РЕФЛЕКТОМЕТРИЯ НЕЙТРОНОВ С РЕГИСТРАЦИЕЙ ВТОРИЧНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. КОРПУСКУЛЯРНО-ВОЛНОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАНОМАСШТАБНЫХ РАСПРЕДЕЛЕНИЙ ПЛОТНОСТИ ИЗОТОПОВ

В. Л. Аксёнов, В. Д. Жакетов, Ю. В. Никитенко*

Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

Рассмотрены различные режимы нейтронного волнового поля. Обосновано использование скользящей геометрии падения нейтронов в режиме стоячих волн с регистрацией зеркально отраженных нейтронов и вторичного излучения в виде заряженных частиц, гамма-квантов, рассеянных и испытавших переворот спина нейтронов. Новый способ измерения, реализующийся в исследованиях слоистых структур, сочетает в себе как волновые свойства распространения нейтронов, так и корпускулярные свойства нейтронов в ядерных реакциях. Приведены экспериментальные данные по определению параметров метода. Отмечены перспективы в развитии нейтронной рефлектометрии и корпускулярно-волнового метода измерений.

Different regimes of neutron wave field are considered. The use of grazing incidence neutron geometry in the standing wave regime with registration of mirror reflected neutrons and secondary radiation in the form of charged particles, gamma quanta, scattered and spin-flip neutrons is substantiated. The new measurement method, which is realized in investigations of layered structures, combines wave and particle properties of neutrons. Experimental data for determining parameters of the method are presented. The prospects for the development of the neutron reflectometry and particle-wave measurement method are noted.

PACS: 07.60.Hv

введение

В современных технологиях, ориентированных на применение небольших количеств вещества, все возрастающая роль отводится поверхности и приповерхностной области вещества. В связи с этим широкое распространение получили методы исследований, чувствительные к составу и структуре поверхности и границ раздела. Методы исследований,

^{*} E-mail: nikiten@nf.jinr.ru

в которых используется взаимодействие частиц и излучений с ядрами вещества, находят применение, в частности, вследствие их изотопной и пространственной чувствительности. Описание различных ядерных методов можно найти в работах [1,2]. Для определения пространственных распределений изотопов измеряется энергетический спектр заряженных частиц, образованных после захвата нейтронов ядрами вещества. Чувствительность измерения энергии заряженной частицы определяется измеряемым диапазоном глубины расположения исследуемых изотопов, составляющим $10-10^4$ нм.

Большой интерес представляет область на расстоянии $10^{-1} - 10^2$ нм от поверхности или границы раздела двух сред, характеризующихся различного типа параметрами порядка. К таким средам относятся, например, ферромагнетик и сверхпроводник. При их контакте имеет место явление близости, заключающееся во взаимном проникновении магнитного момента в сверхпроводник и сверхпроводящих пар в ферромагнетик [3-5]. В связи с этим актуальным является создание метода исследований, позволяющего определять пространственное распределение изотопов на масштабе до 10² нм. В работе описывается такой метод. Он заключается в использовании нейтронного волнового поля стоячих волн и вторичного излучения в виде заряженных частиц, гамма-квантов, осколков деления ядер, рассеянных и испытавших переворот спина нейтронов. Развитие метода происходило в несколько этапов. Вначале в слоистых структурах был реализован режим нейтронных стоячих волн [6-8] с регистрацией зеркально отраженных нейтронов (первичное излучение) и регистрацией альфа-частиц и тритонов [6], гамма-квантов [7] и нейтронов с переворотом спина [8]. В работе [9] обоснована рефлектометрия нейтронов в режиме нейтронных стоячих волн (HCB) с регистрацией зеркально отраженных нейтронов и вторичного излучения. Показано, что режим НСВ с регистрацией вторичного излучения позволяет определять пространственное распределение изотопов. В работах [10, 11] описано экспериментальное исследование светосилы и пространственного разрешения измерений в трех каналах регистрации вторичного излучения, а именно при регистрации заряженных частиц, гамма-квантов и нейтронов, испытавших переворот спина. Установлено, что при толщине исследуемого слоя 1 нм сечение взаимодействия нейтронов с ядрами в случае регистрации альфа-частиц должно быть больше $\sigma = 0.03$ б, в случае регистрации гамма-излучения — больше $\sigma = 1.5$ б, в случае регистрации нейтронов с переворотом спина компонента намагниченности, перпендикулярная оси измерения поляризации нейтронов, больше 5 Гс.

В данной работе приведены результаты исследований нового метода рефлектометрии нейтронов, позволяющего определять пространственное распределение изотопов и магнитных элементов в приповерхностной области и в окрестности границы раздела сред протяженностью до 10² нм. В разд. 1 рассматриваются различные режимы нейтронной рефлектомет-

рии: бегущей волны, нейтронных стоячих волн, усиленных НСВ. Сделан вывод о том, что в режиме усиленных НСВ при обычном разрешении спектрометра по волновому вектору $\delta k/k = 10^{-2} - 10^{-3}$ увеличение плотности нейтронов находится в пределах 100–1000. Рассмотрена рефлектометрия нейтронов с регистрацией вторичного излучения, приведены соотношения для определения потока вторичного излучения и парциальных коэффициентов поглощения нейтронов. В разд. 2 приводятся модельные расчеты, демонстрирующие возможность определения элементных профилей на границе раздела при регистрации вторичного излучения. Также рассмотрены три канала регистрации вторичного излучения, реализованные на рефлектометре РЕМУР реактора ИБР-2, — это каналы заряженных частиц, гамма-квантов и нейтронов с переворотом спина.

1. РЕФЛЕКТОМЕТРИЯ НЕЙТРОНОВ

На рис. 1 представлена стандартная схема измерений интенсивности отраженных, прошедших и рассеянных слоистой структурой нейтронов. Нейтронный пучок (обозначен n) падает под углом скольжения θ_i на образец. Нейтроны зеркально отражаются под углом скольжения $\theta_f = \theta_i$ и рассеиваются с передачей волнового вектора в плоскости ZX (не зеркальное отражение) и в плоскости XY — рассеяние на неупорядоченных (малоугловое рассеяние) или упорядоченных (дифракция на решетке) в пространстве рассеивателях.

На используемом в экспериментальных исследованиях спектрометре поляризованных нейтронов РЕМУР реактора ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна) [12] доступны интервал длин волн нейтронов $\lambda = 1-15$ Å и диапазон переданного волнового вектора в направлении, перпендикуляр-



Рис. 1. Геометрия отражения и рассеяния нейтронов при скользящих углах падения нейтронов

ном плоскости структуры, $Q_Z \approx 10^{-3} - 1 \text{ Å}^{-1}$. При этом для исследований доступны структуры со слоями толщиной 0,6–600 нм и корреляционными длинами неоднородного состояния в плоскости структуры 0,15–180 нм в направлении по оси Y (перпендикулярно пучку нейтронов) и 0,03–3000 мкм в направлении по оси X.

1.1. Стандартная рефлектометрия и рефлектометрия в режиме бегущей волны. Когерентное распространение нейтронов в среде описывается комплексным потенциалом (потенциальной энергией) взаимодействия нейтронов со средой U(z) [13]:

$$U(z) = V - iW,\tag{1}$$

где $V = \hbar^2 k_v^2/2m$ — реальная часть потенциала; $W = \hbar^2 k_w^2/2m$ — мнимая часть потенциала, \hbar — постоянная Планка, m — масса нейтрона.

Реальная часть потенциала описывает зеркальное отражение и соответствующее ему преломление нейтронов в среде, мнимая часть убыль нейтронов из канала зеркального отражения за счет поглощения и рассеяния нейтронов в среде.

В стандартной рефлектометрии нейтронов измерения проводятся, когда перпендикулярная относительно границ раздела компонента волнового вектора k превышает критическое значение k_v , определяемое реальной частью потенциала взаимодействия.

При отражении нейтронов от безграничной среды плотность нейтронов в среде определяется экспоненциальным законом $n = n_0 \exp{(-2k_I z)},$ где k_I — мнимая часть волнового вектора в среде $k_m = (k^2 - (k_v^2 - k_v^2 -$ $(-ik_{au}^2)^{1/2}$, k — перпендикулярная границе раздела компонента волнового вектора нейтрона в вакууме. Данный режим распространения нейтронов в среде в одном направлении может быть назван режимом бегущей волны. На практике режим бегущей волны реализуется в толстых поглощающих слоях, когда отражением нейтронов от последующей части структуры можно пренебречь. На рис. 2 для примера приведены зависимости коэффициента отражения нейтронов от среды, характеризующейся различным соотношением мнимой W и реальной V частей потенциала. Видно, что в режиме бегущей волны зависимости от волнового вектора являются гладкими. Если при W < V зависимость характеризуется двумя участками — областью подбарьерного отражения при $k < k_v$ (областью квазиполного, далее — полного отражения) и областью надбарьерного отражения при $k > k_v$, то при $W \ge V$ такого разделения на участки волнового вектора нет.

На рис. 3 приведен второй пример зависимости коэффициента отражения нейтронов для магнитной среды, когда потенциал взаимодействия имеет вид

$$U(z) = V + \mu \mathbf{B} - iW, \qquad (2)$$

где μ — магнитный момент нейтрона; В — вектор индукции магнитного поля в среде.



Рис. 2. Зависимость коэффициента отражения нейтронов R от перпендикулярной компоненты волнового вектора в вакууме k: для кривых 1-4 реальная часть потенциала взаимодействия нейтрона с веществом равна потенциалу меди, мнимая часть равна 0, 10^{-3} , 10^{-2} , 10^{-1} от реальной части соответственно; для кривых 5-7 реальная часть равна 0, мнимая часть равна 1, 10, 100 по отношению к реальной части потенциала меди соответственно



Рис. 3. Зависимость коэффициента отражения нейтронов R от перпендикулярной компоненты волнового вектора в вакууме k_0 (Å⁻¹) для нейтронов в «+» (кривые 1 и 3) и «-» спиновых состояниях (кривые 2 и 4) при потенциале взаимодействия нейтрона с веществом, равном сумме ядерного потенциала меди и магнитного потенциала. Доля магнитного потенциала по отношению к ядерному составляет 0,25 (кривые 1 и 2) и 0,5 (кривые 3 и 4)



Рис. 4. Коэффициент отражения нейтронов от среды R для спиновых переходов нейтронов «++» (1), «-» (2), «+-» и «-+» (3) в зависимости от перпендикулярной компоненты волнового вектора в вакууме k (Å⁻¹) при ядерном потенциале взаимодействия нейтрона с веществом, равном потенциалу меди, и магнитном потенциале, составляющем 0,5 от ядерного. Вектор магнитной индукции среды направлен под углом 45° к оси поляризации падающих нейтронов: кривая 1 — спиновый переход нейтронов «++», кривая 2 — переход «-», кривая 3 — переходы «+-» и «-+»

Зависимости на рис. З соответствуют случаю, когда ось квантования, на которую проецируется магнитный момент нейтрона, параллельна вектору индукции. В этом случае отражение нейтронов различно для положительной «+» и отрицательной «-» проекций магнитного момента нейтрона.

На рис. 4 показан магнитно-неколлинеарный случай, когда вектор магнитной индукции в среде не параллелен оси поляризации нейтронов. Видно, что коэффициенты отражения для переходов «+-» и «-+» имеют максимумы, когда плотность нейтронов как в начальном «+» и «-», так и в конечном «-» и «+» спиновых состояниях максимальна при k = 0,011 и 0,0065 Å⁻¹.

