P14-2012-116

С. В. Кожевников, Ф. Отт $^{1,2}$ , Я. Торрехон $^3$ , М. Васкес $^4$ , А. Тьявиль $^3$ 

# ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛЯРИЗОВАННОГО МИКРОПУЧКА НЕЙТРОНОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНОЙ МИКРОСТРУКТУРЫ

Направлено в журнал «Физика твердого тела»

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Лаборатория им. Л. Бриллюэна, Комиссариат по атомной энергии, Сакле, Франция

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Лаборатория им. Л. Бриллюэна, Национальный центр научных исследований, Сакле, Франция

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Лаборатория физики твердого тела, Университет юга Парижа, Орсэ, Франция

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Институт наук о материалах, Высший совет научных исследований, Мадрид

P14-2012-116

Кожевников С.В. и др. Применение поляризованного микропучка нейтронов для исследования магнитной микроструктуры

Экспериментально демонстрируется применение микропучка нейтронов для изучения внутренней магнитной микроструктуры. Объектом исследования является аморфная магнитная проволочка диаметром 190 мкм, внутри которой образуются осевые и круговые магнитные домены. В качестве зонда для сканирования с высоким пространственным разрешением выступает узкий микропучок нейтронов шириной 2,6 мкм, который формируется трехслойной пленкой (плоским волноводом). Методом исследования является прецессия спина нейтронов при пропускании через образец.

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

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2012

Kozhevnikov S. V. et al.

P14-2012-116

The Use of Polarized Neutron Microbeam for the Investigation of a Magnetic Microstructure

The use of a neutron microbeam for the investigation of internal magnetic microstructure is demonstrated experimentally. An object of the investigation is an amorphous magnetic wire of diameter 190  $\mu$ m with axial and circular magnetic domains inside it. As a sonde for high spatial resolution scan, a narrow neutron microbeam of 2.6  $\mu$ m width is used. This microbeam was produced by a tri-layer film (a planar waveguide). The method of investigation is spin precession at transmission of neutron beam through sample.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2012

#### введение

Развитие нанотехнологий требует новых методов аттестации наноструктур. Рассеяние нейтронов является мощным методом исследования биологических объектов, полимеров и магнитных структур. Но информация об исследуемой системе усредняется по ширине нейтронного пучка, которая в обычном эксперименте составляет 0,1–10 мм. Поэтому для экспериментов с высоким пространственным разрешением разрабатываются различные фокусирующие устройства (преломляющие линзы, дифракционные решетки, изогнутые кристаллы-монохроматоры и др.) [1]. Однако существующие приборы имеют ограничения, определяемые физическими свойствами или технологией обработки используемых материалов. Эти ограничения не позволяют получить ширину нейтронного пучка меньше 50 мкм.

Более эффективными устройствами являются плоские волноводы, которые формируют пучки нейтронов шириной 0,1–10 мкм. Неполяризованный микропучок нейтронов описан в [2]. Поляризованные микропучки нейтронов получены с использованием волноводов из магнитных материалов в [3].

Благодаря высокой проникающей способности и наличию магнитного момента нейтроны являются уникальным инструментом для исследования магнитной структуры внутри объема. Макроскопические методы, такие как СКВИД или VSM-магнитометрия, дают усредненную по объему образца величину намагниченности. Микроскопические методы (например, магнитооптический эффект Керра или магнитно-силовая микроскопия) являются поверхностно-чувствительными и не могут быть применены для изучения объемных свойств вещества. Поэтому использование поляризованного микропучка нейтронов открывает новые возможности для исследования магнитной микроструктуры в объеме вещества.

