиной более 200 нм; 2) нечувствительна к неоднородностям структуры вдоль поверхности; 3) зависит от выбранной расчётной модели. Для исследования неоднородностей в плоскости используются различные виды незеркального рассеяния нейтронов в скользящей геометрии, но и эти методы тоже зависят от выбранной модели структуры. В этой связи развитие дополнительных нейтронных методов, свободных от модельных расчётов, представляется актуальной задачей.

Размеры доступных для изучения локальных неоднородностей в объёме вещества определяются размерами используемого нейтронного пучка. В обычном нейтронном эксперименте ширина нейтронного пучка составляет от 0.1 до 10 мм. Чтобы исследовать локальные микроструктуры, необходимы узкие пучки нейтронов шириной порядка 10 мкм. Для этих целей разрабатываются различные фокусирующие устройства (преломляющие линзы, изогнутые кристаллы-монохроматоры, дифракционные решётки и т.д.). Но из-за ограничений физических свойств используемых материалов и технологии их обработки минимальный размер сфокусированного пучка нейтронов ограничен величиной 50 мкм. Более эффективными устройствами являются слоистые волноводы, которые позволяют получить узкие микропучки нейтронов шириной от 0.1 до 10 мкм. В связи с этим представляется, что изучение свойств самих слоистых волноводов и формируемых ими нейтронных микропучков также является актуальной задачей.

**Цель работы** состоит в экспериментальном изучении фундаментальных явлений оптики поляризованных нейтронов и разработке на их основе методов характеризации планарных магнитных наноструктур.

В соответствии с целью работы поставлены следующие основные задачи:

- 1. Зарегистрировать нейтронный спиновый резонанс в веществе.
- 2. Разработать методику представления данных незеркального рассеяния нейтронов в скользящей геометрии в различных координатах.
- 3. Зарегистрировать незеркальное отражение нейтронов от слоистого резонатора.
- 4. Исследовать явление каналирования нейтронов в слоистых волноводах.
- 5. Получить микропучок нейтронов из волновода и исследовать его свойства.
- 6. Применить поляризованный микропучок нейтронов для пространственного сканирования локальной магнитной микроструктуры.

#### Результаты, выносимые на защиту

- 1. Продемонстрированы методы характеризации планарных магнитных наноструктур, основанные на явлениях оптики поляризованных нейтронов и свободные от модельных расчётов.
- Зарегистрирован нейтронный спиновый резонанс в магнитной плёнке в скрещенных постоянном и переменном магнитных полях. Получено, что резонансная частота переменного поля соответствует величине магнитной индукции в отдельном домене в ненасыщенном состоянии плёнки.
- Развит метод пространственного расщепления поляризованного пучка нейтронов в магнитно-неколлинеарных средах. Получены новые данные при исследовании магнитнонеколлинеарных кластеров и отдельных границ раздела в магнитных плёнках. Для этого использованы дополнительные методы характеризации плёнок (ларморовская прецессия спина нейтронов, VSM, SQUID, MOKE, техника Биттера).
- 4. Продемонстрированы методические применения явления пространственного расщепления поляризованного пучка нейтронов при отражении от магнитнонеколлинеарной плёнки. Получено, что в области незеркального отражения нейтронов увеличивается степень поляризации пучка и увеличивается отношение *сигнал/фон*. Показано, что это можно использовать в рефлектометрии поляризованных нейтронов для более надёжной регистрации малых эффектов переворота спина нейтронов.
- Разработан метод каналирования поляризованных нейтронов для определения слабой намагниченности плёнок порядка 100 Гс. Измерена длина каналирования нейтронов в зависимости от порядка резонанса и параметров волновода.
- 6. Поляризованный микропучок нейтронов из плоского волновода использован для исследования локальной магнитной микроструктуры. Определена расходимость микропучка в зависимости от длины волны нейтронов и ширины волноводного канала, получена оценка собственной спектральной ширины резонансов внутри волновода.
- 7. Разработана методика представления двумерных карт незеркального рассеяния нейтронов в скользящей геометрии в различных координатах. Показано, что методика позволяет повысить надёжность экспериментальных данных и эффективность исследований слоистых наноструктур.
- Зарегистрировано усиленное незеркальное отражение нейтронов от трёхслойного резонатора на основе магнитных плёнок. Показано, что незеркальное рассеяние нейтронов в резонансах связано с шероховатостями границ раздела слоёв.

#### Научная новизна

Представленная работа является первой, в которой на основе фундаментальных явлений оптики поляризованных нейтронов систематически разрабатываются и демонстрируются методы характеризации слоистых магнитных микроструктур, свободные от модельных расчётов. Исследуемые магнитные микроструктуры недоступны для стандартной рефлектометрии поляризованных нейтронов, а методы являются чувствительными и низкофоновыми.

Впервые экспериментально зарегистрирован нейтронный спиновый резонанс в магнитной плёнке в переменном магнитном поле.

Впервые систематически исследовано явление каналирования нейтронов в плоских волноводах. Измерена длина каналирования нейтронов в зависимости от порядка резонанса, толщины верхнего слоя, ширины волноводного канала и глубины потенциальной ямы волновода. Впервые каналирование поляризованных нейтронов использовано для исследования слабомагнитных плёнок с намагниченностью около 100 Гс.

Впервые измерена угловая расходимость микропучка в зависимости от длины волны нейтронов и ширины волноводного канала. Впервые для исследования локальной магнитной микроструктуры был использован поляризованный микропучок нейтронов из волновода.

#### Научная и практическая ценность работы

Научный вклад в нейтронную оптику состоит в первом наблюдении нейтронного спинового резонанса в веществе и исследовании каналирования нейтронов в слоистых волноводах.

Развитые в работе методы определения магнитной индукции дают дополнительную информацию о магнитно-неоднородных плёнках, которые недоступны для стандартного метода рефлектометрии поляризованных нейтронов. Это открывает новые возможности в области исследования магнитных структур, применяемых в устройствах магнитной записи и хранения информации.

С вводом новых мощных нейтронных источников (SNS, ESS, ИБР-3) эксперименты с нейтронным микропучком будут более доступными и востребованными, поэтому полученный практический опыт работы с микропучком будет полезным.

Методика представления данных в различных координатах весьма эффективна для понимания сложной картины незеркального рассеяния, а также полезна при написании программ визуализации спектров на нейтронных рефлектометрах. Её можно использовать для обучения студентов и молодых специалистов в новой для них области исследований.

#### Апробация работы

Результаты докладывались автором на российском совещании по использованию Рассеяния Нейтронов в Исследованиях Конденсированных Сред (РНИКС - 2018, 2014, 2012, 2010, 2008), Первом Российском Кристаллографическом Конгрессе (2016), международной конференции Polarized Neutrons for Condensed Matter Investigations (PNCMI – 2018, 2016, 2012, 2010, 2006), европейской конференции European Conference on Neutron Scattering (ECNS –

5

2011, 2007), международном симпозиуме Moscow International Symposium on Magnetism (MISM-2017) и др., а также на научных семинарах в Лаборатории нейтронной физики и в других нейтронных центрах.

#### Публикации

Основные результаты работы опубликованы в 28 научных статьях в рецензируемых журналах.

#### Личный вклад автора

Автор непосредственно участвовал в постановке задач исследований, подготовке и проведении экспериментов, обсуждении результатов и написании статей. Все данные нейтронных экспериментов получены и обработаны лично автором. Почти во всех статьях он является ответственным соавтором.

Результаты работы получены автором в сотрудничестве с коллегами из ЛНФ ОИЯИ и других нейтронных центров: ПИЯФ (Гатчина, Россия), LLB (CEA, Saclay, France), MLZ (Garching, Germany) и HZB (Berlin, Germany).

#### Структура и объём работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения. Работа изложена на 244 страницах, включая 152 рисунка, 11 таблиц и 288 наименований литературы.

#### СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обосновывается актуальность темы диссертационной работы, формулируются цели и задачи исследования, приводятся результаты, выносимые на защиту. Даётся характеристика научной новизны и практической ценности работы. Излагается структура и краткое содержание работы.

**В первой главе** рассматривается методика представления данных незеркального рассеяния нейтронов при исследовании слоистых наноструктур в скользящей геометрии на рефлектометрах по времени пролёта и с фиксированной длиной волны. На рис. 1 приведена геометрия эксперимента и обозначения. Координата *x* направлена вдоль поверхности плёнки и вдоль распространения нейтронного пучка. Координата *z* направлена перпендикулярно поверхности. Рассмотрен случай, когда вдоль координата *y* система является однородной. Здесь  $\alpha_i$  - угол скольжения начального нейтронного пучка;  $\alpha_f$  - угол скольжения рассеянного пучка;  $\lambda$  - длина волны нейтронов;  $\mathbf{k}_i$  - волновой вектор начального пучка;  $k_f$  - волновой вектор рассеянного пучка;  $\mathbf{Q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i$  вектор рассеяния;  $p_i = k_{iz} = \frac{2\pi}{\lambda} sin \alpha_i$  - проекция начального волнового вектора на ось *z*;  $p_f = k_{fz} = \frac{2\pi}{\lambda} sin \alpha_f$  - проекция конечного волнового вектора на ось *z*. Цифрами I и II показаны области отражения, а цифрами III и IV - области преломления.