1.2. Рефлектометрия в режиме нейтронных стоячих волн. В вакууме перед границей раздела вакуум-среда и в слоях структуры распространяются падающая и отраженные волны. В результате интерференции волн образуется стоячая волна с пространственным периодом π/k . Плотность нейтронов (амплитуда стоячей волны) в режиме стоячей волны имеет периодическую пространственную зависимость [14]

$$n_{\rm st}(z,k) = n_0[(1-|r_r|)^2 + 4|r_r|\cos^2(kz + \varphi_r/2)],\tag{3}$$



Рис. 5. Зависимость коэффициента отражения нейтронов от структуры 6 LiF(20 нм)/Ti(200 нм)/Cu(100 нм)/стекло, в которой реализуется режим HCB

где $|r_r|$ и φ_r — амплитуда и фаза амплитуды отражения нейтронов от среды r_r ; z — координата, отсчитываемая от границы раздела в обратном направлении от падения нейтрона. При $|r_r| = 1$ плотность меняется от 0 до $4n_0$. Максимум плотности нейтронов реализуется при условии

$$kz + \varphi_r/2 = m_{\rm st}\pi,\tag{4}$$

где $m_{
m st} = 0, 1, 2, \dots$

На рис. 5 показана экспериментально определенная зависимость коэффициента отражения от структуры ⁶LiF(20 нм)/Ti(200 нм)/Cu(100 нм)/ стекло, в которой реализован режим HCB [6]. Данные структуры и последующие приведенные были изготовлены методом магнетронного напыления. Поглощение нейтронов ядрами ⁶Li приводит к образованию пяти ярко выраженных минимумов (отмечены цифрами 2–6) в интервале длины волны 1,7–7,0 Å, соответствующих порядкам поглощения нейтронов n = 2-6. В данном интервале длины волны реализуется полное отражение нейтронов от отражателя Cu(100 нм) ($|r_r| = 1$). В области вне полного отражения при $\lambda < 1,7$ Å амплитуда отражения от слоя Cu(100 нм) $|r_r| < 1$, в результате чего минимумы порядков поглощения n = 7-11 не такие глубокие.

1.3. Рефлектометрия в режиме усиленных нейтронных стоячих волн. В слоистой структуре из-за отражения нейтронов на границах раздела присутствует бесконечное множество нейтронных волн, распространяющихся в противоположных направлениях. В результате в слоях структуры устанавливается так называемый режим усиленных нейтронных стоячих волн. Рассмотрим базовую структуру, состоящую из трех слоев (отсчет слоев со стороны падения нейтронов). Для плотности нейтронов в среднем (втором) слое имеем

$$N = |T_1 t_2 / (1 - r_2 R_1)|^2 |\exp\left(ik_2 (d_2 - z)\right)^2 \times \\ \times |1 + r_r \exp\left(2ik_2 z\right)|^2 / |1 - r_l r_r \exp\left(2ik_2 d_2\right)|^2, \quad (5)$$

где $|1 + r_r \exp(2ik_2z)|^2$ — плотность стоячей волны в среднем слое; $t_2 = 1 + r_2, r_l = -r_2 + (1 - r_2)^2 R_1 / (1 - r_2 R_1); r_r = -r_2 + (1 - r_2)^2 R_3 / (1 - r_2 R_3); R_1$ и R_3 — амплитуды отражения от слоя 1 и слоя 3; T_1 — амплитуда пропускания нейтронов через слой 1; r_2 — амплитуда отражения от границы вакуум – слой 2.

В выражении (5) множитель $|1 + r_r \exp(2ik_2z)|^2$ есть плотность стоячей волны. Множитель $1/|1 - r_l r_r \exp(2ik_2d_2)|^2$ определяет резонансный характер плотности, максимум этого множителя реализуется при условии

$$k_2 d_2 + (\varphi_1 + \varphi_3)/2 = m_{\rm res} \pi,$$
 (6)

где $m_{\rm res} = 0, 1, 2, \dots$

Для эффективного использования резонансного режима стоячих волн нужно следовать условиям, при которых одновременно реализуются и резонанс, и максимум амплитуды стоячей волны. Для этого подставим kиз соотношения (6) в соотношение (4) и получим для пространственной позиции максимума стоячей волны в резонансе

$$z = d_2 (m_{\rm st} \pi - \varphi_r/2) / (m_{\rm res} \pi - \varphi_l/2 - \varphi_r/2).$$
 (7a)

Для реализации (7а) необходимо выполнить условие $z < d_2$. В случае полубесконечных областей 1 и 3 (толщины областей $d_1, d_3 > 100$ нм) для фазы амплитуда отражения задается соотношением

$$\varphi = -\operatorname{arctg}\left(2k(k_v^2 - k^2)^{1/2} / (2k^2 - k_v^2)\right).$$
(76)

При $k_v/2^{1/2} < k < k_v$ фаза $\varphi < 0$. В этом случае z < d при $m_{\rm res} \ge m_{\rm st}$. При $k < k_v/2^{1/2}$ фаза $\varphi > 0$, и для определения z по (7) должно выполняться $m_{\rm res} > m_{\rm st}$.

При $r_2 \approx 0$, $|R1| = |R_3|$, отсутствии или малом поглощении в слоях и выполнении резонансного условия (6) соотношение (5) трансформируется:

$$\eta = \eta_{\rm st} \eta_{\rm res} = |1 + R_1 \exp\left(2ik_2 z\right)|^2 (1 + |R_1|) / (1 - |R_1|), \tag{7b}$$

где $\eta_{\rm st} = |1 + R_1 \exp{(2ik_2 z)}|^2$, $\eta_{\rm res} = (1 - |R_1|)/(1 + |R_1|)$. Оценки показывают, что для структуры из слабопоглощающих элементов, а именно среднем слое из висмута и слоях 1 и 3 из бериллия, фактор резонансного усиления достигает $\eta_{\rm res} = 4 \cdot 10^4$.

На рис. 6 приведена экспериментально полученная зависимость коэффициента отражения $R(\lambda/\theta = 2\pi/k)$ нейтронов от структуры Cu(30 нм)/ Ti(150 нм)/Cu(100 нм)/стекло [14], в которой плотность нейтронов в



Рис. 6. Зависимость $R(\lambda/\theta=2\pi/k)$ для структуры Cu(30 нм)/Ti(150 нм)/ Cu(100 нм)/стекло

слое Ti(150 нм) по сравнению с плотностью в падающем пучке возрастает в минимумах коэффициента отражения в 230 раз.

Минимумы при $\lambda/\theta = 0.9, 1,55$ и 3,4 Å/мрад связаны с поглощением нейтронов в слое титана при резонансных значениях волнового вектора. Сама амплитуда стоячей волны ограничена поглощением нейтронов. В случае магнитной структуры усиление интенсивности отражения с переворотом спина при небольших значениях магнитной индукции квадратично по отношению к усилению интенсивности нейтронов без переворота спина и может достигать 10^9 [15, 16]. Амплитуда стоячей волны ограничивается дисперсией волнового вектора нейтронов в пучке (когерентным объемом пучка). При обычном разрешении спектрометра $\delta k/k \approx 10^{-2}-10^{-3}$ увеличение плотности нейтронов находится в пределах 100–1000. Для магнитной структуры минимально измеренное значение магнитной индукции в слое толщиной 1 нм, при котором возникает отражение нейтронов с переворотом спина на уровне 10^{-3} , составляет порядка 10 Гс.

1.4. Рефлектометрия нейтронов с регистрацией вторичного излучения. В слоистой структуре потенциал взаимодействия на границе раздела определяется зависящим от координат соотношением потенциалов сред. На рис. 7 для примера приведены пространственные профили элементов для слоистой структуры Cu(10 нм)/V(65 нм)/Gd(5 нм)/ V(5 нм)/Cu(100 нм)/стекло, полученные с помощью вторичной нейтральной масс-спектрометрии. Присутствие кислорода и углерода на поверх-



Рис. 7 (цветной в электронной версии). Концентрация элементов в структуре Cu(10 нм)/V(65 нм/Gd(5 нм)/V(5 нм)/Cu(100 нм)/стекло

ности структуры обусловлено окислением и осаждением углерода из атмосферы. Наличие кремния связано с химическим составом стеклянной подложки SiO₂. Видно, что на границах раздела в диапазонах z = 0-15и 65–90 нм существует смесь элементов. Как уже отмечалось ранее, на границе раздела параметры порядка контактирующих сред проникают друг в друга. При этом зачастую неясно, с каким изотопом связано то или иное изменение регистрируемого параметра. Например, на границе ферромагнетика со сверхпроводником изменение индукции магнитного поля может быть связано с изменением свойств как ферромагнетика, так и сверхпроводника. В связи с этим задача состоит в определении пространственных зависимостей распределений плотности изотопов. Для идентификации типа изотопов необходимо регистрировать характерные для изотопов излучения, возникающие после захвата нейтронов ядрами изотопов.

Тип излучения и его энергия являются признаками, которые идентифицируют изотопы элементов. Вторичным излучением являются заряженные частицы, гамма-кванты, осколки деления ядер, рассеянные или испытавшие переворот спина нейтроны. При более широкой трактовке к вторичному излучению следует отнести нейтроны, некогерентно рассеянные на ядрах атомов, неупруго рассеянные атомами и средой нейтроны, а также диффузно-рассеянные нейтроны на границах раздела и неоднородностях в слоях структуры. Признаками вторичного излучения в виде упругорассеянных нейтронов является угловое распределение, а неупругорассеянных нейтронов еще и переданная энергия. К особому вторичному излучению относятся нейтроны, испытавшие когерентный переворот спина в неколлинеарной магнитной структуре. В этом случае при распространении спинора-нейтрона происходит «поглощение» нейтронов в начальном спиновом состоянии и соответствующее появление нейтронов, испытавших изменение проекции спина. Для определения пространственной позиции (пространственного распределения) изотопа используется режим НСВ.

На рис. 8 показаны зависимости от длины волны нейтронов коэффициента отражения нейтронов R и интенсивности альфа-частиц I, возникших в результате захвата нейтронов ядрами изотопа ⁶Li. Видна корреляция для вероятностей поглощения нейтронов и образования заряженных частиц, связанная с тем, что их рождение обусловлено поглощением нейтронов в ядрах лития. Если зависимость интенсивности заряженных частиц обусловлена одним каналом поглощения нейтронов, то зависимость коэффициента отражения описывает все каналы утечки нейтронов из зеркального отражения. Для нейтронов выполняется соотношение баланса потоков

$$R + T + \Sigma_i S_i + \Sigma_j M_j = 1, \tag{8}$$

где T — коэффициент пропускания нейтронов через структуру; S_i — коэффициент i-типа рассеяния нейтронов; M_j — коэффициент j-типа поглощения нейтронов.