В качестве объекта исследования была выбрана проволочка из аморфного магнетика. Теоретические модели показывают, что в такой проволочке диаметром 30–200 мкм образуется магнитно-неколлинеарная структура типа «ядро-оболочка» [4]. В компактном ядре диаметром около 10 мкм возникают осевые домены с намагниченностью, направленной вдоль оси проволочки. А в оболочке образуются круговые домены с намагниченностью, направленной по окружности проволочки. Интерес к таким системам вызван их потенциальным практическим применением в качестве датчиков магнитного поля, а также разнообразными свойствами для физики магнетизма. Магнитные свойства зависят от натяжения проволочки, состава и методов обработки материала. Целью данной работы является экспериментальная проверка возможности использования микропучка нейтронов для исследования микроструктуры.

## 1. НЕЙТРОННЫЙ ВОЛНОВОД

Принцип действия волновода показан на рис. 1. Волновод представляет собой трехслойную структуру с потенциалом в виде потенциальной ямы. Средний толстый слой (волноводный слой, или канал) с низким нейтроннооптическим потенциалом окружен двумя слоями с высоким потенциалом. Нейтронный пучок попадает на поверхность пленки под скользящим углом  $\alpha_i$ . Затем нейтроны туннелируют через сравнительно тонкий верхний слой (толщиной 5–30 нм), попадают в канал шириной d = 100-200 нм и отражаются от толстого нижнего слоя (50–100 нм). В результате многократного отражения внутри канала нейтронная волна резонансно усиливается для некоторых значений угла скольжения входного пучка  $\alpha_{in}$ , где n = 0, 1, 2, 3... При этом нейтронная плотность внутри канала в резонансе увеличивается в 10–100 раз. Теория нейтронных резонансов в слоистых структурах изложена в [5].

Часть нейтронов выбывает из канала (туннелирует) через верхний слой, а другая часть распространяется вдоль канала (каналирует) и выходит из торца в виде расходящегося микропучка. Ширина микропучка равна ширине канала d, а угловая расходимость определяется условиями фраунгоферовской дифракции на узкой щели  $\delta \alpha_f \sim \lambda/d$ , где  $\lambda$  — длина волны нейтронов. Выбывание нейтронов через верхний слой приводит к тому, что нейтронная плотность внутри канала уменьшается при каналировании вдоль канала в зависимости от пройденного расстояния x как функция  $\exp(-x/x_e)$ , где  $x_e$  — параметр, называемый длиной каналирования. Теория каналирования нейтронов в волноводах описана в [6]. Впервые длина каналирования нейтронов была измерена экспериментально в [7] и составила величину порядка нескольких миллиметров. Это означает, что только последняя часть волновода длиной несколько миллиметров эффективно преобразует входной



Рис. 1. Принцип действия плоского волновода

пучок нейтронов в микропучок. Длина каналирования увеличивается с ростом толщины верхнего слоя, ширины канала и глубины потенциальной ямы волновода.

#### 2. СХЕМА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для формирования поляризованного микропучка нейтрона использована комбинация немагнитного волновода и поляризационного анализа. Такая схема была экспериментально продемонстрирована в [8]. Она позволяет манипулировать направлением и величиной магнитного поля на исследуемой магнитной микроструктуре без воздействия на работу немагнитного волновода.

Эксперимент проведен на рефлектометре поляризованных нейтронов PRISM (Лаборатория им. Л. Бриллюэна, Сакле, Франция) с вертикальным расположением плоскости волновода [9]. Рефлектометр работает в режиме монохроматического пучка с длиной волны нейтронов 4,0 Å (разрешение 7 %). Угловая расходимость входного пучка нейтронов была равна 0,02°. На рис. 2 приведена схема эксперимента. Пучок нейтронов поляризовался при пропускании через многослойное намагниченное зеркало (поляризатормонохроматор), которое не показано на схеме. Поляризация полученного пучка нейтронов изменялась относительно направления ведущего магнитного поля с помощью первого спин-флиппера типа Мезея (также не показан для упрощения рисунка). Поляризованный пучок нейтронов интенсивностью I<sub>0</sub> попадал на поверхность волновода (WG) под углом скольжения  $\alpha_i = 0.32^\circ$ . Волновод представлял собой трехслойную немагнитную структуру Ni<sub>0,67</sub>Cu<sub>0,33</sub>(20 нм)/Cu(150 нм)/ Ni<sub>0,67</sub>Cu<sub>0,33</sub>(50 нм)//Si(подложка) с размерами подложки  $25 \times 25 \times 1$  мм. Немагнитный сплав Ni(67 ат. %) Cu(33 ат. %) обладает высоким ядерно-оптическим потенциалом для нейтронов. Подобный волновод был исследован в [8].