Направления  $\alpha_f = \alpha_i$ ,  $\alpha_f = 0$  и  $\alpha_f = -\alpha_i$  соответствуют направлениям зеркального отражения, плоскости плёнки и прямого пучка. Так как углы скольжения малы, то можно считать  $\sin \alpha_i \approx \alpha_i$ ,  $\sin \alpha_f \approx \alpha_f$ ,  $\cos \alpha_i \approx 1 - (\alpha_i)^2/2$  и  $\cos \alpha_f \approx 1 - (\alpha_f)^2/2$ . Тогда получим следующие выражения:

$$Q_x = \frac{2\pi}{\lambda} (\cos \alpha_f - \cos \alpha_i) \approx \frac{\pi}{\lambda} (\alpha_i - \alpha_f) (\alpha_i + \alpha_f)$$
(1)

$$Q_z = (p_i + p_f) = \frac{2\pi}{\lambda} (\sin \alpha_i + \sin \alpha_f) \approx \frac{2\pi}{\lambda} (\alpha_i + \alpha_f)$$
(2)

Когда система неоднородна в плоскости в направлении x, то  $Q_x \neq 0$  и  $Q_z \neq 0$  (рис. 1a). Если система однородна в направлении x, то  $Q_x = 0$  и  $Q_z \neq 0$  (рис. 16).

В литературе встречаются различные системы координат, в которых могут быть представлены двумерные карты интенсивности. Их можно разделить на три больших типа: 1) инструментальные  $(\alpha_i, \alpha_f)$  и  $(\lambda, \alpha_f)$ ; 2) обратное пространство  $(Q_x, Q_z)$ ; 3) нормированные  $(p_i, p_f), (p_i - p_f, p_i + p_f), (p_i^2, p_f^2)$  и  $(p_i^2 - p_f^2, p_i^2 + p_f^2).$  Инструментальные координаты используются для визуализации экспериментальных данных, которые регистрируются во время измерений. Координаты в обратном пространстве векторов рассеяния часто встречаются в теоретических и расчётных работах. При этом существуют следующие проблемы. Вид незеркального диффузного рассеяния (например, брэгговские полосы или критическое рассеяние Ионеды) в обратном пространстве может сильно отличаться от вида в инструментальных координатах, которые в свою очередь различаются для методов по времени пролёта и с фиксированной длиной волны. Доступная область в обратном пространстве сильно искажается по сравнению с инструментальными координатами, в особенности область преломления. Нормированные координаты наиболее удобны. Они являются нормированными на длину волны и имеют одинаковый вид для рефлектометров по времени пролёта и с фиксированной длиной волны. В направлении z нормированные координаты совпадают с координатами в обратном пространстве согласно выражению (2). Но при этом в нормированных координатах не уменьшается область преломления, как это происходит в случае обратного пространства векторов рассеяния (1).



Рис. 1. Геометрия эксперимента при малых углах скольжения пучка нейтронов: *a*) незеркальное рассеяние при  $Q_x \neq 0$ ; *б*) пространственное расщепление пучка и преломление при  $Q_x = 0$ .

В работе проанализированы различные типы координат, их преимущества и недостатки. Даны рекомендации по их использованию. С помощью известного метода обратного преобразования прямоугольных координат [1] написаны процедуры перевода двумерных карт интенсивности нейтронов в различные координаты. Этот метод позволяет избежать искажений и артефактов при преобразовании двумерного массива данных из одних координат в другие.

Во второй главе предложен метод исследования магнитно-неколлинеарных плёнок с помощью зеемановского пространственного расщепления пучка. На границе раздела двух магнитно-неколлинеарных сред с некоторой вероятностью происходит переворот спина нейтронов. При этом изменяется потенциальная энергия нейтронов в магнитном поле. В скользящей геометрии на рис. 16 свойства среды не меняются вдоль границы раздела, поэтому скорость нейтронов остаётся постоянной вдоль границы раздела и меняется в направлении, перпендикулярном границе раздела. Это приводит к расщеплению в пространстве поляризованного пучка нейтронов на два пучка - с переворотом и без переворота спина. Эффект зеемановского пространственного расщепления пучка нейтронов был теоретически предсказан в 1978 году В.К. Игнатовичем [2]. Более подробно поведение нейтронов на границе раздела двух магнитно-неколлинеарных сред рассмотрено в [3]. Пространственное расщепление пучка наблюдалось экспериментально в геометрии отражения [4,5] и пропускания [6,7] через магнитную плёнку в большом внешнем магнитном поле, приложенном под углом к поверхности плёнки. Явление пространственного расщепления пучка было подробно изучено в [8,9]. В работе [10] представлен обзор экспериментов с использованием эффекта пространственного расшепления пучка.

В [11] впервые зарегистрировано пространственное расщепление поляризованного пучка нейтронов при преломлении на отдельной границе раздела "воздух-плёнка". Всего наблюдалось четыре пучка нейтронов со спиновыми переходами "++", "--", "-+" и "+-", где левый индекс соответствует начальному, а правый индекс - конечному спиновому состоянию. В [12] было зарегистрировано пространственное расщепление пучка в толстой плёнке на немагнитной подложке отдельно на границе раздела "воздух-плёнка" и "плёнка-подложка" (рис. 2*a*). Была исследована магнитная плёнка FeAlSi/Cr//CaTiO<sub>3</sub>(подложка). Немагнитная подложка имела размеры 5 (вдоль пучка) × 20 × 1 мм<sup>3</sup>. Тонкий немагнитный слой Сr толщиной 500 Å напылялся на кристаллическую подложку, а уже сверху напылялась магнитная плёнка толщиной 20 мкм из материала альсифер Fe (86 at%) Al (9.6 at%) Si (4.4 at%). Внешнее магнитное поле напряжённостью 4.5 кЭ было приложено под углом 70° к поверхности плёнки. Угол скольжения начального пучка составлял 0.280°.

На рис. 2*б* показана зависимость конечного угла скольжения от длины волны нейтронов. Точками показаны экспериментальные данные, которые получены по одномерным срезам двумерных карт интенсивности для узкого интервала длин волн. Видно, что такой способ определения положения максимума пика по конечному углу приводит к искажениям. Это особенно заметно в области коротких длин волн, где пучки разных спиновых переходов начинают перекрываться. Закон сохранения энергии нейтронов для преломления на границе раздела "воздух-плёнка" в инструментальных координатах ( $\lambda, \alpha_f$ ) выглядит следующим образом:

8



Рис. 2. Преломление на отдельных границах раздела: *a*) геометрия эксперимента; *б*) экспериментальные данные.

$$(\alpha_f^{+-})^2 = \alpha_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V - \mu (H_1 + B_1)] \lambda^2$$
(3)

$$(\alpha_f^{++})^2 = \alpha_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V - \mu (H_1 - B_1)] \lambda^2$$
(4)

$$(\alpha_f^{--})^2 = \alpha_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V + \mu (H_1 - B_1)] \lambda^2$$
(5)

$$(\alpha_f^{-+})^2 = \alpha_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V + \mu (H_1 + B_1)] \lambda^2$$
(6)

Здесь т - масса нейтрона, h - постоянная Планка,  $\mu$  - магнитный момент нейтрона, V - потенциал ядерного взаимодействия нейтронов с магнитной плёнкой,  $H_1$  - магнитное поле около поверхности плёнки,  $B_1$  - магнитная индукция в плёнке вблизи поверхности. Аналогичные выражения можно записать и для другой границы раздела "плёнка-подложка". В работе [12] по формулам (3)-(6) из экспериментальных данных траектории 1 на рис. 26 были определены магнитные параметры  $H_1$  и  $B_1$ . Аналогичным образом были определены магнитные параметры  $H_2$  и  $B_2$  из данных для траектории 2 на рис. 26. Было получено, что магнитные параметры плёнки около поверхности отличались от магнитных параметров около подложки. Сделан вывод, что магнитная индукция в плёнке зависит от контактирующего с ней немагнитного материала.