На рис. 9 приведены зависимости спиновых коэффициентов отражения поляризованных нейтронов от магнитной структуры Cu(10 нм)/ Ti(50 нм)/Fe(12 нм)/Ti(150 нм)/Cu(100 нм)/стекло (5 мм). Для коэффи-



Рис. 8. Зависимость коэффициента отражения нейтронов $R(\lambda)$ (*a*) и интенсивности альфа-частиц и тритонов $I(\lambda)$ (*б*) для структуры ⁶LiF(20 нм)/ Ti(200 нм)/ Cu(100 нм)/стекло от длины волны нейтронов. Номера 2–10 обозначают порядки резонансных значений волнового вектора



Рис. 9. Длинноволновая зависимость коэффициента отражения нейтронов от структуры Cu(10 нм)/Ti(50 нм)/Fe(12 нм)/Ti(150 нм)/Cu(100 нм)/стекло (5 мм) при направленном под углом $\beta = 0, 10, 25$ и 806° к плоскости образца магнитном поле напряженностью 4,5 кЭ: а) R^{++} ; б) R^{+-} ; в) R^{-+} . Различные значения β обозначены определенными символами

циента отражения без переворота спина R^{++} наблюдаются минимумы, а для коэффициентов с переворотом спина R^{+-} и R^{-+} , соответственно, максимумы при резонансных значениях длины волны нейтронов, обусловленные увеличением вероятности переворота спина нейтронов при прохождении слоя железа. Для R^{++} и R^{+-} наблюдается корреляция, обусловленная «поглощением» состояния «+» для R^{++} и соответствующим ростом состояния «-» для R^{+-} . Нейтроны в состоянии «+» здесь являются первичным излучением, нейтроны в состоянии «-» — вторичным излучением. В случае поляризованных нейтронов выполняется следующее условие баланса потоков:

$$\sum_{f} R^{if} + T^{if} + M^{i} = 1,$$
(9)

где *i* и f — индексы начального и конечного спиновых состояний нейтрона на направление внешнего магнитного поля. Суммирование происходит по конечному состоянию $f \equiv «+»$ и «-». В (9) предполагается, что других, кроме магнитного, каналов рассеяния и поглощения нейтронов нет.

Проведем сравнение с существующими различными методами определения пространственного распределения элементов. Это фотоэлектронная и электронная оже-спектроскопия [17–19], масс-спектроскопия [20, 21], обратное резерфордовское рассеяние [22, 23], метод ядерных реакций [24] и нейтронное профилирование по глубине [25, 26]. Каждый метод имеет свои особенности. В табл. 1 сравниваются основные характеристики различных методов. Обратное резерфордовское рассеяние, метод ядерных реакций и нейтронное профилирование по глубине имеют разрешение порядка 10–20 нм [22–26]. Масс-спектроскопия, фотоэлектронная и электронная оже-спектроскопия имеют лучшее разрешение, но являются деструктивными методами, при этом данные методы исследуют только поверхностный слой толщиной 1–2 нм [17–21]. Разрабатываемый в проекте метод обладает совокупностью лучших качеств, а именно при разрешении, которое может быть доведено до долей ангстрема, глубина зондирования может достигать 10^5 Å.

Метод	Регистрируемые частицы	Доступные элементы	Доступная для анализа глубина зон- дирования, Å	Простран- ственное разреше- ние метода, Å
Фотоэлектронная и электронная оже- спектроскопия	Электроны	Li–U	10	10^{-1}
Масс-спектроскопия	Ионы	H–U	10	10^{-5}
Обратное резерфор- довское рассеяние	H ⁺ , He ⁺	Be-U	100	10
Метод ядерных ре- акций	p, α, t	H–U	$100 - 10^4$	10
Нейтронное профи- лирование по глу- бине	p, α, t	³ He, ⁶ Li, ¹⁰ B, ¹⁴ N, ²² Na и пр.	10 ⁵	10
Рефлектометрия по- ляризованных нейт- ронов с регистраци- ей вторичных излу- чений	Нейтроны, заря- женные части- цы, гамма- кван- ты, нейтроны с переворотом спина	Все изото- пы и маг- нитные эле- менты	1-10 ⁵	10 ⁻⁴ -10

Таблица 1. Основные характеристики методов исследования поверхностного слоя вещества

1.5. Парциальный коэффициент поглощения нейтронов. При регистрации вторичного излучения определяют парциальный коэффициент поглощения нейтронов изотопом *M*. Рассмотрим вопрос о его экспериментальном определении. Для регистрируемого потока вторичного излучения имеем

$$J = J_0 M \mu_d \Omega_d / 4\pi, \tag{10}$$

где J_0 — падающий на образец поток нейтронов; Ω_d — телесный угол видимости детектора; μ_d — эффективность регистрации вторичного излучения. Парциальный по типу изотопа и спиновому состоянию нейтрона коэффициент поглощения нейтронов $M_g^i(k_z, E_m)$ есть отношение поглощенного в ядрах типа «g» потока нейтронов $J_g^i(\mathbf{E}_m)$ в спиновом состоянии «i», соответствующего излучению типа «m» с энергией E, к падающему потоку нейтронов J_0 :

$$M_g^i(k_z, E_m) = \frac{J_g^i(k_z, E_m)}{J_0(k_z)} = \int [J^{i+}(k_z, z) + J^{i-}(k_z, z)] N_g(z) \,\sigma_g(k_z, E_m) dz / J_0(k_z), \quad (11)$$

где $k_z = k \sin \theta$, θ — угол скольжения нейтронов.

В выражение (11) входит плотность отдельного изотопа $N_g(z)$ и определяемые всей магнитной структурой результирующие потоки нейтронов $J^{i+}(k_z, z)$ и $J^{i-}(k_z, z)$. Далее будет полезно представить $M^i_g(k_z, E_m)$ через мнимую часть потенциала взаимодействия W_{gm} и плотность вероятности нейтронов $n(z, k_z)$ (далее — плотность нейтронов)

$$M_{g}^{i}(k_{z}, E_{m}) = \left(\frac{2m}{\hbar^{2}}\right) \int W_{gm}(n^{ii} + n^{if}) \frac{k_{z}}{n_{0}k_{0z}} dz$$
(12)

и через волновые функции нейтрона

$$M_g^i(k_z, E_m) = \int \left(|y^{ii}|^2 + |y^{if}|^2 \right) \left(\frac{k_w^2(E_m)}{k_{0z}} \right) dz, \tag{13}$$

где $y^{if}(z, k_{0z}) = \psi^f(z, k_{0z})/\psi^i_0(k_{0z}), k_w^2 = N_g(z)\sigma_{gm}(k_z, E_m)k_z.$

Как следует из (13), $M_g^{+(-)}(k_z, E_m)$ определяется коэффициентом изменения плотности нейтронов в исходном спиновом состоянии $|y^{ii}|^2$ и коэффициентом образования плотности нейтронов во втором по отношению к исходному спиновому состоянию $|y^{if}|^2$. Значения $|y^{if}|^2$ определяются режимом нейтронного волнового поля. В режиме стоячих волн $|y^{ii}|^2$ находится в пределах от нуля до четырех, а в режиме усиленных стоячих волн $|y^{ii}|^2$ может для реальных структур достигать 10^4 , в то время как $|y^{if}|^2$ из-за увеличения плотности нейтронов с переворотом спина в третьей степени по отношению к плотности нейтронов без переворота спина может достигать 10^{12} [27].

Запишем полную систему уравнений, характерную для границы раздела двух сред: 1 и 2. Коэффициенты отражения $R^{ij}(k_z)$ и пропускания $T^{ij}(k_z)$ есть функции волнового вектора k_z и потенциала взаимодействия U(z):

$$R^{ij}(k_z) = H(k_z, U(z)),$$
 (14a)

$$T^{ij}(k_z) = G(k_z, U(z)).$$
(146)

Коэффициенты поглощения нейтронов в спиновом состоянии i изотопами g_1 и g_2 с испусканиями ими излучений m и s есть

$$Mg_1^i(k_z, E_m) = \int v(n^{ii} + n^{if}) \,\sigma_{1m}(k_z, E_m) N_1(z) \,dz/(v_0 n_0^i), \qquad (14B)$$

$$Mg_2^i(k_z, E_s) = \int v(n^{ii} + n^{if}) \,\sigma_{2s}(k_z, E_s) N_2(z) \,dz/(v_0 n_0^i). \tag{14r}$$

Оператор реальной части потенциала взаимодействия V(z) есть сумма ядерных потенциалов изотопов $\alpha(N_1(z) + N_2(z))$ и магнитного потенциала μ **В**: $V(z) - \alpha(b, N_1(z) + b_2N_2(z)) + \mu(\sigma \mathbf{B})$ (14 π)

$$V(z) = \alpha(b_1 N_1(z) + b_2 N_2(z)) + \mu(\boldsymbol{\sigma} \mathbf{B}),$$
(14g)

где $\alpha = 2\pi \hbar^2/m.$

Мнимая часть потенциала взаимодействия определяется ядерным поглощением нейтронов и сечениями упругого $\sigma_{1\rm el}$ и $\sigma_{2\rm el}$ и неупругого $\sigma_{1\rm nel}$ и $\sigma_{2\rm nel}$ рассеяния нейтронов

$$W(z) = \beta \Big[N_1(z) (\Sigma_m \Sigma_{Em} \sigma_{1m}(E_m) + \sigma_{1el} + \sigma_{1nel}) + N_2(z) (\Sigma_s \Sigma_{Es} \sigma_{2s}(E_s) + \sigma_{2el} + \sigma_{2nel}) \Big], \quad (14e)$$

где $\beta = \hbar v/2$.

Как видно, плотности изотопов $N_1(z)$ и $N_2(z)$ входят в выражения для коэффициентов отражения и пропускания в виде суммы с некоторыми коэффициентами через реальный и мнимый компоненты потенциала взаимодействия. В коэффициенты же поглощения нейтронов плотности $N_1(z)$ и $N_2(z)$ входят раздельно. Совместное измерение $R^{ij}(k_z)$, $T^{ij}(k_z)$ и $Mg_1^i(k_z, E_m)$, $Mg_2^i(k_z, E_s)$ позволяет определять обе зависимости: $N_1(z)$ и $N_2(z)$.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННЫХ РАСПРЕДЕЛЕНИЙ ПЛОТНОСТИ ИЗОТОПОВ

В рассматриваемом методе, с одной стороны, используется нейтронное волновое поле, при этом в слоистой структуре формируется периодическое распределение потока нейтронов. С другой стороны, для изотопной идентификации используется взаимодействие нейтронов и ядер и регистрируется вторичное излучение в виде испытавших переворот спина и рассеянных нейтронов, заряженных частиц и гамма-излучения. Перейдем к описанию метода и определим значения основных параметров для различных каналов регистрации вторичного излучения.

2.1. Модельные расчеты. На рис. 10 приведена модель структуры, которая использовалась для расчетов. Бислой, состоящий из двух слоев — 1 (layer 1) и 2 (Layer 2), расположен на расстоянии *L* от отражателя нейтронов (Reflector). Показаны два типа потенциалов. В первом случае потенциалы слоев имеют форму прямоугольников, примыкающих вплотную друг к другу. Во втором случае потенциалы имеют форму треугольников, которые перекрываются на толщине бислоя. В результате толщина границы раздела меняется, соответственно, от нулевого значения до максимального, равного толщине бислоя. При этом интегральные по толщине бислоя значения для обоих типов потенциалов равны.