Рис. 2. Схема эксперимента (вид сверху)

Прямой и прошедший через подложку пучки были блокированы поглощающей нейтроны Cd-пластиной на входном торце подложки, а прямой и отраженный пучок поглощались кристаллом GGG (Gd–Ga–Garnet) с острыми краями. GGG-кристалл мог перемещаться с малым шагом с помощью микрометрического устройства. Измеренная экспериментально длина каналирования в данном волноводе составила  $(1,7 \pm 0,2)$  мм.

На выходе волновода формировался поляризованный микропучок нейтронов интенсивностью I и с угловой расходимостью 0,14°. Исследуемый образец (S) представлял собой аморфную магнитную проволочку (Co<sub>0.94</sub>Fe<sub>0.06</sub>)<sub>72.5</sub>Si<sub>12.5</sub>B<sub>15</sub> диаметром 190 мкм с компактной сердцевиной диаметром 10 мкм. Проволочка была натянута вертикально на специальную рамку, которая перемещалась поперек направления пучка с помощью микрометрического устройства. Расстояние между волноводом и проволочкой составляло 1 мм, что с учетом расходимости приводит к ширине микропучка на месте образца 2,6 мкм. Микропучок имел форму узкой вытянутой вертикальной щели высотой 15 мм, параллельной оси проволочки. Параллельность проволочки относительно микропучка проверялась по максимуму поглощения прошедших нейтронов. Поскольку образец содержал поглощающий нейтроны бор, то коэффициент поглощения составлял около 50 %. Следует отметить, что зеркально отраженный от поверхности волновода пучок и микропучок параллельны друг другу. Поэтому существует возможность юстировки проволочки с помощью более интенсивного пучка, зеркально отраженного при малых углах скольжения. При этом вся конструкция (волновод, GGG-кристалл и проволочка) собрана на единой платформе в гониометре, что позволяет поворачивать ее на один угол и сохранять расположение отдельных частей относительно друг друга.

С помощью диафрагмы D2 после образца можно было выбирать центральную часть микропучка и тем самым уменьшать фон от прямого и отраженного пучков. Спин прошедших нейтронов переворачивался вторым спинфлиппером типа Мезея (SF2) и анализировался с помощью анализатора (А), который представлял собой намагниченное суперзеркало в геометрии пропускания. Нейтроны регистрировались двумерным позиционно-чувствительным газовым <sup>3</sup>Не-детектором. Для анализа микроструктуры использовался метод прецессии спина нейтронов при пропускании [10].

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ

Обозначим индексами u (up) и d (down) направление спина нейтронов вдоль и против вектора ведущего магнитного поля соответственно. В полном поляризационном анализе регистрируются четыре интенсивности нейтронов:

*ии, dd, up, du.* Здесь первый индекс обозначает направление спина нейтронов относительно ведущего магнитного поля перед волноводом, а второй индекс — после волновода.