В диссертации предложено использовать квадратичные нормированные координаты, в которых выражения (3)-(6) имеют вид:

$$(p_f^{+-})^2 = p_i^2 - \frac{2m}{\hbar^2} [V - \mu (H_1 + B_1)]$$
<sup>(7)</sup>

$$(p_f^{++})^2 = p_i^2 - \frac{2m}{\hbar^2} [V - \mu (H_1 - B_1)]$$
(8)

$$(p_f^{--})^2 = p_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V + \mu (H_1 - B_1)]$$
(9)

$$(p_f^{-+})^2 = p_i^2 - \frac{2m}{h^2} [V + \mu (H_1 + B_1)]$$
(10)

На рис. З показаны экспериментальные данные в инструментальных координатах (*a-г*) и в квадратичных нормированных координатах (*ж-з*). Можно видеть, что в квадратичных нормированных координатах преломлённые пучки имеют вид горизонтальных линий. В табл. 1 приведены экспериментальные величины положения центров преломлённых пучков. Из экспериментальных данных в табл. 1. получены параметры магнитной плёнки вблизи поверхности (табл. 2) и около подложки (табл. 3). Здесь *U* - ядерный потенциал взаимодействия нейтронов с подложкой. Из табл. 2 и 3 можно видеть, что величина магнитной индукция плёнки вблизи поверхности равна величине магнитной индукции около подложки в пределах экспериментальных ошибок. Отсюда сделан вывод, что плёнка имеет одинаковые магнитные свойства вблизи поверхности и со стороны подложки.

	$p_{i}^{2}+p_{f}^{2}$ , [нм <sup>-2</sup> ]	
спиновые	1	2
состояния		
-+	0.0131	
++	0.0150	-0.0076
	0.0058	-0.0025
+-	0.0031	-0.0103

Табл. 1. Экспериментальные данные для преломления 1 и 2.

Табл. 2. Полученные параметры для преломления 1 и пучков '-+' и '+-'.

параметр	+-	-+
<i>Н</i> 1, кЭ	$4.7\pm0.5$	$4.5\pm0.5$
<i>В</i> 1, кГс	$12.8\pm1.3$	$12.6\pm1.3$
<i>V</i> 1, нэВ	$169 \pm 17$	

Табл. 3. Полученные параметры для преломления 2.

параметр	значение
<i>H</i> ₂, кЭ	$\textbf{4.7}\pm\textbf{0.5}$
<i>В</i> 2, кГс	$13.4\pm1.3$
V <sub>2</sub> - <i>U,</i> нэВ	$104 \pm 10$



Рис. 3. Экспериментальные данные преломления нейтронного пучка в плёнке FeAlSi: *а-г)* инструментальные координаты; *д-з)* квадратичные нормированные координаты. UU, DD, UD и DU обозначают режим спин-флипперов вкл. (U) и выкл. (D). Индексы 1 и 2 соответствуют разным границам раздела.

Ранее работе [13] была исследована плёнка в магнитная Gd(5 нм)/Fe(100 нм)//стекло (подложка), к которой малое внешнее магнитное поле было приложено параллельно поверхности. Наблюдалось пространственное расщепление пучка, величина которого соответствовала величине магнитной индукции в плёнке. Для объяснения экспериментальных данных была предложена модель с трёхкратным переворотом спина нейтронов в неколлинеарной доменной структуре. Но вероятность такого процесса должна быть очень малой. Впервые пространственное расщепление при отражении и пропускании через магнитную плёнку с доменной структурой наблюдалось в работе [14]. Двумерные карты пространственного расщепления при пропускании и отражении от магнитной плёнки с доменами были зарегистрированы в работе [15]. Там же была предложена модель, объясняющая данный эффект. Переворот спина происходил при однократном пересечении нейтронами границы раздела между двумя магнитно-неколлинеарными доменами, которая В диссертации заново проведён располагалась перпендикулярно пучку. анализ экспериментальных данных с учётом этой модели. Для характеризации плёнки Gd(5 нм)/Fe(100 нм)//стекло (подложка) были использованы дополнительные методы.

На рис. 4 показаны фотографии поверхности плёнки в технике Биттера. Коллоид с магнитным порошком наносится на поверхность плёнки. Частицы порошка собираются вокруг области, где магнитная структура имеет наибольший градиент. Фотографии сделаны на оптическом микроскопе с эффектом Керра. В квадрате 10×10 мкм<sup>2</sup> можно видеть магнитные области размером от 0.3 до 0.7 мкм. Их площадь составляет 5.5 % от площади этого квадрата. При малом изменении поля кластеры стоят на месте, и их размеры не меняются. Это означает, что магнитные кластеры имеют структурное происхождение. В большом внешнем поле частицы порошка вместе с коллоидом двигаются вдоль линий поля, и этот эффект не связан с магнитной плёнкой. На рис. 5а показана геометрия эксперимента и модель структуры. Поляризованный пучок нейтронов падает на поверхность плёнки под малым углом скольжения. В плёнке существуют магнитные кластеры с вектором магнитной индукции В<sub>1</sub>, который направлен под углом  $\chi$  к вектору магнитной индукции **B**<sub>2</sub> во всей плёнке. Граница раздела между кластерами и остальной частью плёнки направлена перпендикулярно траектории пучка нейтронов. При пересечении нейтронами этой границы раздела происходит переворот спина нейтронов [2,3] с вероятностью  $W \sim sin^2 \gamma$ . Вероятность переворота спина равна нулю, когда вектора  $B_1$  и  $B_2$  коллинеарны. При перевороте спина нейтронов наблюдается пространственное расщепление пучка. Из величины пространственного расщепления пучка и данных VSM (Vibrating Sample Magnetometer) для всей плёнки была извлечена магнитная индукция в кластерах (рис. 5б). Величина магнитной индукции в кластерах оказалась равной величине магнитной индукции во всей плёнке.

Анализ вероятности переворота спина нейтронов показал, что угол  $\chi$  между векторами **B**<sub>1</sub> и **B**<sub>2</sub> уменьшается с ростом напряжённости внешнего магнитного поля и становится равным нулю в поле 4370 Э. Из нейтронных данных получена оценка площади магнитнонеколлинеарных кластеров. Она составила около 5 % от площади всей плёнки, что совпадает с данными оптической микроскопии. Таким образом, в работе продемонстрировано, что зеемановское пространственное расщепление пучка является эффективным способом исследования отдельных границ раздела и кластеров магнитно-неколлинеарных структур.

12



Рис. 4. Фотография поверхности плёнки Gd/Fe//стекло (подложка) с магнитным коллоидом в технике Биттера. Стрелкой показано направление приложенного внешнего магнитного поля. -+



Рис. 5. Плёнка Gd/Fe//стекло (подложка). *а)* Геометрия эксперимента. *б)* Магнитная индукция в кластерах в зависимости от внешнего магнитного поля. Линия - данные VSM для всей плёнки, светлые точки — данные из расщепления пучка при отражении, тёмные точки — данные из расщепления пучка при отражении, тёмные точки — данные из расщепления.

В третьей главе разработан метод нейтронного магнитного резонанса в плёнке. В скрещенных постоянном и осциллирующем внешних магнитных полях происходит резонансный переворот спина нейтронов. Это явление давно известно теоретически [16]. Нейтронный спиновый резонанс использовался в классических экспериментах по измерению магнитного момента нейтрона [17]. Теоретически нейтронный спиновый резонанс в магнитном веществе (или нейтронный магнитный резонанс) был рассмотрен в работах [18,19]. В диссертационной работе впервые зарегистрирован нейтронный магнитный резонанс в магнитной плёнке Ру(500 нм) на кремниевой подложке размерами 25 × 25 × 1 мм<sup>3</sup>, где пермаллой Ру представляет собой магнитный сплав Fe (20.6 ат. %) Ni (79.4 ат. %).





Рис. 6. Геометрия эксперимента по наблюдению нейтронного магнитного резонанса: **H**<sub>0</sub> - постоянное магнитное поле; **H**<sub>1</sub> - осциллирующее магнитное поле.

Рис. 7. Интенсивность нейтронов в максимуме пика зеркально отражённого пучка в зависимости от частоты приложенного внешнего магнитного поля: *а*) спин "+"; *б*) спин "-".

На рис. 6 показана геометрия эксперимента. В плоскости плёнки было приложено постоянное внешнее магнитное поле напряжённостью  $H_0 = 20$  Э и перпендикулярно ему осциллирующее внешнее магнитное поле  $H_1(t) = H_1 \cos(\omega t)$  амплитудой  $H_1 = 10$  Э. Спиновый нейтронный резонанс внутри плёнки происходит при условии, когда частота приложенного осциллирующего поля  $f_{res}$  равна частоте ларморовской прецессии спина  $f_L = \gamma_n B$ , где  $\gamma_n = 2916$  Гс<sup>-1</sup>·с<sup>-1</sup> - гиромагнитное отношение нейтрона, B - величина постоянной магнитной индукции в плёнке. При условии резонанса  $f_{res} = f_L$  происходит переворот спина нейтронов. На рис. 7 показана интенсивность нейтронов для начального спина "+" и "-" в максимуме зеркально отражённого пучка в зависимости от частоты осциллирующего поля. Резонансная частота  $f_{res} = 26.2 \pm 2.0$  МГц соответствует магнитной индукции в плёнке  $B = 9.0 \pm 0.7$  кГс.