Рис. 10. Пространственная зависимость потенциала взаимодействия нейтронов с бислоем в режиме стоячих волн. Сплошными линиями показаны контуры первого слоя при прямоугольном и треугольном потенциалах, штриховыми линиями — контуры второго слоя

На рис. 11 приведены длинноволновые зависимости коэффициентов поглощения $M(k_z)$ в двух отдельных слоях по 25 нм бислоя толщиной 50 нм с потенциалами прямоугольной и треугольной формы в случае отражателя из меди и расстояния от отражателя до бислоя L = 20 нм. Видно, что зависимости коэффициента поглощения в двух слоях существенно различаются, что отражает их пространственное положение в бислое. Различие зависимостей, соответствующих разного типа потенциалам, возрастает при увеличении k_z , когда период стоячей волны $T = \pi/k_z$ уменьшается, а пространственное разрешение увеличивается (пространственный профиль потенциала измеряется с меньшим шагом Δz , вызывающим фиксированное изменение коэффициента поглощения).

На рис. 12 приведены аналогичные рис. 11 зависимости, но для суперзеркального отражателя, в котором критическое значение реальной компоненты волнового вектора k_v в 10 раз превышает значение для медного отражателя. Очевидно, что из-за уменьшения максимального значения периода стоячих волн пространственное разрешение в 10 раз выше. В этом случае существенные изменения зависимостей наблюдаются для более тонкого бислоя толщиной 5 нм.

Рассмотрим теперь случай магнитно-неколлинеарной структуры и поляризованных нейтронов.



Рис. 11. Длинноволновая зависимость коэффициента поглощения нейтронов $M(k_z)$ в первом (1, 3) и втором (2, 4) со стороны отражателя слоях в бислое толщиной 50 нм с прямоугольными (1, 2) и треугольными (3, 4) формами потенциалов слоев. Отражатель с критическим значением волнового вектора $k_v = 0,009$ Å⁻¹



Рис. 12. Длинноволновая зависимость коэффициента поглощения нейтронов $M(k_z)$ в первом (1, 3) и втором (2, 4) со стороны отражателя слоях в структуре с прямоугольными (1, 2) и треугольными (3, 4) потенциалами слоев. Отражатель с критическим значением волнового вектора $k_v = 0.09$ Å⁻¹, толщина бислоя 5 нм

На рис. 13 приведены зависимости от волнового вектора нейтрона коэффициента отражения нейтронов M с переворотом спина (верхние кривые 1, 2 и 3) и коэффициента поглощения нейтронов $R_{\rm sf}$ (нижние кривые 4, 5 и 6). Видно, что максимумы верхних и нижних зависимостей совпадают для одних и тех же значений L. Это указывает на то, что зависимость $R_{\rm sf}(k_z)$, определяемая магнитной частью реального потенциала, так же как и зависимость $M(k_z)$, определяемая мнимым и реальным потенциалами, может быть использована для определения пространственного распределения магнитного потенциала.

В случае коллинеарной магнитной структуры (рис. 14) зависимость $M(k_z)$ определяется спиновым состоянием нейтронов. Очевидно, что в этом случае разность k(P = -1) - k(P = +1) определяется индукцией магнитного поля в слое.

Перейдем теперь к рассмотрению зависимостей от волнового вектора нейтрона коэффициента поглощения для периодической структуры. В этом случае HCB образуется самой периодической структурой как внутри нее, так и перед ней. Пространственный период стоячей волны равен периоду периодической структуры.

На рис. 15 показаны использованные в расчетах формы потенциалов в бислое периодической структуры. Прямоугольный потенциал 1 имеет в слоях бислоя фиксированные величины U1 и U2. Треугольный потенциал 2 имеет максимум в середине одного слоя и становится равным нулю к середине второго слоя.



Рис. 13. Волновой вектор нейтрона в зависимости от коэффициента поглощения нейтронов M (верхние зависимости 1-3) и коэффициента отражения нейтронов с переворотом спина $R_{\rm sf}$ (нижние зависимости 4-6) для слоя толщиной 20 нм, расположенного на расстоянии L = 0 ($1 \ {\rm u} \ 4$), 15 ($2 \ {\rm u} \ 5$) и 30 нм ($3 \ {\rm u} \ 6$) от отражателя с $k_v = 0,009 \ {\rm \AA^{-1}}$, при векторе намагниченности 1 кГс, направленном перпендикулярно оси поляризации



Рис. 14. Зависимость от волнового вектора нейтрона коэффициента поглощения нейтронов M^+ (1) с начальной поляризацией «+», M^- (2) с начальной поляризацией «-» для слоя толщиной 20 нм, характеризуемого намагниченностью 10 кЭ и значениями $k_v = 0,0053$ Å⁻¹, $k_w = 0,00053$ Å⁻¹, а также коэффициента M(J = 0) (3) для слоя без намагниченности, расположенного на расстоянии L = 25 нм от отражателя, с $k_v = 0,009$ Å⁻¹



Рис. 15. Форма потенциалов в бислое периодической структуры: *1* — прямоугольная; *2* — треугольная

Для численных расчетов использованы следующие потенциалы. Прямоугольный потенциал: для первого слоя $U1 = 0,001^2(1 - i \cdot 0,01)$ Å⁻², для второго — $U2 = 0,009^2(1 - i \cdot 0,001)$ Å⁻². Потенциал треугольной формы: для первого слоя $U1 = U1_{\max}(1 - 2z/d)$, где $U_{\max} = 1,33 \times 0,001^2(1 - i \cdot 0,01)$ Å⁻², для второго слоя $U2 = U2_{\max}(1 - 2z/d)$, где $U2_{\max} = 1,33 \cdot 0,009^2(1 - i \cdot 0,001)$ Å⁻², d — толщина слоя, координата z отсчитывается от центра слоя.

На рис. 16 приведены коэффициенты поглощения M (1-4) и отражения R (5, 6) нейтронов для структуры 50(U2(5 нм)/U1(5 нм))/U3 в зависимости от нормальной к слоям компоненты волнового вектора



Рис. 16. Коэффициент поглощения нейтронов в первом (1,3) и втором (2,4) слое бислоя структуры 50(U2(5 нм)/U1(5 нм))/U3 с потенциалами слоев прямоугольной формы $U1(z) = 0,001^2(1 - i \cdot 0,01) \text{ Å}^{-2}$, $U2(z) = 0,009^2(1 - i \cdot 0,001) \text{ Å}^{-2}$ (1,2) и с потенциалами слоев треугольной формы $U1 = U1_{\max}(1 - 2z/d)$, $U2 = U2_{\max}(1 - 2z/d)$, отсчет координаты z от центра слоя, $U1_{\max} = 10 \cdot 0,001^2(1 - i \cdot 0,01)10/7,5 \text{ Å}^{-2}$, $U2_{\max} = 0,009^2(1 - i \cdot 0,001)10/7,5 \text{ Å}^{-2}$ (3,4), d = 5 нм — толщина первого и второго слоев, U3 = V3 - iW3, $V3 = (10^{-4})^2 \text{ Å}^{-2}$, $W3 = 10^{-4} \cdot V3 \text{ Å}^{-2}$. Коэффициент отражения приведен для прямоугольного (5) и треугольного (6) потенциалов

нейтронов k_z . Коэффициенты поглощения приведены для первого (1, 3) и второго (2, 4) слоев бислоя в случаях прямоугольного (1, 2) и треугольного (3, 4) потенциалов. Коэффициент отражения показан для прямоугольного (5) и треугольного (6) потенциалов.

Видно, что форма потенциала определяет характерный диапазон изменения волнового вектора. Действительно, все зависимости для треугольного потенциала сдвинуты в сторону больших значений волнового вектора по отношению к зависимостям для прямоугольного потенциала.

На рис. 17 приведены зависимости от волнового вектора нейтрона коэффициента поглощения в магнитной структуре для поляризации нейтронов «+» и «-». При поляризации «+» потенциал во втором слое, являющийся суммой ядерного и магнитного потенциалов, превышает ядерный потенциал в первом слое. При поляризации нейтронов «-» потенциал второго слоя равен нулю, а потенциал в первом слое остается равным ядерному. Как видно из рис. 17, зависимости для поляризаций «+» и «-» оказываются симметричными относительно максимума при $k_z = 0,0326$ Å⁻¹ в зависимостях коэффициента поглощения для первого слоя от волнового вектора нейтрона.



Рис. 17. Коэффициент поглощения в первом (1, 3) и втором (2, 4) слоях при прямоугольном ядерном потенциале $U1 = U2 = (0,009)^2(1 - i \cdot 0,001) \text{ Å}^{-2}$ и намагниченности 28,3 кГс во втором слое бислоя для положительной (1, 2) и отрицательной (3, 4) поляризаций нейтронов

2.2. Регистрация вторичного излучения на спектрометре РЕМУР. Регистрация вторичного излучения при скользящем падении нейтронов на слоистую структуру осуществлена на спектрометре РЕМУР [12], расположенном на канале №8 импульсного реактора ИБР-2 (Дубна). Реактор ИБР-2 работает с частотой повторения импульсов мощности 5 Гц, длительность импульса нейтронов из водного замедлителя составляет 340 мкс. Место установки исследуемой структуры на РЕМУР находится на расстоянии 29 м от замедлителя нейтронов ИБР-2. Позиционно-чувствительный детектор нейтронов расположен на расстоянии 4,9 м от места установки образца. Среднеквадратичное отклонение длины волны регистрируемых детектором нейтронов, отстоящим от замедлителя нейтронов на расстоянии 34 м, составляет 0,02 Å. На спектрометре разработаны и протестированы три канала регистрации вторичного излучения: канал регистрации испытавших поляризованных переворот спина нейтронов, канал регистрации заряженных частиц и канал регистрации гамма-излучения.

2.2.1. Канал регистрации поляризованных нейтронов. На рис. 18 приведена функциональная схема канала регистрации поляризованных нейтронов. Канал включает в себя поляризатор Р, входной SF-1 и выходной SF-2 спин-флипперы нейтронов, анализатор поляризации AP и детектор нейтронов D. Между спин-флипперами располагается исследуемая структура S. Поляризатор состоит из суперзеркальной структуры, нанесенной на стеклянную подложку. Подложка выполнена из полированного куска стекла размером 10 × 80 × 2,8 см. Суперзеркальное покры



Рис. 18. Функциональная схема канала регистрации поляризованных нейтронов

тие изготовлено в Институте им. Лауэ-Ланжевена (Гренобль, Франция), характеризуется критическим углом отражения нейтронов 3,5 мрад/Å (тип суперзеркала m2).

На рис. 19 видна поляризационная способность поляризатора $P_p(\lambda)$ (кривая 1). $P_p(\lambda)$ превышает значение 0,9 в диапазоне длины волны нейтронов 1,3–3,25 Å.

Анализатор поляризации нейтронов рефлектометра РЕМУР (рис. 20) выполнен в «веерной» геометрии [27] и изготовлен в Петербургском институте ядерной физики им. Б. П. Константинова (ПИЯФ, Гатчина). Он представляет собой стопку из 125 суперзеркал, помещенных в поле постоянного магнита, имеет приемное для нейтронов окно сечением 18 × 20 см. Суперзеркала представляют собой стеклянную подложку толщиной 0,5 мм, на которую напылено суперзеркальное покрытие, характеризующееся критическим волновым вектором нейтронов 3,5 × $\times 10^{-2}$ мрад/Å. Зеркала ориентированы так, чтобы обеспечить на них один и тот же угол скольжения пучка нейтронов, равный в данном



Рис. 19. Длинноволновые зависимости поляризационной эффективности поляризатора (1), анализатора поляризации нейтронов (2) и вероятности переворота поляризации входным (3) и выходным (4) спин-флипперами



Рис. 20. Суперзеркальный анализатор поляризации нейтронов рефлектометра РЕМУР

случае 3 мрад. Из рис. 19 видно, что $P_a(\lambda)$ (кривая 2) превышает значение 0,9 в диапазоне длины волны 1,15–4,5 Å.