На рис. 3 показана интенсивность микропучка нейтронов без проволочки для четырех спиновых состояний в зависимости от угла скольжения входного пучка  $\alpha_i$  для ширины диафрагмы D2, равной 1,4 мм (рис. 3, *a*) и 0,7 мм (рис. 3, *b*). Цифрами 0, 1 и 2 обозначены пики для резонансов n = 0, 1 и 2 соответственно, которые перекрываются между собой из-за угловой расходимости начального пучка и разрешения по длине волны. Сканирование проведено по схеме theta-theta, когда все плечо после образца вращается так, чтобы диафрагма D2 и детектор находились в направлении горизонта (поверхности волновода). Интенсивность нейтронов слева в районе угла 0,2° соответствует части прямого пучка, прошедшего над поверхностью волновода в щель между GGG-кристаллом. Этот пучок дает фон в области микропучка при угле 0,32°. Изменяя ширину диафрагмы D2, можно менять отношение сигнал/фон. При ширине диафрагмы D2, равной 1,4 мм (рис. 3, *a*) сигнал составляет 1,5 с<sup>-1</sup>, а фон равен 0,15 с<sup>-1</sup>. Параметр сигнал/фон составляет 10. Для диафрагмы



Рис. 3. Интенсивность микропучка для различных спиновых состояний в зависимости от угла скольжения начального пучка при ширине диафрагмы после образца: 1,4 мм (*a*) и 0,7 мм (*б*). Цифры 0, 1 и 2 обозначают резонансы n = 0, 1 и 2 соответственно

шириной 0,7 мм (рис. 3,  $\delta$ ) сигнал и фон равны 0,8 и 0,05 с<sup>-1</sup> соответственно. Отношение сигнал/фон в этом случае равен 16. Таким образом, при уменьшении ширины диафрагмы в два раза интенсивность микропучка уменьшается примерно в два раза, а отношение сигнал/фон увеличивается в 1,6 раза.

Поляризационное отношение характеризует степень поляризации пучка и вычисляется как отношение интенсивности без переворота спина нейтронов uu или dd к интенсивности с переворотом спина нейтронов ud или du. Поляризационное отношение микропучка на рис. 3 составляет около 35, что совпадает с поляризационным отношением для пучка нейтронов без волновода. Это подтверждает, что немагнитный волновод не воздействует на поляризацию пучка нейтронов.

Далее рассмотрим результаты эксперимента с микропроволочкой. На рис. 4, a показана геометрия эксперимента. Внешнее магнитное поле величиной 20 Э прикладывалось параллельно (0°) или перпендикулярно (90°) оси проволочки. При этом спин нейтронов в микропучке перед образцом был направлен вдоль внешнего магнитного поля (для состояния u) или против поля (для состояния d).

На рис. 4, б показан результат пространственного сканирования проволочки в случае параллельного внешнего магнитного поля (0°) при ширине диафрагмы 1,4 мм. Виден минимум глубиной 40 % на интенсивности без переворота спина нейтронов ии и dd (левая ось ординат), ширина которого примерно совпадает с диаметром проволочки 190 мкм. Первый индекс (и или *d*) соответствует спину нейтронов перед образцом, а второй — после образца. Минимум интенсивности объясняется поглощением в боре. Можно видеть, что интенсивности двух состояний без переворота спина совпадают друг с другом в пределах статистической ошибки. При этом наблюдается небольшая интенсивность с переворотом спина нейтронов du (правая ось ординат). Это можно объяснить наличием доменов даже в таком относительно большом внешнем поле. Время измерения для состояний без переворота спина составляло 200 с на точку, а с переворотом спина — 400 с. Шаг сканирования был равен 25 мкм при ширине микропучка 2,6 мкм. На рис. 4, в приведено то же самое сканирование в параллельном внешнем поле (0°) для ширины диафрагмы 0,7 мм. На интенсивности ии (темные символы) видна небольшая асимметрия правой стороны минимума. Величина статистической ошибки равна размеру символов. Время измерения составляло 1800 с на одну точку для каждого состояния.

Сканирование микроструктуры в перпендикулярном внешнем магнитном поле при ширине диафрагмы 0,7 мм представлено на рис. 4, *г*. Время измерения составляло 800 с на точку для каждого состояния. Можно видеть, что пропускание без переворота спина *ии* (темные символы) в минимуме уменьшается с 60 до 25 % (левая ось ординат). При этом вероятность переворота спина нейтронов составляет 35 % (светлые символы, правая ось ординат).