На рис. 8*а* представлена намагниченность плёнки, определённая методом VSM. В насыщении намагниченность составляет М = 9.5 кГс. На рис. 86 показаны коэффициенты отражения поляризованных нейтронов во внешнем магнитном поле 20 Э (тёмные символы для спина "+" и светлые символы для спина "-") в зависимости от величины  $q = 2\pi sin(\alpha_i)/\lambda$ . Пунктирной линией показана величина  $q = 0.01025 Å^{-1}$ , при которой проведён эксперимент по спиновому резонансу с фиксированной длиной волны нейтронов 4.26 Å. Подгонка коэффициентов отражения (сплошные линии) даёт намагниченность плёнки 4.0 кГс, что меньше намагниченности насыщения. В большом внешнем магнитном поле 4.4 кЭ (рис.8в) была определена намагниченность 9.5 кГ, что соответствует насыщению. Макроскопические методы проводят усреднение доменной структуры по объёму (VSM) или по поверхности плёнки (рефлектометрия), а с помощью нейтронного магнитного резонанса можно определить величину магнитной индукции в отдельном домене даже в ненасыщенном состоянии. В диссертации также наблюдалось незеркальное отражение нейтронов при нейтронном магнитном резонансе, которое соответствует обмену нейтронов квантом энергии hf с осциллирующим внешним магнитным полем. Из закона сохранения энергии нейтронов получим выражение для угла скольжения рассеянного пучка:

$$\alpha_f = \sqrt{\alpha_i^2 \pm f \frac{2m\lambda^2}{h}} \tag{11}$$

где знак "+" соответствует перевороту спина "-+", а знак "-" соответствует перевороту спина "+-". На рис. 9 показан счёт зеркально отражённого пучка нейтронов в зависимости от конечного угла скольжения для частоты осциллирующего магнитного поля вне резонанса (тёмные символы) и в резонансе (светлые символы). Левая колонка соответствует начальному спину "+", правая колонка - спину "-". На нижних рисунках показана разность счёта нейтронов при резонансной частоте и вне резонанса. В области зеркального отражения наблюдается минимум, а в области незеркального отражения - максимумы. На рис. 10 линиями представлен расчёт по формуле (11), а точками показаны экспериментальные данные. Величина ошибки соответствует пространственному разрешению позиционночувствительного детектора. Видно, что экспериментальные данные подтверждают предсказания теории. 1.0



Рис. 8. Характеризация плёнки Ру(500 нм): *a)* данные VSM; *б)* коэффициенты отражения нейтронов "+" (тёмные точки) и "-" (светлые точки) в магнитном поле 20 Э; *в)* коэффициенты отражения нейтронов в магнитном поле 4.4 кЭ.





Рис. 9. Счёт отражённых нейтронов при резонансной частоте (светлые точки) и вне резонанса (тёмные точки) и их разность.

Рис. 10. Незеркальное отражение нейтронов при резонансе. Точки - эксперимент, линии - теория.

В четвёртой главе развит метод исследования каналирования нейтронов в плоских волноводах. В стандартном нейтронном эксперименте используются нейтронные пучки шириной от 0.1 до 10 мм. Чтобы исследовать локальные микроструктуры с высоким пространственным разрешением, необходимо иметь очень узкие пучки нейтронов микронной ширины. Для этого разрабатываются различные нейтронно-оптические фокусирующие устройства: изогнутые кристаллы-монохроматоры, дифракционные решётки, преломляющие линзы и т.д. [20]. Эти устройства имеют ограничения из-за физических свойств используемых материалов и технологии их обработки, поэтому не удаётся получить микропучки нейтронов шириной меньше 50 мкм. Более эффективными фокусирующими системами являются плоские нейтронные волноводы. Они позволяют получить нейтронные микропучки шириной от 0.1 до 10 мкм. Волноводы сложного типа довольно активно изучались экспериментально во второй половине 1990-х годов. Но более эффективными оказались волноводы простого типа [21], которые и были исследованы в диссертации.

На рис. 11 показана геометрия плоского волновода. Нейтронный пучок в вакууме (среда 0) падает на поверхность волновода под малым углом скольжения  $\alpha_i$ , туннелирует через тонкий верхний слой (индекс 1) толщиной a и проходит в средний слой (среда 2) шириной d. Плотность длины рассеяния (ПДР) нейтронов  $\rho$  волновода имеет вид потенциальной ямы (рис. 12a). Нейтроны почти полностью отражаются от толстого нижнего слоя (индекс 3). Затем часть нейтронов туннелирует через верхний слой и выбывает из волновода, а часть отражается от верхнего слоя и распространяется в среднем слое вдоль слоёв как в канале. В конце нейтроны выходят из торца среднего слоя в виде расходящегося микропучка нейтронов. Начальная ширина микропучка равна ширине канала d. Расходимость микропучка определяется угловой расходимостью начального пучка  $\delta \alpha_i$ , угловым разрешением детектора  $\delta \alpha_{det}$  и вкладом дифракции Фраунгофера  $\delta \alpha_F \sim \lambda/d$  на узкой щели:

$$\delta \alpha_f = \sqrt{(\delta \alpha_F)^2 + (\delta \alpha_i)^2 + (\delta \alpha_{det})^2}$$
(12)



Рис. 11. Геометрия плоского волновода.



Рис. 12. Расчёты для волновода Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(20 нм)/Cu(150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(50)//Si(подложка). *а*) ПДР. *б*) Квадрат модуля волновой функции нейтронов. *в*) Квадрат модуля волновой функции нейтронов для резонансов n=0 (кривая 1), n=1 (кривая 2) и n=2 (кривая 3) в зависимости от координаты *z. г*) Квадрат модуля волновой функции нейтронов (левая шкала) и коэффициент отражения (правая шкала) в зависимости от угла скольжения начального пучка.

В [22] показано, что при выполнении периодических условий для фазы нейтронной волны в среднем слое

$$\Phi(k_{0z}) = 2k_{2z}d + \arg(R_{21}) + \arg(R_{23}) = 2\pi n \tag{13}$$

наблюдается резонансное усиление квадрата модуля волновой функции нейтронов:

$$|\Psi_n(\alpha_i, z)|^2 = \frac{|T_{02}|}{|1 - R_{21}R_{23}\exp(2ik_{2z}d)|}$$
(14)

где  $k_{2z} = \sqrt{k_{0z}^2 - \rho_2}$  - проекция волнового вектора в среде 2 на ось *z* перпендикулярно слоям, n =0, 1, 2, ... порядок резонанса,  $R_{21}$  и  $R_{23}$  - амплитуды отражения нейтронной волны от верхнего и нижнего слоёв,  $T_{02}$  - амплитуда пропускания нейтронной волны через верхний слой. Так как часть нейтронов туннелирует обратно через верхний слой и выбывает из микропучка, то квадрат модуля волновой функции затухает при распространении нейтронов вдоль канала. Параметр экспоненциального затухания ~  $exp(-x/x_e)$  называется длиной каналирования  $x_e$  нейтронов, которая теоретически определена в работе [23]:

$$x_e = \frac{k_x d}{k_{2z} |ln| R_{21} R_{23} ||} \approx \frac{k_x d}{k_{2z} T}$$
(15)

где  $T \propto exp(-2k_{1z}a) = exp(-2a\sqrt{\rho_1 - k_{0z}^2})$  - коэффициент пропускания верхнего слоя. Длина каналирования зависит от порядка резонанса n =0, 1, 2, ... и параметров волновода: толщины верхнего слоя, ширины канала и глубины потенциальной ямы.

На рис. 126 показан квадрат модуля волновой функции нейтронов в зависимости от координаты z и угла скольжения начального пучка. Пятна соответствуют резонансному

усилению квадрата модуля волновой функции. На рис. 12*в* представлена величина квадрата модуля волновой функции нейтронов зависимости от координаты *z*, просуммированная по углу скольжения  $\alpha_i$ . Для резонанса n=0 (кривая 1) наблюдается один максимум, для резонанса n=1 (кривая 2) видны два максимума и для резонанса n=2 (кривая 3) - три максимума. На рис. 12*г* представлен квадрат модуля волновой функции нейтронов (левая шкала) и коэффициент зеркального отражения (правая шкала) в зависимости от угла скольжения начального пучка. Максимумы квадрата модуля волновой функции нейтронов для резонансов n=0, 1, 2, … по положению соответствуют минимумам на коэффициенте отражения.