В спектрометре используются изготовленные в ПИЯФ градиентные радиочастотные спин-флипперы [28, 29], работающие на частоте 75 кГц. Вероятность переворота поляризации нейтронного пучка $f_1 = f_2$ в диапазоне $\lambda > 1,15$ Å превышает 0,99 (см. рис. 19, кривые 3 и 4). Для регистрации нейтронов используется ³Не газонаполненный позиционно-чувствительный детектор нейтронов, имеющий площадь чувствительной области 20×20 см. Пространственное разрешение составляет 2,5 мм. Эффективность регистрации нейтронов детектором превышает 0,5 при $\lambda > 1$ Å.

Интенсивность пучка на образце определяется его расходимостью, которая устанавливается кадмиевой диафрагмой, расположенной на выходе поляризатора. Максимальный телесный угол видимости поляризатора с места установки образца составляет $\Omega_{\rm ps}=2,0\cdot10^{-5}$ ср. Интенсивность поляризованных нейтронов на образце при расходимости пучка в горизонтальной плоскости $2\Delta\theta=0,7$ мрад равна $2\cdot10^4$ см⁻²·с⁻¹.

Перейдем теперь к результатам тестирования канала поляризованных нейтронов. Были использованы структуры V(20 нм)/CoFe(4 нм)/ ⁶LiF(5 нм)/V(5 нм)/стекло(5 мм) (структура 1), V(20 нм)/CoFe(4 нм)/ ⁶LiF(5 нм)/V(15 нм)/стекло(5 мм) (структура 2), Cu(10 нм)/V(65 нм)/ CoFe(4 нм)/⁶LiF(5 нм)/V(5, 15 нм)/стекло(5 мм) (структура 3) и Cu(10 нм)/V(55 нм)/CoFe(4 нм)/⁶LiF(5 нм)/V(15 нм)/стекло(5 мм) (структура 4), содержащие магнитный слой CoFe(5 нм), который расположен на расстоянии 10 нм (структуры 1 и 3) и 20 нм (структуры 2 и 4) от подложки из стекла, выполняющей роль отражателя нейтронов.

На рис. 21 приведены зависимости интенсивности отражения нейтронов с переворотом спина в зависимости от $\beta = \lambda/\theta$ для структур 1 и 2. Оценим минимальное регистрируемое значение вероятности переворота спина нейтронов $R_{\text{мин}}$ и связанные с ним минимальные значения толщины магнитного слоя $h_{\text{мин}}$ и перпендикулярной оси проецирования поляризации нейтронов магнитной индукции в слое $B_{\perp,\text{мин}}$, а также



Рис. 21. Значения коэффициента отражения нейтронов от структур V(20 нм)/ CoFe(4 нм)/⁶LiF(5 нм)/V(5 нм)/стекло (1) и V(20 нм)/CoFe(4 нм)/⁶LiF(5 нм)/ V(15 нм)/стекло (2) в состоянии спин-флипперов (вкл.-выкл.) при угле скольжения 3,1 мрад

минимальное регистрируемое изменение расстояния магнитного слоя $\Delta z_{\text{мин}}$ от отражателя нейтронов. Данные параметры характеризуют чувствительность измерений и рассчитываются из равенства вызываемого ими изменения счета отраженных от структуры нейтронов ΔN статистической ошибке счета отраженных нейтронов $\delta N_{\text{st}} = (N)^{1/2}$. Имеем соотношение

$$I t = [(2I_b + I)t]^{1/2}, (15)$$

где $I = \Delta N/t = I_0 R_{\rm sf};$ $I_b = I_0 R_b$ — интенсивность фонового счета, $I_0 = J_0 S$, J_0 — плотность интенсивности нейтронов на образце, \tilde{S} — площадь перпендикулярного пучку нейтронов сечения образца. Используем экспериментальные значения параметров $I_0 = 3 \times$ $\times 10^3$ нейтронов/с, $\Sigma_k I_b = 100$ нейтронов/с при разрешении по волновому вектору $\delta k/k = 10^{-1}$, время измерения t = 1 сут. Получаем $R_{\text{мин}} = 4 \times 10^{-1}$ $imes 10^{-7}$. Если исследуемая магнитная структура помещена в пучность стоячих волн, то измеренное значение коэффициента отражения нейтронов от структуры составит $R_{\rm crp} = R_{\rm sf}/\dot{\eta}_{\rm cB}$, где максимальное значение увеличения плотности нейтронов $\eta_{\rm CB}$ равно 4. Для исследованных структур энергия нейтрона $E_{0\perp}$, связанная с движением перпендикулярно границам раздела в вакууме, меньше ядерного потенциала магнитного слоя $U_n = 135$ нэВ. В этом случае выполняется соотношение $R_{\rm crp} \approx 8(kh)^2 U_{B\perp}^2 / [U_B(U_n + U_B)]$, где $U_{B\perp}$ и U_B — потенциалы взаимодействия магнитного момента нейтрона с перпендикулярной компонентой индукции и индукцией соответственно, к — волновой вектор нейтрона в слое. При экспериментальных значениях параметров h = 4 нм, $k = 4 \cdot 10^{-3}$ Å⁻¹, $U_n = 135$ нэВ, $U_{B\perp} = 0.94U_B$ и $R_{crp} = 0.15$ получим $U_B = 12,3$ нэВ. Отсюда в слое FeCo имеем магнитную индукцию B = 2,05 кГс и минимальные значения $B_{\perp, \text{ мин}}(h = 4 \text{ нм}) = 1,5 \text{ Гс}$ и $h_{\text{мин}}(B = 2,05 \text{ кГс}) = 0,03 \text{ Å}$. Из данных рис. 21 имеем $\partial R/\partial z = 0,005 \text{ нм}^{-1}$ и $\Delta z_{\text{мин}}(h = 4 \text{ нм}) = (2R_b/I_0t)^{1/2}/(\partial R/\partial z) = 3 \cdot 10^{-2} \text{ Å}$.

Очевидно, что из-за повышенной плотности нейтронов на магнитнонеколлинеарном слое режим стоячих волн чувствительнее режима бегущих волн, а режим усиленных стоячих волн чувствительнее режима стоячих волн. В режиме стоячих волн имеем $B_{\perp,\text{мин},\text{ св}} = B_{\perp,\text{мин}}/\eta_{\text{св}}^{1/2}$ и $\Delta z_{\text{мин,св}} = \Delta z_{\text{мин}}/\eta_{\text{св}}$, а в режиме усиленных стоячих волн — $B_{\perp,\text{мин},\text{усв}} = B_{\perp,\text{мин}}/(\eta_{\text{св}}\eta_{\text{усв}})^{1/2}$ и $\Delta z_{\text{мин},\text{св}} = \Delta z_{\text{мин}}/(\eta_{\text{св}}\eta_{\text{усв}})$.

2.2.2. Канал регистрации заряженных частиц. Основным элементом канала является ионизационная камера, размещенная в гониометре узла образца. На рис. 22 приведена ее схема. Нейтронный пучок входит в нее через входное окно и попадает на исследуемую структуру, установленную на катоде. Отраженный и преломленный пучки нейтронов выходят из камеры через выходное окно и регистрируются позиционночувствительным детектором, расположенным на расстоянии 5 м от камеры. Интенсивность рассеяния нейтронов при прохождении окон камеры не превышает 0,5%. Для установки угла скольжения пучка нейтронов к плоскости исследуемой структуры ионизационную камеру ориентируют, поворачивая ее вокруг вертикальной оси в диапазоне 1–10 мрад с точностью 0,1 мрад.

Катод и анод ионизационной камеры толщиной 0,5 мм изготовлены из алюминия. На катоде закреплена рамка с пазами, куда вставляются сменные образцы. Сетка сделана из проволоки золоченого вольфрама толщиной 100 мкм, намотанной с шагом 2 мм на рамку из нержавеющей стали. Конструкция помещена в цилиндрический корпус из нержавеющей стали длиной 300 мм и диаметром 270 мм, снабженный высоковольтными и сигнальными вводами и вентилем для откачки и наполнения камеры газом, а также контрольным манометром. Пучок нейтронов проходит через тонкие алюминиевые окна толщиной 100 мкм



Рис. 22. Геометрия прохождения пучка нейтронов через ионизационную камеру

и диаметром 80 мм, установленные в торцах камеры. Расстояние между катодом и сеткой и между сеткой и коллектором составляет 50 и 20 мм соответственно. Чувствительный объем ионизационной камеры в плоскости образца занимает 210×110 мм и позволяет использовать образцы размером до 170×80 мм.

В данном исследовании использовались образцы размером 71 × × 71 мм, содержащие слой изотопа ⁶Li. В качестве рабочего газа применяли смесь Ar + 3% CO₂ при давлении 1,5 бар. При этом давлении траектории пробега тритонов с энергией 2,73 МэВ из реакции ⁶Li(n, α)³H находятся в чувствительном объеме ионизационной камеры. Непосредственно на ионизационной камере расположены зарядово-чувствительные предусилители ORTEC 142A, на которые сигналы регистрации заряженной частицы подаются с катода и анода камеры. Высоковольтный блок ORTEC 660 и быстрые усилители ORTEC 474 размещены в крейте NIM, находящемся на расстоянии 5 м от ионизационной камеры.

Интенсивности нейтронов и заряженных частиц регистрировали в зависимости от времени пролета нейтронами расстояния от замедлителя реактора до детектора t_n и ионизационной камеры t_c соответственно. Расстояние от замедлителя до детектора нейтронов составляло $L_n = 34$ м, а до ионизационной камеры — $L_c = 29$ м. «Экспериментальные» зависимости интенсивностей нейтронов $J_n(t_n)$ и заряженных частиц $J_c(t_c)$ были преобразованы в зависимости от длины волны нейтронов λ , при этом использовалось соотношение

$$\lambda = \frac{\gamma t_n}{L_n} = \frac{\gamma t_c}{L_c},\tag{16}$$

где $t_n = N_n \Delta t_n$, $t_c = N_c \Delta t_c$, N_n , N_c — номера каналов детектора нейтронов и ионизационной камеры, $\Delta t_n = 128$ мкс, $\Delta t_c = 100$ мкс — ширина канала временного кодировщика детектора нейтронов и ионизационной камеры соответственно; $\gamma = h/m$, h — постоянная Планка, m — масса нейтрона. На рис. 23 и 24 показаны «экспериментальные» зависимости интенсивностей отраженных нейтронов и заряженных частиц от длины волны для структур 2 и 4 соответственно.