На рис. 13а приведена экспериментальная интенсивность нейтронов в зависимости от начального и конечного углов скольжения. Индексами n=0, 1, 2 указаны микропучки соответствующих порядков резонансов. В диссертации исследован волновод Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(20 нм)/Cu(150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(50)//Si(подложка), где материал Ni (67 ат. %) Cu (33 ат. %) является немагнитным при комнатной температуре и обладает самой высокой ПДР среди немагнитных материалов. На рис. 136 представлена интенсивность микропучка нейтронов в зависимости от начального угла скольжения. Видны максимумы резонансов n=0, 1, 2. Интенсивность зеркально отражённого пучка равна 300 н/с в области полного отражения. На рис. 13в показана интенсивность микропучка нейтронов как функция конечного угла скольжения для резонанса n=0 (кривая 1), n=1 (кривая 2) и n=2 (кривая 3). Точки - эксперимент, линии - теория. Видно, что экспериментальные данные описываются теорией. При этом напрямую сопоставить абсолютную величину интенсивности нейтронов на рис. 13*б,в* с абсолютной величиной расчётных значений на рис. 12*в,г* очень трудно, потому что необходимо учесть много экспериментальных параметров (расходимость микропучка, длину каналирования, функцию разрешения рефлектометра и т.д.).

В диссертации была экспериментально измерена угловая расходимость микропучка (12) резонанса n=0 в зависимости от ширины канала d и длины волны нейтронов  $\lambda$ . Экспериментально измерялась полная ширина пика на половине высоты (FWHM). Затем из (12) с учётом расходимости начального пучка и углового разрешения детектора экспериментально определялся вклад дифракции Фраунгофера в расходимость микропучка, который сравнивался с расчётами по формулам фраунгоферовой дифракции волны на узкой щели шириной d.





Рис. 13. a) Двумерная карта интенсивности нейтронов для немагнитного волновода Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(20 нм)/Cu(150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(50)//Si(подложка). б) Интенсивность микропучка нейтронов В зависимости от угла скольжения начального пучка. в) Интенсивность микропучка нейтронов в зависимости от конечного угла скольжения для резонанса n=0 (кривая 1), n=1 (кривая 2) и n=2 (кривая 3). Точки - эксперимент, линии - расчёт.



Рис. 14. Вклад дифракции Фраунгофера в угловую расходимость микропучка из торца волновода: *a*) как функция ширины канала при фиксированной длине волны нейтронов 4.26 Å; *б*) в зависимости от обратной ширины канала при фиксированной длине волны 4.26 Å; *в*) как функция длины волны нейтронов при фиксированной ширине канала 141.7 нм. Точки - эксперимент, линия - расчёт.

На рис. 14*а* показан вклад дифракции Фраунгофера в расходимость микропучка в зависимости от ширины канала *d* (точки - эксперимент, линия - расчёт) при фиксированной длине волны. На рис. 14*в* приведена та же величина как функция 1/d. Длина волны нейтронов 4.26 Å была фиксирована. Видно, что вклад в расходимость микропучка растёт обратно пропорционально ширине канала. Экспериментальные данные подтверждают теорию дифракции Фраунгофера на узкой щели. На рис. 14*в* приведён вклад дифракции Фраунгофера в зависимости от длины волны нейтронов для ширины канала *d* = 141.7 нм. Точки - эксперимент, линия - теория. Видно, что вклад в расходимость дифракции фастёт линейно с увеличением длины волны нейтронов. Экспериментальные данные подтверждаются расчётами.

В работе была экспериментально измерена длина каналирования нейтронов  $x_e$  в зависимости от параметров волновода и порядка резонанса. Для этого был использован рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца. На поверхность волновода ближе к выходному торцу помещался поглотитель нейтронов в виде порошка Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (рис. 15*a*) или в виде узкого бруска из бораля, сплава алюминия с карбидом бора, (рис. 15*b*) сечением 2×2 мм<sup>2</sup> или 1×1 мм<sup>2</sup>. Измеряется интенсивность микропучка нейтронов в зависимости от длины *x* неосвещённой нейтронами области под поглотителем:  $\frac{I(x)}{I(x=0)} = exp(-x/x_e)$ . Здесь I(x=0) равна интенсивности микропучка нейтронов без поглотителя. Когда интенсивность микропучка нейтронов с поглотителем уменьшается в *e* раз, тогда эта длина неосвещённой области равна экспериментально измеренной длине каналирования нейтронов.







Рис. 16. Длина каналирования нейтронов как функция: *а)* толщины верхнего слоя; *б)* ширины канала; *в)* глубины потенциальной ямы; *г)* параметра 1/(n+1), где n = 0, 1, 2 порядок резонанса. Точки - эксперимент, линия - подгонка по методу наименьших квадратов.

В случае твёрдого бруска из-за воздушного зазора высотой h возникает часть поверхности волновода  $\Delta x$  под поглотителем, которая освещается нейтронами. Тогда неосвещённая часть равна  $x = L - \Delta x$ . Величина  $\Delta x$  легко определяется в эксперименте по моменту, когда интенсивность микропучка начинает уменьшаться по сравнению с интенсивностью микропучка при полностью освещённой поверхности. Порошковый поглотитель эффективно уменьшает фон, но он не позволяет измерять длину каналирования менее 1 мм и требует время на смену порошка. Брусок свободно двигается по поверхности с помощью микрометрического винта и позволяет измерять малую длину каналирования менее 1 мм, но даёт повышенный фон из-за воздушного зазора.

На рис. 16 приведены результаты экспериментального измерения длины каналирования нейтронов в зависимости от параметров волноводов: (*a*) толщины верхнего слоя; (*b*) ширины волноводного слоя; (*b*) глубины потенциальной ямы при фиксированной величине ПДР канала; (*г*) порядка резонанса 1/(n+1), где n=0, 1, 2. Длина волны нейтронов равна 4.26 Å. Длина каналирования экспоненциально увеличивается с ростом толщины верхнего слоя, ширины канала, глубины потенциальной ямы и уменьшается обратно пропорционально порядку резонанса. Экспериментальные результаты качественно подтверждают расчёты по теории каналирования (15).

В работе получена экспериментальная оценка собственной спектральной ширины резонанса порядка n=0. Экспериментальные результаты соответствуют расчётам по теории резонансов.

В диссертации рассмотрены различные варианты получения поляризованного микропучка из торца волновода: поляризующие и неполяризующие, магнитные и немагнитные структуры. Сделан вывод, что наиболее практичной является комбинация обычного поляризационного анализа (с поляризатором, анализатором и двумя спинфлипперами) и немагнитного волновода. В этом случае внешнее магнитное поле на исследуемом образце на выходе волновода не влияет на свойства самого волновода.

**В пятой главе** приводятся примеры использования плоских волноводов для исследования слоистых и квази-одномерных магнитных структур. Был исследован магнитный волновод Py(20 нм)/Ti(80)/Py(50)//glass в параллельном плёнке внешнем магнитном поле. В магнитном поле 100 Э слои пермаллоя намагничены до насыщения, поэтому переворот спина нейтронов отсутствует (рис. 17*a*). В области полного отражения видны минимумы, соответствующие peзoнaнcaм n =1, 2, 3. Получено, что намагниченность верхнего и нижнего слоёв равна 9.0 кГс и 8.0 кГс соответственно. В малом внешнем магнитном поле 1 Э (рис. 17*б*) намагниченность величиной -6.0 кГс направлена под углом 50° к внешнему магнитному полю, поэтому наблюдается переворот спина.

На рис. 18 представлена интенсивность отражённых нейтронов от магнитного волновода в малом внешнем магнитном поле 1 Э. Левая колонка - экспериментальные данные, правая расчёт в приближении DWBA. Верхняя строка соответствует моде "++", а нижняя строка - моде "+-". Горизонтальные и вертикальные полосы возникают из-за резонансно усиленного незеркального рассеяния нейтронов на шероховатостях границ раздела слоёв.

В [24] было предложено использовать слоистые волноводы для определения малой величины намагниченности среды. В диссертации метод характеризации магнитных плёнок с малой намагниченностью порядка 100 Гс был продемонстрирован экспериментально. В [25] исследовались ферримагнитные плёнки в качестве кандидатов для спиновых вентилей в устройствах магнитной записи. Такие ферримагнитные плёнки на основе сплава переходного металла (Fe, Co, Ni) и редкоземельного элемента (Tb, Gd, Dy и др.) обладают перпендикулярной магнитной анизотропией и намагниченностью насыщения, зависящей от стехиометрического состава сплава. Для развития новых методов магнитной записи требуются ферримагнитные плёнки с низкой намагниченностью насыщения порядка нескольких сотен гаусс. В диссертации был выбран сплав Со и Tb, потому что Со имеет низкую величину ПДР, а Tb не поглощает нейтроны. Сплав TbCo<sub>5</sub> имеет намагниченность насыщения 220 Гс, а намагниченность насыщения сплава TbCo<sub>11</sub> должна быть порядка 10 кГс [26].

Метод рефлектометрии поляризованных нейтронов требует большого времени измерений для определения малой величины намагниченности плёнки. Время набора статистически обеспеченных данных возрастает с уменьшением намагниченности как  $t \sim 1/M^2$ . На рефлектометре NREX (реактор FRM II, Гархинг, Германия) с длиной волны 4.26 Å интенсивность падающего на образец пучка равна 300 н/с. Оценки показывают, что для определения намагниченности 500 Гс плёнки TbCo<sub>11</sub>(150 нм)//Si(подложка) необходимо

21

обычное время 3.6 часа. А для определения намагниченности 50 Гс нужно 360 часов (или 15 суток), что является неприемлемым для стандартного эксперимента.

Использование волновода позволяет определить малую величину намагниченности плёнки порядка 100 Гс за стандартное время измерений порядка нескольких часов. ПДР нейтронов для волновода Ta(3 нм)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (15)/TbCo<sub>11</sub> (150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (50)//Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (подложка) показана на рис. 19. Исследуемую ферримагнитную плёнку TbCo<sub>11</sub> (150 нм) с низким значением ПДР помещают между немагнитными слоями Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> с высоким значением ПДР. Верхний тонкий слой Ta (3 нм) наносится для предотвращения окисления поверхности слоистой структуры. Поляризованный пучок нейтронов падает на поверхность волновода, распространяется внутри волновода и выходит из торца канала в виде расходящегося микропучка (рис. 11). Внутри волновода возникают резонансно усиленные стоячие волны (рис. 12*г*), у которых положение резонансов по энергии отличается для спина нейтронов "+" и "-" согласно условию резонанса (13). Из положения резонансов порядка n=0 можно определить намагниченность плёнки:

$$M = \frac{(2\pi\hbar)^2}{4\mu m} \frac{1}{\lambda^2} [\sin^2 \alpha_{i0}^+ - \sin^2 \alpha_{i0}^-]$$
(16)



поляризованных нейтронов от магнитного волновода Ру(20 нм)/Ті(80)/Ру(50)//glass для длины волны 4.52 Å во внешнем магнитном поле: (*a*) 100 Э; (*б*) 1 Э.

Рис. 18. Интенсивность нейтронов, отражённых от магнитного волновода в поле 1 Э. Левая колонка - мода "++", правая колонка - мода "+-". Верхняя строка эксперимент, нижняя строка - расчёт.



Рис. 19. ПДР нейтронов для волноводной структуры с ферримагнитной плёнкой TbCo<sub>11</sub> (150 нм).

Выражение (16) соответствует фиксированной длине волны нейтронов, а (17) – методике по времени пролёта при фиксированном угле скольжения падающего пучка нейтронов. В эксперименте регистрируется интенсивность поляризованного микропучка нейтронов в зависимости от угла скольжения падающего пучка или длины волны нейтронов. Из экспериментальных значений положения резонансных пиков интенсивности микропучка по формулам (16) или (17) определяется намагниченность плёнки. При этом никакие модельные расчёты не проводятся.

Магнитные свойства слоя TbCo<sub>11</sub> (150 нм) были исследованы дополнительным методом XMCD (X-ray Magnetic Circular Dichroism) - Рентгеновский Магнитный Циркулярный Дихроизм. Измерения проведены на установке VEKMAG пучковой линии PM2 на синхротронном источнике BESSY II в Берлине. Петля гистерезиса намагниченности в условных единицах была измерена в перпендикулярном и параллельном плоскости плёнки магнитном поле. В перпендикулярном направлении поле насыщения и поле гистерезиса равно 5.0 кЭ, коэрцитивное поле составляет около 500 Э. В параллельном направлении коэрцитивное магнитного насыщения около 14.0 кЭ. В перпендикулярном направлении поле гистерезиса 8.0 кЭ и поле магнитного насыщения около 14.0 кЭ. В перпендикулярном направлении поле кастерезиса 8.0 кЭ и поле магнитного насыщения меньше, поэтому сделан вывод, что плёнка обладает перпендикулярной магнитной анизотропией.

Нейтронные эксперименты были проведены на рефлектометре NREX с постоянной длиной волны 4.26 Å и на времяпролётном рефлектометре РЕМУР (реактор ИБР-2, Дубна, Россия). На рис. 20 показано распределение интенсивности микропучка нейтронов при фиксированной длине волны 4.26 Å при изменении величины напряжённости внешнего магнитного поля.



Рис. 20. Интенсивность микропучков "+" (тёмные символы) и "-" (светлые символы) как функция угла скольжения начального пучка во внешнем магнитном поле: *а*) 451 Э; б) 530 Э; *в)* 620 Э; *г)* 640 Э. Ошибка равна размеру символов. Длина волны нейтронов 4.26 Å. Волновод Та(3 нм)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (15)/TbCo<sub>11</sub> (150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (50)//Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (подложка).

Магнитное поле приложено вдоль плоскости плёнки. Можно видеть, что взаимное расположение пиков "+" и "-" в левой колонке (*a*,*б*) и правой колонке (*b*,*c*) отличается. Это значит, что слева намагниченность отрицательна, а справа – положительна. Величина расхождения пиков "+" и "-" увеличивается с ростом намагниченности слоя TbCo<sub>11</sub> (150 нм).

На рис. 21 представлена интенсивность микропучка нейтронов в зависимости от длины волны при увеличении напряжённости внешнего магнитного поля. Угол скольжения падающего пучка 0.145°. Видно, что расхождение пиков "+" и "-" увеличивается с ростом намагниченности.

На рис. 22 приведена кривая намагничивания плёнки TbCo<sub>11</sub> (150 нм), извлечённая из экспериментальных данных положения пиков микропучка нейтронов по формулам (16) и (17). Светлые точки соответствуют измерениям на NREX с постоянной длиной волны, а тёмные точки – измерениям на PEMУP по времени пролёта. На экспериментальные точки наложена петля гистерезиса, измеренная методом XMCD (сплошная линия) в условных единицах.



Рис. 21. Интенсивность микропучков "+" (тёмные символы) и "-" (светлые символы) как функция длины волны нейтронов во внешнем магнитном поле: *а*) 600 Э; *б*) 1114 Э; *в*) 3030 Э; *г*) 5039 Э. Угол скольжения начального пучка 0.145°.



Рис. 22. *а)* Намагниченность в плоскости плёнки TbCo<sub>11</sub> (150), измеренная на рефлектометрах PEMУP (тёмные символы) и NREX (светлые символы). Сплошной линией показана петля гистерезиса, полученная в условных единицах с помощью метода XMCD. *б*) Намагниченность вблизи коэрцитивного поля (линия соединяет точки).

Положение по углу резонанса n=0 на рис. 20г определяется как центр пика с точностью 0.001°. Тогда ошибка намагниченности плёнки, извлечённая из экспериментальных данных по формуле (16), равна 80 Э. Разрешение по длине волны нейтронов на рефлектометре РЕМУР определяется длительностью вспышки импульсного реактора ИБР-2 и равна 0.02 Å. Тогда ошибка намагниченности, определённой по формуле (17), равна 137 Э.

На рефлектометре поляризованных нейтронов NREX была исследована плёнка TbCo₅ внутри волновода Ta (3 нм)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (15)/TbCo₅ (150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub> (50)//Si (подложка). Магнитное поле было приложено вдоль плоскости плёнки. На рис. 23 представлена интенсивность микропучка нейтронов резонанса порядка n=0 с начальной поляризацией "+" (тёмные точки) и "-" (светлые точки). Точность определения центра пика по углу скольжения начального пучка равна 0.0005°. Тогда ошибка намагниченности плёнки равна 40 Э. На рис. 24 показана намагниченность плёнки TbCo₅ (150 нм) в зависимости от напряжённости внешнего магнитного поля, извлечённая из экспериментальных данных. Можно видеть, что намагниченность плёнки во внешнем магнитном поле 4.5 кЭ равна около 200 Гс, что близко к намагниченности насыщения 220 Гс [26].

Таким образом, в диссертации продемонстрирован метод характеризации ферримагнитных плёнок со слабой намагниченностью порядка 100 Гс, основанный на явлении каналирования поляризованных нейтронов в слоистых волноводах. При этом используются резонансные свойства волноводной структуры.







Рис. 24. Намагниченность плёнки TbCo<sub>5</sub> (150 нм), полученная в эксперименте на рефлектометре поляризованных нейтронов NREX.