На рис. 25 приведены для структуры 4 нормированные на интенсивность падающих нейтронов I_0 интенсивность отраженных нейтронов $I_{nn} = I_R/I_0 \equiv R$, где I_R и R — интенсивность отраженных нейтронов и коэффициент отражения нейтронов соответственно, и интенсивность заряженных частиц $I_{nc} = I_c/I_0 \equiv M_c$ (кривая 2), где I_c — интенсивность и M_c — коэффициент образования заряженных частиц соответственно. При $\lambda = 4,7$ Å отражение нейтронов является полным, при этом выполняется соотношение $R + M_n = 1$, где M_n — коэффициент поглощения нейтронов. При полном отражении нейтронов для M_c и M_n должно выполняться соотношение $M_c \leqslant M_n = (1 - R)$. В данном неравенстве, во-первых, считается, что эффективность регистрации заряженных частицы,



Рис. 24. Зависимости интенсивности отраженных нейтронов (1) и заряженных частиц (2) от длины волны для структуры 4 при угле скольжения нейтронов 2,9 мрад

Рис. 23. Зависимости интенсивности отраженных нейтронов (1) и заряженных частиц (2) от длины волны для структуры 2 при угле скольжения нейтронов 3 мрад. Интенсивность заряженных частиц в пике при $\lambda = 3,25$ Å в канале длительностью 128 мкс равна $J_c = 0,52$ с⁻¹, интегральная по длине волны интенсивность счета 20 с⁻¹



Рис. 25. Нормированная интенсивность отраженных нейтронов (1) и интенсивность тритонов (2) в зависимости от длины волны нейтронов при $\theta = 2,85$ мрад для структуры 4

вылетающие только в направлении от катода в газ камеры. Во-вторых, M_n определяется не только захватом нейтронов ядрами ⁶Li, но и рассеянием нейтронов на шероховатостях границ раздела. В эксперименте действительно наблюдается $M_c = 0,63M_n < M_n$. С уменьшением порога регистрации заряженных частиц M_c возрастает и достигает значения $0,67M_n$. Таким образом, эффективность регистрации заряженных частиц не является 100%-й.

Рассмотрим теперь структурную информацию, извлекаемую из нейтронного канала и канала заряженных частиц. На рис. 26 приведена «экспериментальная» зависимость $I_n(\beta)$, где $\beta = \lambda/\theta$ для структур 1 и 2. Нормированная интенсивность есть отношение интенсивности зарегистрированных заряженных частиц к интенсивности падающих нейтронов. Поскольку регистрируется 50% заряженных частиц, коэффициент поглощения нейтронов в структурах достигает $M_{\rm exp} = 0,3$. Плотность



Рис. 26. «Экспериментальная» нормированная интенсивность заряженных частиц для структур 1 (1) и 2 (2)

молекул LiF равна 6,1 · 10²² см⁻³, а сечение захвата ядер Li, состоящих на 90 % из ⁶Li и на 10 % из ⁷Li, составляет $\sigma_T = 846$ б.

Для коэффициента поглощения тепловых нейтронов слоем толщиной 5 нм имеем $M_T = 2,58 \cdot 10^{-5}$. На рис. 26 видно, что расхождение достигает четыре порядка. В основном это связано с тем, что перпендикулярная компонента скорости нейтронов в структуре небольшая и сечение захвата, соответственно, становится большим. Действительно, длина волны для зависимости 2 в максимуме равна $\lambda = 3,45$ Å, что при угле скольжения $\theta = 3$ мрад дает $\lambda_{\perp} = 3,45$ Å/ $\theta = 1150$ Å и $v_{\perp} = 3,39$ м/с. Для граничной скорости слоя со 100%-й плотностью LiF имеем $v_{\rm rp} = 4,67$ м/с. Однако в слое есть примесь ванадия, составляющая порядка 25%. В то же время толщина слоя на 20% больше номинальной. В итоге $v_{\rm rp}$ понижается до 3,32 м/с и для скорости нейтронов в слое получаем V = 0,7 м/с. Учитывая также, что плотность нейтронов возрастает в пучности стоячей волны до 4 раз, получим значение коэффициента поглощения нейтронов в структуре $M \approx 4(V_T/V)M_T = 0,32$, что совсем близко к экспериментальному значению $M_{\rm exp}$.

Максимумы зависимостей на рис. 26 наблюдаются при значениях $\beta_1 = 1,085$ и $\beta_2 = 1,149$ Å/мрад, которым соответствуют $\lambda_1 = 3,25$ и $\lambda_2 = 3,45$ Å. Полученное неравенство $\lambda_2 > \lambda_1$ согласуется с неравенством $L_2 > L_1$ для расстояния от слоя ⁶Li до подложки. Экспериментальные данные для первоначально обозначенных структур 1–4 описаны соответствующими профилями, представленными совокупностями прямоугольных потенциалов. Толщина структуры 1 оказалась равной 50 нм, что на 25% больше значения, полученного методом нейтральной масс-спектрометрии.

Рассчитанная разность положений слоя ⁶Li относительно подложки для структур 2 и 1 составляет 5,5 нм, что меньше номинального значения 10 нм.

Фоновый счет ионизационной камеры составляет $j_{\phi o H} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1} \times \text{ канал}^{-1}$, а полезный счет $j_{\text{сигн}} = 0,7 \text{ c}^{-1} \cdot \text{ канал}^{-1}$. Канал длительностью 100 мкс соответствует интервалу длины волны $\Delta \lambda = 0,0138 \text{ Å}$. Для реализации разрешения $\delta \lambda / \lambda = 0,1$ при $\lambda = 3 \text{ Å}$ суммируем интенсивности 43 каналов и получаем $J_{\phi o H} = 2,15 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и $J_{\text{сигH}} = 30 \text{ c}^{-1}$. За время измерения 1 сут минимально измеренный счет $J_{\text{мин}} = 2,1 \cdot 10^{-4}$. Для минимального коэффициента поглощения при экспериментальном значении коэффициента поглощения $M_{_{3 \text{КСП}}} = 0,3$ (увеличено в 2 раза из-за эффективности регистрации заряженных частиц 50%) получим $M_{\text{мин}} = M_{_{3 \text{КСП}}} J_{\text{мин}} / J_{\text{сигн}} = 2,1 \cdot 10^{-6}$ и, соответственно, для тепловых нейтронов $M_{\text{мин},T} \approx 2,1 \cdot 10^{-10}$. Значению $M_{\text{мин},T} \approx 2,1 \cdot 10^{-10}$ при плотности лития в слое толщиной 5 нм соответствует $\sigma_{\text{мин},T} \approx 5,9 \cdot 10^{-3}$ б или минимальной толщине слоя с ядрами сечением 846 б, равной $L_{\text{мин}} = 3,5 \times \times 10^{-4}$ Å.

Оценим минимально регистрируемое изменение расстояния поглощающего слоя $\Delta z_{\text{мин}}$ для LiF толщиной 5 нм. Имеем $\Delta z_{\text{мин}} = (\pi/2k) J_{\text{мин}}/J_{\text{сигн}}$. При $k = 9 \cdot 10^{-4} \text{ Å}^{-1}$ (зависимость 2 на рис. 25) получим $\Delta z_{\text{мин}} = 1, 2 \cdot 10^{-2} \text{ Å}$. С уменьшением M обратно пропорционально будет меняться $\Delta z_{\text{мин}}$.

На рис. 27 представлены «экспериментальные» зависимости $I_n(\beta)$ для структур 3 (кривая 1) и 4 (кривая 2). Для этих структур реализуется режим усиленных НСВ, при котором положение слоя с ядрами лития определяется интенсивностью заряженных частиц при резонансных значениях волнового вектора. В случае структуры 3, для которой расстояние от слоя лития до отражателя нейтронов меньше, первый пик больше по величине, в то время как второй меньше по сравнению со структурой 4. Общая толщина структуры 3 составляет 96 нм, что на 7% превышает значение толщины, следующее из данных нейтральной масс-спектрометрии. Общая толщина структуры 4 составляет 94 нм, что



Рис. 27. «Экспериментальная» нормированная интенсивность заряженных частиц для структур 3 (1) и 4 (2)

на 5% превосходит данные нейтральной масс-спектрометрии. Из изменения в зависимостях соотношения величин двух пиков для структур 3 и 4 следует разность в положении слоя 6 Li, равная 4 нм, что близко к соответствующему значению для структур 1 и 2.

2.2.3. Канал регистрации гамма-излучения. Для регистрации гамма-квантов использовался полупроводниковый германиевый детектор, работающий в диапазоне 3 кэВ – 10 МэВ. Германиевый кристалл имеет диаметр 61,2 мм и длину 87,3 мм. Для гамма-излучения с энергией 1,33 МэВ эффективность регистрации составляет 45%, а разрешение по энергии — 2 кэВ.

На рис. 28 показаны конструктивные элементы конечного участка гамма-канала: коллиматор нейтронного пучка 1, выполненный из борированного полиэтилена и свинца, место установки образца 2, окруженное борированным полиэтиленом (образец устанавливается на столиках, обеспечивающих его перемещение и вращение (3)), гамма-детектор 4, который через отверстие в защите позиционируется на некотором расстоянии от образца (34 мм без антикомптоновской системы и 12 см с ней). Во второй позиции по сравнению с первой сигнал уменьшается в 5,3 раза, а фон в 13,7 раз. Для тестирования канала использовались структуры, содержащие слои естественного гадолиния, а именно V(20 нм)/Gd(5 нм)/V(5 нм)/Cu(100 нм)/стекло (структура 5), V(10 нм)/V(55 нм)/Gd(5 нм)/V(15 нм)/Cu(100 нм)/стекло (структура 6), Cu(10 нм)/V(65 нм)/Gd(5 нм)/V(5 нм)/Cu(100 нм)/стекло (структура 7) и Cu(10 нм)/V(55 нм)/Gd(5 нм)/V(15 нм)/Cu(100 нм)/стекло (структура 8). Изотопы гадолиния 155 и 157 имеют большие сечения взаимодействия — соответственно 60,9 и 254 кб. При этом их содержание составляет 14,73 и 15,68 % соответственно. Сечение взаимодействия нейтронов с ядрами гадолиния в естественной смеси $\sigma_{\rm Har} = 48,8$ кб.

Оценим ожидаемый коэффициент поглощения нейтронов в слое из естественного гадолиния толщиной 5 нм. Учитывая, что плотность ядер



Рис. 28. Элементы канала регистрации гамма-излучения: 1 — коллиматор нейтронного пучка; 2 — место установки образца; 3 — защита места установки образца; 4 — гамма-детектор вместе с криостатом гадолиния составляет $3 \cdot 10^{22}$, получим коэффициент поглощения в естественной смеси изотопов $M_{\rm Hat} \approx 7,3 \cdot 10^{-4}$ и в доле ядер ¹⁵⁷Gd в естественной смеси $M_T (^{157} {\rm Gd}) = 6 \cdot 10^{-4}$. В гамма-канале регистрировался сильнейший переход в изотопе ¹⁵⁷Gd при энергии гамма-квантов 181,94 кэВ, доля которого в сечении взаимодействия нейтронов с изотопом ¹⁵⁷Gd составляет $\alpha_{\gamma} = 0,1833$. Парциальное сечение взаимодействия нейтронов с ядрами гадолиния, соответствующее этому переходу, составляет 39,83 $\alpha_{\gamma} = 7,3$ кб. На рис. 29 в качестве примера приведен энергетический спектр гамма-квантов от структуры 5 при отражении от нее нейтронов.