В работе поляризованный микропучок нейтронов из плоского немагнитного волновода Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(20 нм)/Cu(150)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(50)//Si(подложка) был впервые использован для пространственного сканирования магнитной аморфной проволочки диаметром 190 мкм. В таких проволочках наблюдается формирование доменной структуры по модели "ядрооболочка". В компактном ядре образуются осевые домены, а в широкой оболочке - круговые домены. На рис. 25 представлена схема экспериментальной установки (поляризатор и первый спин-флиппер перед образцом не показаны для простоты). Длина волны нейтронов равна 4.0 Å. Поляризованный нейтронный микропучок шириной 2.6 мкм проходит через проволочку, которая находится на расстоянии 1 мм от выхода волновода. Внутри образца спин нейтронов вращается с частотой ларморовской прецессии. Поляризация пучка нейтронов после образца определяется с помощью анализатора. Затем нейтроны регистрируются детектором. Микропучок после волновода фиксирован, а проволочка передвигается поперёк направления пучка с помощью микрометрического столика. Шаг пространственного сканирования равен 25 мкм. На рис. 26*а* показана геометрия эксперимента. Внешнее магнитное поле прикладывается параллельно (0°) или перпендикулярно (90°) оси проволочки. Сечение микропучка имеет форму узкой вертикальной полосы, параллельной оси проволочки. На рис. 266 приведена интенсивность микропучка "++" и "-+" в зависимости от координаты проволочки для случая, когда внешнее магнитное поле приложено параллельно оси проволочки. Виден минимум интенсивности "++", ширина которого чуть больше диаметра проволочки. Минимум связан с поглощением нейтронов бором, который есть в составе проволочки. Пропускание нейтронов в минимуме составляет 0.60. Малая интенсивность "-+" связана с фоном. Можно считать, что в этой магнитно-коллинеарной системе переворот спина отсутствует. В перпендикулярном внешнем магнитном поле (рис. 26в) пропускание нейтронов падает с 0.60 до 0.25. Одновременно возникает интенсивность с переворотом спина нейтронов "-+", которая составляет 0.35 от интенсивности "++" вне минимума. При этом на кривых интенсивностей "++" и "-+" наблюдаются осцилляции с периодом около 50 мкм, которые находятся в противофазе. Время измерения кривых для двух спиновых состояний составляет порядка 10 часов, что является вполне приемлемым для нейтронного эксперимента.



Рис. 25. Схема экспериментальной установки по сканированию магнитной проволочки микропучком: Cd – кадмиевая пластина; BB – волновод; GGG – кристалл галлий-гадолиний-гранат; П – проволочка; Д2 – вторая диафрагма; СФ2 - второй спин-флиппер; А - анализатор.



Рис. 26. Пространственное сканирование магнитной проволочки поляризованным микропучком нейтронов. *а*) Геометрия эксперимента с магнитной проволочкой. *б*) Интенсивность микропучка нейтронов во внешнем поле, параллельном оси проволочки. *в*) Интенсивность нейтронов во внешнем поле, перпендикулярном оси проволочки. Тёмные точки и левая шкала соответствуют спиновому переходу "++", а светлые точки и правая шкала соответствуют спиновому переходу "-+".

В заключении приводятся выводы и основные результаты работы.

В работе рассмотрены явления оптики поляризованных нейтронов: нейтронный магнитный резонанс, зеемановское пространственное расщепление пучка и каналирование. На основе полученных экспериментальных результатов продемонстрированы методы характеризации планарных магнитных наноструктур: магнитных доменов, границ раздела магнитно-неколлинеарных сред, магнитных кластеров в плёнках и ферримагнитных плёнок со слабой намагниченностью порядка 100 Гс. Методы характеризации являются свободными от модельных расчётов.

Поляризованный микропучок нейтронов из плоского волновода был впервые использован для исследования локальной магнитной микроструктуры. Поляризованные нейтроны являются дополнительным методом для рентгеновского излучения при исследовании магнитных структур в объёме вещества или на достаточно большой глубине от поверхности.

## Основные результаты работы состоят в следующем.

- Зарегистрирован нейтронный спиновый резонанс в магнитной плёнке, помещённой в переменное магнитное поле. При некоторой частоте переменного магнитного поля наблюдался резонансный минимум интенсивности зеркально отражённого пучка и соответствующий ему максимум незеркально отражённых нейтронов. Резонансная частота переменного поля соответствовала частоте ларморовской прецессии спина нейтронов внутри отдельного магнитного домена в ненасыщенной плёнке.
- 2. Развит метод зеемановского пространственного расщепления пучка для прямого определения величины магнитной индукции на границе раздела магнитнонеколлинеарных сред в скользящей геометрии. С помощью разработанной в диссертации методики представления данных в различных координатах получены магнитные параметры на отдельных границах раздела "воздух-плёнка" и "плёнка-подложка" в магнитной плёнке FeAlSi толщиной 20 мкм и в магнитно-неколлинеарных кластерах в плёнке Gd(5 нм)Fe(100 нм)//стекло.
- Подробно исследовано явление каналирования нейтронов в плоском трёхслойном волноводе. Экспериментально измерена длина каналирования нейтронов в зависимости от порядка резонанса и параметров волновода (толщины верхнего слоя, ширины среднего волноводного слоя и глубины потенциальной ямы). Полученные результаты подтверждают предсказания теории.
- 4. Разработан метод каналирования поляризованных нейтронов для определения слабой намагниченности ферримагнитных плёнок величиной порядка 100 Гс. Для определения этим методом малой намагниченности величиной 50 Гс требуется стандартное время измерения порядка нескольких часов.
- 5. В работе подробно исследованы свойства микропучка нейтронов из торца плоского волновода. Экспериментально измерена угловая расходимость микропучка в зависимости от длины волны нейтронов и ширины волноводного канала. Получено, что величина угловой расходимости микропучка в основном определяется условиями дифракции Фраунгофера на узкой щели: расходимость растёт прямо пропорционально длине волны нейтронов и падает обратно пропорционально ширине волноводного канала.
- 6. Поляризованный микропучок из волновода впервые применён для исследования локальной магнитной микроструктуры. Использована комбинация немагнитного волновода и рефлектометра поляризованных нейтронов. Аморфная магнитная проволочка диаметром 190 мкм просканирована в пространстве узким микропучком шириной 2.6 мкм с шагом 25 мкм. Экспериментально продемонстрировано, что за время порядка 10 часов можно получить статистически обеспеченные данные.

# Список публикаций по теме диссертации

- 1. Плоские нейтронные волноводы / С.В. Кожевников // ЭЧАЯ. 2019. Т. 50. С. 284-359.
- 2. Каналирование нейтронов в немагнитном плоском волноводе / С.В. Кожевников, Т. Келлер, Ю.Н. Хайдуков, Ф. Отт, Ф. Раду // ЖЭТФ. – 2019. – Т. 155. – С. 590-601.
- Polarized neutron channeling in weakly magnetic films / S.V. Kozhevnikov, V.D. Zhaketov, T. Keller, Yu.N. Khaydukov, F. Ott, Chen Luo, Kai Chen, F. Radu // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2019. – V. 927. – P. 87-100.

- Divergence of neutron microbeams from planar waveguides / S.V. Kozhevnikov, V.D. Zhaketov, T. Keller, Yu.N. Khaydukov, F. Ott, F. Radu // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2019. – V. 915. – P. 54-64.
- Нейтронный микропучок из плоского волновода / С.В. Кожевников, В.Д. Жакетов, Ф. Раду // ЖЭТФ. – 2018. – Т. 154. – С. 698-715.
- Каналирование нейтронов в потенциальной яме плоского волновода / С.В. Кожевников, Ю.Н. Хайдуков, Ф. Отт, Ф. Раду // ЖЭТФ. – 2018. – Т. 153. – С. 712-720.
- Нейтронные методы исследования магнитных плёнок / С.В. Кожевников, Ф. Отт, Ф. Раду // ЭЧАЯ. – 2018. – Т. 49. – С. 582-624.
- Применение зеемановского пространственного расщепления пучка в рефлектометрии поляризованных нейтронов / С.В. Кожевников, В.К. Игнатович, Ф. Раду // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2018. – Т. 2. – С. 12-23.
- Characterization methods for neutron channeling in planar waveguides / S.V. Kozhevnikov, T. Keller, Yu.N. Khaydukov, F. Ott, F. Radu // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2017. – V. 875. – P. 177-184.
- 10. Каналирование нейтронов в плоском волноводе / С.В. Кожевников, В.Д. Жакетов, Ю.Н. Хайдуков, Ф. Отт, Ф. Раду // ЖЭТФ. 2017. Т. 152. С. 1192-1203.
- Neutron Zeeman beam-splitting method for the investigation of magnetic nanostructures / S.V. Kozhevnikov, F. Ott, E.M. Semenova // Physica B. – 2017. – V. 508. – P. 12-21.
- 12. Нейтронные резонансы в плоских волноводах / С.В. Кожевников, В.К. Игнатович, А.В. Петренко, Ф. Раду // ЖЭТФ. 2016. Т. 150. С. 1094-1101.
- Polarized neutron channeling as a tool for the investigations of weakly magnetic thin films // S.V. Kozhevnikov, Yu.N. Khaydukov, T. Keller, F. Ott, F. Radu // Письма в ЖЭТФ. – 2016. – T. 103. – C. 38-43.
- Neutron methods for the direct determination of the magnetic induction in thick films / S.V. Kozhevnikov, F. Ott and F. Radu // J. Magn. Magn. Mater. – 2016. – V. 402. – C. 83-93.
- 15. System of neutron microbeams from a planar waveguide / S.V. Kozhevnikov, V.K. Ignatovich, Yu.V. Nikitenko, F. Ott, A.V. Petrenko // Письма в ЖЭТФ. 2015. Т. 102. С. 3-9.
- Shaping micron-sized cold neutron beams / F. Ott, S. Kozhevnikov, A. Thiaville, J. Torrejon, M. Vazquez // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2015. – V. 788. – P. 29-34.
- Применение поляризованного микропучка нейтронов для исследования магнитной микроструктуры / С.В. Кожевников, F. Ott, J. Torrejón, M. Vázquez, A. Thiaville // ФТТ. – 2014. – Т. 56. – С. 63-67.
- Polarizing Fe-Co-Fe planar waveguides for the production of neutron microbeams / S. Kozhevnikov, T. Keller, Yu. Khaydukov, F. Ott, A. Rühm, J. Major // Physics Procedia. – 2013. – V. 42. – P. 80-88.
- Magnetic planar waveguides as combined polarizers and spin-flippers for neutron microbeams / A. Rühm, S.V. Kozhevnikov, F. Ott, F. Radu, J. Major // Nucl. Instrum. Meth. A. – 2013. – V. 708. – P. 83-87.
- 20. Experimental determination of the neutron channeling length in a planar waveguide / S.V. Kozhevnikov, V.K. Ignatovich, F. Ott, A. Rühm, J. Major // ЖЭΤΦ. 2013. T. 144. C. 733-738.
- Data representations of Zeeman spatial beam splitting in polarized neutron reflectometry / S.V. Kozhevnikov, F. Ott, F. Radu // J. Appl. Crystallogr. – 2012. – V. 45. – P. 814-825.

- Neutron magnetic resonance and non-specular reflection from a magnetic film placed in an oscillating magnetic field / S.V. Kozhevnikov, V.K. Ignatovich, Yu.V. Nikitenko, F. Ott, F. Radu, A. Rühm, J. Major // J. Phys.: Conf. Ser. 2012. V. 340. P. 012084.
- Combination of a reflectometer and a nonmagnetic waveguide for experiments with polarized neutron microbeam / S.V. Kozhevnikov, A. Rühm, J. Major // Crystallogr. Rep. – 2011. – V. 56. – P. 1207-1211.
- Magnetic layered structure for the production of polarized neutron microbeams / S.V. Kozhevnikov, A. Rühm, F. Ott, N. K. Pleshanov, J. Major // Physica B. – 2011. – V. 406. – P. 2463-2466.
- 25. Off-specular data representations in neutron reflectivity / F. Ott, S.V. Kozhevnikov // J. Appl. Crystallogr. 2011. V. 44. P. 359-369.
- 26. Представление данных незеркального рассеяния нейтронов / С.В. Кожевников, F. Ott // ФТТ. 2010. Т. 52. С. 1457-1466.
- 27. Resonances and off-specular scattering from neutron waveguides / S.V. Kozhevnikov, F. Ott, A. Paul, L. Rosta // Eur. Phys. J. Spec. Topics. 2009. V. 167. P. 87-92.
- 28. Enhanced off-specular scattering in magnetic neutron waveguides / S.V. Kozhevnikov, F. Ott,
  E. Kentzinger, A. Paul // Physica B. 2007. V. 397. P. 68-70.

# Список цитируемой литературы

- J. Karczmarczuk (2010). http://users.info.unicaen.fr/~karczma/matrs/GraDeug/Code/Pr1702.html
- [2] Деполяризация ультрахолодных нейтронов при преломлении и отражении на поверхности магнитных плёнок / В.К. Игнатович // Письма в ЖЭТФ. – 1978. – Т. 28. – С. 311-314.
- [3] Neutrons at the boundary of magnetic media / N.K. Pleshanov // Z. Phys. B. 1994. V. 94. –
   P. 233-243.
- [4] Zeeman Splitting of Surface-Scattered Neutrons / G.P. Felcher, S. Adenwalla, V.O. de Haan,
   A.A. van Well // Nature. 1995. V. 377. P. 409-410.
- [5] Off-specular neutron reflection from magnetic media with nondiagonal reflectivity matrices /
   D.A. Korneev, V.I. Bodnarchuk, V.K. Ignatovich // Pis'ma ZhETP. 1996. V. 63. P. 900-905.
- [6] Refraction of polarized neutrons in a magnetically non-collinear medium / V.L. Aksenov,
   E.B. Dokukin, S.V Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko, A.V. Petrenko, J. Schreiber // Proceedings of PNCMI, Dubna, June 18-20, E3-96-507. Dubna, 1996. P. 36-57.
- [7] Refraction of polarized neutrons in a magnetically non-collinear Layer / V.L. Aksenov,
   E.B. Dokukin, S.V Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko, A.V. Petrenko, J. Schreiber // Physica B. 1997. –
   V. 234-236. P. 513-515.
- [8] Кожевников С.В. Исследование и применение эффекта пространственного расщепления нейтронного пучка в магнитных средах: дисс. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Кожевников Сергей Васильевич. – Дубна, 2002. – 94 с.

- [9] Никитенко Ю.В. Нейтронные стоячие волны в слоистых структурах: дисс. ... д-ра физ.мат. наук: 01.04.07 / Никитенко Юрий Васильевич. –Дубна, 2008. – 294 с.
- [10] Spin-flip spatial neutron beam-splitting in magnetic media / V.L. Aksenov, Yu.V. Nikitenko, S.V. Kozhevnikov // Physica B. – 2001. – V. 297. – P. 94-100.
- [11] Observation of spatial splitting of a polarized neutron beam as it is refracted on the interface of two magnetically non-collinear media / V.L. Aksenov, H. Fredrikze, S.V. Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko, M.Th. Rekveldt, J. Schreiber // JINR Commun. E14-98-85. – Dubna, 1998. – 4 p.
- [12] Refraction of polarized neutrons on boundaries of a magnetic film / V.L. Aksenov,
   S.V. Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko // Physica B. 2000. V. 276-278. P. 958-959.
- [13] Reflection and refraction of spin-flip neutrons in Fe-Gd structure / V.L. Aksenov,
   S.V Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko, H. Lauter // Physica B. 2000. V. 276-278. P. 179-180.
- [14] Non-specular reflectivity of spin-flipped neutrons / Th. Krist, D.J. Müller, F. Mezei // Physica B. 1999. – V. 267-268. – P. 194-197.
- [15] Magnetic induction and domain walls in magnetic thin films at remanence / F. Radu, V. Leiner,
   K. Westerholt, H. Zabel, J. McCord., A. Vorobiev, J. Major, D. Jullien, H. Humblot, F. Tasset //
   J. Phys.: Condens. Matter. 2005. V. 17. P. 1711-1718.
- [16] Space quantization in a gyrating magnetic field / I.I. Rabi // Phys. Rev. 1937. V. 51. P. 652-654.
- [17] A quantitative determination of the neutron moment in absolute nuclear magnetons /
   L.W. Alvarez, F. Bloch // Phys. Rev. 1939. V.57. P. 111-122.
- [18] Динамическое отражение и преломление нейтронов на границах вещества с переменной магнитной индукцией / А.В. Козлов, И.М. Франк // Ядерная физика. – 2005. – Т. 68. – С. 1149-1164.
- [19] The Krüger problem and neutron spin games / V.K. Ignatovich, F.V. Ignatovich // Am. J. Phys. 2003. – V. 71. – P. 1013-1024.
- [20] Focusing optics for neutrons / F. Ott // Modern developments in X-Ray and neutron optics. Springer series in optical sciences. – 2008. – V. 137. – P. 113-134.
- [21] Submicrometer coherent neutron beam production using a thin-film waveguide / F. Pfeiffer,
   V. Leiner, P. Høghøj, I. Anderson // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 88. P. 055507.
- [22] Theoretical description of neutron resonances in multilayer systems / F. Radu,
   V.K. Ignatovich // Physica B. 2000. V. 292. P. 160-163.
- [23] Theory of neutron channeling in the resonant layer of multilayer systems / V.K. Ignatovich,
   F. Radu // Phys. Rev. B. 2001. V. 64. P. 205408.
- [24] Polarized neutron waveguide reflectometry: application to magnetic moment determination in thin film / S.P. Pogossian, H. Le Gall, A. Menelle // J. Magn. Magn. Mater. – 1996. – V. 152. – P. 305-310.
- [25] Perpendicular exchange bias in ferrimagnetic spin valves / F. Radu, R. Abrudan, I. Radu,
   D. Schmitz, H. Zabel // Nature Communications. 2012. V. 3. P. 715.
- [26] Light-induced magnetization reversal of high-anisotropy TbCo alloy films / S. Alebrand,
   M. Gottwald, M. Hehn, D. Steil, M. Cinchetti, D. Lacour, E.E. Fullerton, M. Aeschlimann,
   S. Mangin // Appl. Phys. Lett. 2012. V. 101. P. 162408.