Оценим теперь значения $\sigma_{\text{мин}}$ и $\Delta z_{\text{мин}}$. Имеем для двух энергетических каналов $J_{\phi 0 \text{H}} = 1 \text{ c}^{-1}$ и $J_{\text{сигн}} = 4 \text{ c}^{-1}$. При времени измерения 1 сут имеем для минимально измеримой интенсивности счета $J_{\text{мин}} = 6,5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Для слоя толщиной 5 нм при плотности ядер ¹⁵⁷Gd, равной 4,7 · 10²¹ см⁻³, минимальное значение сечения захвата тепловых нейтронов составляет $\sigma_{Tx,\text{мин}} = 64$ б, а при сечении ядер 39,83 кб минимальная толщина слоя равна $h_{\text{мин}} = 8,1 \cdot 10^{-2}$ Å. Для минимального значения $\Delta z_{\text{мин}}$ имеем $\Delta z_{\text{мин}} = (\pi/2k)J_{\text{сигн, мин}}/J_{\text{сигн}} = 0,4$ Å.

Данные значения параметров получены из интегральных по длине волны значений счетов. Приведем теперь значения параметров, которые следуют из условия $\delta\lambda/\lambda = 0.1$.

На рис. 30 приведены длинноволновые зависимости интенсивности счета гамма-квантов с энергией 181,94 кэВ из 157 Gd. Суммируя интенсивности 43 каналов, получим $I_{\rm сигн}=0,03\cdot43=1,3$ с $^{-1}$ и $I_{\rm фон}=0,05\cdot43=2,15$ с $^{-1}$. Отсюда имеем $\sigma_{\rm мин}=200$ б, $h_{\rm мин}=0,25$ Å и $\Delta z_{\rm мин}=(\pi/2k)J_{\rm сигн,\,мин}/J_{\rm сигн}=1,25$ Å. Видно, что при сужении полосы длин волн значения параметров $\sigma_{\rm мин},\,h_{\rm мин}$ и $\Delta z_{\rm мин}$ возросли в 3 раза.



Рис. 29. Энергетический спектр гамма-квантов от структуры 5



Рис. 30. Длинноволновые зависимости интенсивности счета нейтронов (1), гамма-квантов с фоном (2) и (3) для структуры 6

На рис. 31 приведены длинноволновые зависимости коэффициента отражения нейтронов (1, 2) и коэффициента поглощения нейтронов $M_T(^{157}\text{Gd})$ в ядрах изотопа ^{157}Gd для слоя гадолиния толщиной 5 нм (3, 4) для структур 1 и 2. Максимальное значение $M_T(^{157}\text{Gd})$ при $\lambda \approx 3,5$ Å для зависимости 4 составляет 0,75, что в 1250 раз больше оценочного значения для тепловых нейтронов $M_T(^{157}\text{Gd}) = 6 \cdot 10^{-4}$. Учитывая то, что разница связана с различием в скорости нейтронов, получим для скорость нейтронов в слое гадолиния $V_{\text{Gd}} = 1,76$ м/с. Отметим, что скорость нейтронов в вакууме при $\lambda = 3,5$ Å и $\theta = 3$ мрад составляет 3,4 м/с.

Следует отметить, что при больших значениях коэффициента поглощения, как это показано на рис. 30, разрешение измерений по волновому вектору определяется самой структурой и оно ухудшается. Это приводит к уменьшению отношения сигнала к фону при фиксированном значении разрешения. В этом случае для уменьшения расчетных значений $\sigma_{\text{мин}}$, $h_{\text{мин}}$ и $\Delta z_{\text{мин}}$ нужно использовать данные измерений с более тонкими

Рис. 31. Длинноволновые зависимости коэффициента отражения нейтронов (1, 2) и нормированных парциальных коэффициентов поглощения нейтронов (3, 4) для структур 1 (1, 3) и 2 (2, 4)



слоями. Действительно, для структуры со слоем 1,3 нм при измерениях в течение 15 ч получены значения $\sigma_{\min} = 4$ б, $h_{\text{мин}} = 0,007$ Å и $\Delta z_{\text{мин}} = (\pi/2k) J_{\text{сигн, мин}}/J_{\text{сигн}} = 0,14$ Å.

Расчеты показывают, что зависимостям на рис. 29 соответствуют структуры, описываемые формулами $A(k_v^2 = 42 \cdot 10^{-6} \text{ Å}^{-2}, d = 10 \text{ нм})/$ 0,35Gd0,6V(5 нм)/0,6Gd0,4V(3 нм)/0,35Gd0,65V(5 нм)/V(6 нм)/Сu $A(k_v^2 = 42 \cdot 10^{-6} \text{ Å}^{-2}, d = 10 \text{ нм})/0.35 \text{Gd}0.6 \text{V}(5 \text{ нм})/0.6 \text{Gd}0.4 \text{V}(3 \text{ нm})/0.6 \text{Gd}0.4 \text{V}0.4 \text{V}0.4$ 0,35Gd0,65V(5 нм)/V(10 нм)/Си. Эффективная толщина слоя гадолиния, соответствующая слою с прямоугольным пространственным распределением и табличной плотностью атомов, составила (5,3 ± 0,4) нм, что близко к первоначально заданному значению 5 нм. Слой ванадия между слоями меди и гадолиния имеет толщину 6 нм для структуры 5 и 10 нм для структуры 6, что расходится с первоначально заданными значениями 10 и 20 нм соответственно. Слой $A(k_v^2 = 42 \cdot 10^{-6} \text{ Å}^{-2})$, d = 10 нм) является окислом или смесью окислов ванадия. Для окислов ванадия VO, V₂O₅, V₂O₃ и VO₂ k_v^2 есть соответственно 34,8 \cdot 10⁻⁶ Å⁻², аладын 10, 1203, 1203 н 102 k_v сонь соныстепенны он, 10 н 1, 38,9 · 10⁻⁶ Å⁻², 40,3 · 10⁻⁶ Å⁻² и 43,8 · 10⁻⁶ Å⁻². Из этого следует, что в слое $A(k_v^2 = 42 \cdot 10^{-6}$ Å⁻², d = 10 нм) преобладает окисел VO₂. Для гадолиния потенциал взаимодействия зависит от длины волны нейтронов. Для естественного гадолиния он определяется в основном изотопами ¹⁵⁵Gd и ¹⁵⁷Gd. Из данных [16, 27] потенциал естественного гадолиния определяется как $k_v^2 - ik_w^2 = 3,78 \cdot 10^{-6} \{7,25 + 5,25 \times 10^2 [(81/\lambda^2 - 26,8) - 54i]/[4(81/\lambda^2 - 26,8)^2 + 108^2] + 2,36 \times 10^{-6} \{7,25 + 5,25 + 5,25 + 108^2\}$ $\times 10^{3}[(81/\lambda^{2} - 31, 4) - 53i]/[4(81/\lambda^{2} - 31, 4)^{2} + 106^{2}]\}.$ Длина волны нейтронов представлена в ангстремах, а квадраты компонент волнового вектора — в обратных ангстремах в квадрате.

На рис. 32 приведены длинноволновые зависимости коэффициента отражения нейтронов (1, 2) и нормированных парциальных коэффициентов поглощения нейтронов (3, 4) для структур 7 и 8. В диапазоне полного отражения нейтронов ($\lambda > 2$ Å) от слоя меди наблюдаются два минимума на нейтронных зависимостях и соответствующие им два максимума на гамма-зависимостях при резонансных значениях длины волны нейтронов $\lambda = 2,67$ и 5,24 Å. Из этих зависимостей следует структура Cu(12 нм)/0,7Cu 0,3V(6 нм)/V(43,5 нм)/0,85V 0,15Gd(5,5 нм)/0,08V 0,92Gd(4 нм)/0,85V 0,15Gd(5,5 нм)/0,1Cu 0,9V(1 нм)/0,7Cu 0,2V(2 нм)/Cu и Cu(12 нм)/0,7Cu 0,3V(6 нм)/V(40,5 нм)/0,85V 0,15Gd(5,5 нм)/0,08V 0,92Gd(4 нм)/0,85V 0,15Gd(5,5 нм)/0,1Cu 0,9V(8 нм)/0,7Cu 0,2V(2 нм)/Cu.

Эффективная толщина слоя гадолиния — 5,3 нм. Изменение амплитуды пика в гамма-канале при $\lambda = 2,67$ и 5,24 составляет 7% (статистическая ошибка в одном канале меньше 0,7%) и 20% (статистическая ошибка в одном канале 5%) соответственно.



Рис. 32. Длинноволновые зависимости коэффициента отражения нейтронов (1, 2) и нормированных парциальных коэффициентов поглощения нейтронов (3, 4) для структур 7 (1, 3) и 8 (2, 4)

Принципиально важно регистрировать гамма-излучение от магнитных элементов. В случае неколлинеарной магнитной структуры можно регистрировать оба типа вторичных излучений (нейтроны с переворотом спина и гамма-излучение). Последнее повышает точность определения магнитного и элементного пространственных профилей. Однако только гадолиний (Gd) и диспрозий (Dy) имеют достаточно большое сечение взаимодействия с нейтронами. Остальные редкоземельные (Tb, Ho, Er, Tm) и переходные элементы (Fe, Co, Ni) имеют достаточно низкие сечения. Тем не менее была предпринята попытка наблюдать гаммаизлучение от слоя кобальта. Естественный кобальт полностью состоит из изотопа ⁵⁹Со и для тепловых нейтронов ($\lambda = 1.8$ Å) имеет сечение взаимодействия 37,2 б. Наиболее сильная линия гамма-излучения имеет энергию 229,72 кэВ, ее интенсивность составляет 15,18% (парциальный коэффициент равен $\alpha_n = 0,1518$) по отношению к полной интенсивности гамма-излучения. Этой гамма-линии соответствует сечение взаимодействия нейтронов $\sigma_p = 5,65$ б.

Первые измерения были проведены со структурой Со(60 нм)/стекло. Площадь стеклянной подложки составила 40 см². При энергии гаммаквантов E = 230 кэВ наблюдается пик, составляющий по отношению к фоновой интенсивности величину 0,06. На рис. 33 приведен нормированный парциальный коэффициент поглощения нейтронов для структуры Со(60 нм)/стекло (кривая 1). При длине волны $\lambda = 1,9$ Å наблюдается максимум коэффициента поглощения в слое кобальта, равный M = 0,025, связанный с увеличением при критическом волновом векторе $\lambda_{\rm refl} = 1,9$ Å плотности нейтронов в стоячей волне. Оценим коэффициент поглощения тепловых нейтронов. Имеем $M_T = 37,2 \cdot 10^{-24} \times$ $× 9 \cdot 10^{22} \cdot 60 \cdot 10^{-7} = 2 \cdot 10^{-5}$, что в 1250 раз меньше M = 0,025. В вакууме скорость нейтронов равна 3,54 м/с. В слое кобальта имеем $V_{\rm слой} = 2200/1250 = 1,76$ м/с. Отсюда граничная скорость материала в слое кобальта составляет $V_{\rm rp} = 3,078$ м/с. Для кобальта имеем



Рис. 33. Зависимость от длины волны нормированного парциального коэффициента поглощения нейтронов в слое кобальта для структуры Co(60 нм)/стекло (1) при $\theta = 1,7$ мрад и $S = 10 \text{ см}^2$ и в слоях кобальта для структуры Nb(10 нм)/ 10Co(12,5 нм)/Si(12,5 нм)/Al₂O₃ (2) при $\theta = 3,06$ мрад и $S = 1 \text{ см}^2$

 $V_{\rm Co}=3,32$ м/с. Расхождение между $V_{\rm Co}$ и $V_{\rm rp}$ можно объяснить увеличением толщины слоя на 4 %.

Измерения также были проведены с периодической структурой Nb(10 нм)/10Co(12,5 нм)/Si(12,5 нм)/Al₂O₃ (см. рис. 33, кривая 2). Максимум коэффициента поглощения наблюдается при длине волны 2,4 Å. Это значение является средним между брэгговским значением длины волны $\lambda_B = 1,5$ Å для периодической структуры и критическим значением длины волны для кобальта $\lambda_{\rm Co} = 3,4$ Å при $\theta = 3,06$ мрад. При увеличении общей толщины кобальта примерно в 2 раза (до 125 нм) коэффициент поглощения вырос почти пропорционально в 2,5 раза.

В заключение приведем данные для сравнения каналов регистрации вторичного излучения (табл. 2).

Следует отметить, что в первичном канале регистрации зеркальных нейтронов значения $\sigma_{\text{мин}}$, $h_{\text{мин}}$ и $\Delta z_{\text{мин}}$ меньше значений, доступных в ка-

Таблица 2. Параметры слоя с плотностью ядер 10^{23} см⁻³ для каналов поляризованных нейтронов, заряженных частиц и гамма-излучения: минимальная толщина слоя $h_{\text{мин}}$, минимальное сечение захвата $\sigma_{\text{мин}}$, минимальное изменение расстояния в режиме стоячей волны $\Delta z_{\text{мин}}$. Плотность гадолиния $3 \cdot 10^{22}$ см⁻³, LiF — 6,1 · 10²² см⁻³, CoFe — 9 · 10²² см⁻³

Канал регистрации	$\sigma_{\scriptscriptstyle{ m MИH}},\; { m 6}/B_{\perp,{\scriptscriptstyle{ m MИH}}},\; { m \Gamma c} \ (h=1\;{ m HM})$	$h_{\scriptscriptstyle{ ext{MUH}}}, ext{Å}$	$\Delta z_{ extsf{muh}}, extsf{A} \ (h=1 extsf{ hm})$
Поляризован-		0,045	1
ные нейтроны	5 Гс	при $B_\perp \approx B = 1$ кГс	при $B_\perp \approx B = 1 \ \kappa \Gamma c$
Заряженные		0,03	5
частицы	3 · 10 ^{−2} б	при $\sigma=10$ б	при $\sigma=10$ б
Гамма-		0,2	4
излучение	1,5 б	при $\sigma=100$ б	при $\sigma=100$ б

налах регистрации вторичного излучения. Однако в первичном канале извлекаются только интегральные по изотопам значения параметров.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Нейтронная рефлектометрия с регистрацией вторичных излучений позволяет определять распределение элементов и их изотопов в направлении, перпендикулярном плоскости структуры. Показано, что регистрация вторичных излучений возможна для ультратонких слоев. Так, для каналов поляризованных нейтронов и заряженных частиц h_{\min} составляет 0,045 и 0,03 Å соответственно, что менее атомарного характерного размера ~ 1 Å. При этом точность в определении пространственного положения слоя составляет $\Delta z_{\text{мин}} = 1, 5$ и 4 Å для каналов поляризованных нейтронов, заряженных частиц и гамма-квантов соответственно. В канале поляризованных нейтронов минимальная перпендикулярная вектору поляризации нейтронов компонента намагниченности составляет 5 Гс, что является высоким предельным значением для большинства экспериментов по исследованию магнетизма тонких пленок. Проведено сравнение с другими экспериментальными методами определения пространственного распределения элементов, в том числе ядерно-физическими: фотоэлектронной и электронной оже-спектроскопией, масс-спектрометрией, обратным резерфордовским рассеянием, методом ядерных реакций и нейтронным профилированием по глубине. Установлено, что описанный в данной работе метод обладает совокупностью лучших качеств, а именно при разрешении, которое может быть доведено до долей ангстрема, глубина зондирования может достигать 10⁵ Å.

В настоящее время на спектрометре РЕМУР для измерений уже доступно несколько десятков изотопов и магнитных элементов. Дальнейший прогресс связан со следующими факторами: 1) увеличением потока нейтронов на структуре в 5-10 раз; 2) снижением за счет более эффективной защиты фона быстрых нейтронов и гамма-излучения из активной зоны реактора в 5-10 раз; 3) увеличением телесного угла видимости детектора гамма-излучения в 4 раза или увеличением числа гамма-детекторов до 4. Одновременная реализация этих возможностей позволит довести сечение взаимодействия нейтрона с ядром для реакций с вылетом заряженных частиц до 1-10 мб и вылетом гамма-квантов до 0,1 б. Пространственное же разрешение в структурах с одиночными слоями или бислоями можно довести до 1 Å при применении в структуре суперзеркального отражателя нейтронов с $k_v \approx 0.09$ Å⁻¹ [30]. В случае исследований периодических структур атомное пространственное разрешение может быть достигнуто путем уменьшения периода структуры. На данном технологическом уровне, по-видимому, достижимы значения периода 1 нм, что дает для пространственного разрешения также значение 1-2 Å

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Jeynes Ch., Colaux J. L. Thin Film Depth Profiling by Ion Beam Analysis // Analyst. 2016. V. 141. P. 5944.
- 2. Оура К., Лифшиц В. Г., Саранин А. А., Зотов А. В., Катаяма М. Введение в физику поверхности. М.: Наука, 2006.
- 3. Никитенко Ю.В., Жакетов В.Д. Магнетизм ферромагнитно-сверхпроводящих неоднородных слоистых структур // ЭЧАЯ. 2022. Т.53, вып.6. С. 1339-1400.
- Mironov S., Mel'nikov A.S., Buzdin A. Electromagnetic Proximity Effect in Planar Superconductor-Ferromagnet Structures // Appl. Phys. Lett. 2018. V. 113. 022601.
- 5. Buzdin A. I. // Rev. Mod. Phys. 2005. V. 77. P. 935.
- Aksenov V. L., Nikitenko Yu. V., Radu F., Gledenov Yu. M., Sedyshev P. V. // Physica B. 2000. V. 276–278. P. 946–947.
- 7. Аксёнов В. Л., Гундорин Н. А., Никитенко Ю. В., Попов Ю. П., Чер Л. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исслед. 2000. № 6. С. 7–10; Absence: V. I. Coer, I. Gundorin, N. A. Nibitanko, Yu. V. Рород, Yu. P. //

Aksenov V.L., Cser L., Gundorin N.A., Nikitenko Yu.V., Popov Yu.P. // Physica B. 2000. V.276–278. P.809.

- Аксёнов В. Л., Никитенко Ю. В., Кожевников С. В., Раду Ф., Круис Р., Реквелдт Т. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исслед. 2000. № 8. С. 10–15.
- 9. Никитенко Ю. В., Петренко А. В., Гундорин Н. А., Гледенов Ю. М., Аксенов В. Л. // Кристаллография. 2015. Т. 60, № 4. С. 518-532.
- Жакетов В.Д., Петренко А.В., Вдовичев С.Н., Травкин В.В., Чик А., Копач Ю.Н., Гледенов Ю.М., Сансарбаяр Э., Гундорин Н.А., Никитенко Ю.В., Аксенов В.Л. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исслед. 2019. № 6. С. 20–30.
- Жакетов В.Д., Храмко К., Петренко А.В., Хайдуков Ю.Н., Чик А., Копач Ю. Н., Гундорин Н. А., Никитенко Ю.В., Аксенов В. Л. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исслед. 2021. № 6. С. 10-24.
- 12. Аксёнов В. Л., Жерненков К. Н., Кожевников С. В., Лаутер Х., Лаутер-Пасюк В., Никитенко Ю. В., Петренко А. В. Спектрометр поляризованных нейтронов РЕМУР на импульсном реакторе ИБР-2. Сообщ. ОИЯИ Д13-2004-47. Дубна, 2004.
- 13. Шапиро Ф. Л. Нейтронные исследования. М.: Наука, 1976.
- Stevie F. A., Donley C. L. Introduction to X-Ray Photoelectron Spectroscopy // J. Vac. Sci. Technol. A. 2020. V. 38. 063204.
- Xu M., Fujita D., Gao J., Hanagata N. Auger Electron Spectroscopy: A Rational Method for Determining Thickness of Graphene Films // ACS Nano. 2010. V.4, No. 5. P. 2937–2945.
- 16. Оура К. и др. Введение в физику поверхности. М.: Наука, 2006. 490 с.
- Oechsner H., Getto R., Kopnarski M. Quantitative Characterization of Solid State Phases by Secondary Neutral Mass Spectrometry // J. Appl. Phys. 2009. V. 105. 063523.

- Vad K., Csic A., Langer G.A. Secondary Neutral Mass Spectrometry a Powerful Technique for Quantitative Elemental and Depth Profiling Analyses of Nanostructures // Spectroscopy Europe. 2009. V. 21. P. 13.
- Jeynes C., Barradas N.P., Szilágyi E. Accurate Determination of Quantity of Material in Thin Films by Rutherford Backscattering Spectrometry // Anal. Chem. 2012. V. 84, No. 14. P. 6061–6069.
- 20. Петров Н. Н. и др. Масс-спектроскопия. Л.: Ленингр. гос. ун-т, 1977.
- Wilde M., Fukutani K. Hydrogen Detection near Surface and Shallow Interfaces with Resonant Nuclear Reaction Analysis // Surface Sci. Rep. 2014. V. 69. P. 196–295.
- 22. Chengwei Wang, Yunhui Gong, Jiaqi Dai, Lei Zhang, Hua Xie, Pastel G., Boyang Liu, Wachsman E., Wang H., Liangbing Hu. In Situ Neutron Depth Profiling of Lithium Metal–Garnet Interfaces for Solid State Batteries // J. Am. Chem. Soc. 2017. V. 139. P. 14257–14264.
- Vezhlev E., Ioffe A., Mattauch S., Staringer S., Ossovyi V., Felder Ch., Hüger E., Vacik J., Tomandl I., Hnatowicz V., Chen C., Notten P.H.L., Brückel Th. A New Neutron Depth Profiling Spectrometer at the JCNS for a Focused Neutron Beam // Rad. Eff. Def. Sol. 2020. V. 175, Nos. 3–4. P. 342–355.
- 24. Aksenov V. L., Nikitenko Yu. V. // Physica B. 2001. V. 297. P. 101.
- 25. Khaidukov Yu. N., Nikitenko Yu. V. // Nucl. Instr. Meth. A. 2011. V. 629. P. 245.
- 26. Nikitenko Yu. V. // Phys. Procedia. 2013. V. 42. P. 89.
- Nikitenko Yu. V., Ulyanov V. A., Pusenkov V. M., Kozhevnikov S. V., Jernenkov K. N., Pleshanov N. K., Peskov B. G., Petrenko A. V., Proglyado V. V., Syromyatnikov V. G., Schebetov A. F. // Nucl. Instr. Meth. A. 2006. V. 564. P. 395.
- 28. Dokukin E. B., Nikitenko Yu. V. // Nucl. Instr. Meth. A. 1993. V. 330. P. 462.
- 29. Grogoriev S. V., Okorokov A. I., Runov V. V. // Nucl. Instr. Meth. A. 1997. V. 384. P. 451.
- 30. SwissNeutronics AG, Klingnau, Switzerland. tech@swissneutronics.ch.