Рис. 4. Эксперимент с проволочкой: *a*) геометрия эксперимента для параллельного  $(0^{\circ})$  и перпендикулярного  $(90^{\circ})$  оси проволочки внешнего магнитного поля величиной 20 Э; *б*) интенсивность микропучка в зависимости от координаты проволочки при параллельном внешнем поле и ширине диафрагмы 1,4 мм; *в*) параллельное поле, ширина диафрагмы 0,7 мм; *г*) перпендикулярное поле, ширина диафрагмы 0,7 мм

На кривой сканирования *ии* заметна асимметрия минимума справа. При изменении направления внешнего поля на противоположное асимметрия наблюдается слева. Данное поведение не является экспериментальным артефактом, а связано с асимметрией рассеянного магнитного поля вокруг проволочки.

На зависимости *du* тоже видна асимметрия пика справа. Также наблюдается периодическая осцилляция кривой с четко выраженными минимумами и максимумами с периодом около 50 мкм. Можно заметить, что эти осцилляции находятся в противофазе с интенсивностью *uu*. Положение максимумов *ud* совпадает с менее выраженными минимумами *uu*, и, наоборот, минимумы *ud* соответствуют менее выраженным максимумам *uu*. Таким образом, наблюдаются особенности на интенсивности прошедшего через проволочку пучка, причем поведение компонент без переворота и с переворотом спина нейтрона коррелирует. В дальнейшем будет проведено моделирование прецессии нейтрона в микроструктуре, чтобы описать экспериментальные данные.

# 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Поляризованный микропучок, полученный с помощью комбинации немагнитного плоского волновода и рефлектометра поляризованных нейтронов, использован для исследования микроструктуры аморфной магнитной проволочки диаметром 190 мкм, в которой существует компактное ядро диаметром 10 мкм с осевыми доменами и широкая оболочка с круговыми доменами. Поляризованный микропучок нейтронов шириной 2,6 мкм применен в качестве зонда для сканирования магнитной микроструктуры с высоким пространственным разрешением. При этом использован метод прецессии спина нейтронов при пропускании через образец. Получена карта распределения прецессии спина по сечению проволочки. Продемонстрировано, что, несмотря на низкую интенсивность микропучка порядка 1  $c^{-1}$ , данный метод позволяет получить статистически обеспеченные экспериментальные данные за приемлемое время порядка 20 ч. Это позволяет надеяться, что использование поляризованного микропучка приведет к значительному прогрессу в исследованиях магнитных микроструктур в объеме вещества. Объектами исследования могут быть одномерные магнитные структуры, такие как проволочки, полосовые домены, литографические решетки, магнитные вихри в сверхпроводниках.

Работа поддержана французским проектом IMAMINE 2010-09Т.

# ЛИТЕРАТУРА

- 1. Ott F. Focusing Optics for Neutrons // Modern Developments in X-Ray and Neutron Optics. Springer Series in Optical Sciences. 2008. V. 137. P. 113–134.
- 2. Pfeiffer F. et al. // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 88. P. 055507.
- 3. Kozhevnikov S. V. et al. // Physica B. 2011. V. 406. P. 2463.
- 4. Torrejón J. et al. // J. Magn. Magn. Mater. 2011. V. 323. P. 283.
- 5. Radu F., Ignatovich V. K. // Physica B. 2000. V. 292. P. 160.
- 6. Ignatovich V. K., Radu F. // Phys. Rev. B. 2001. V. 64. P. 205408.
- 7. Kozhevnikov S. V. et al. Experimental determination of the neutron channeling length in a planar waveguide (submitted to ZhETF).
- 8. Kozhevnikov S. V., Rühm A., Major J. // Crystallography Reports. 2011. V. 56. P. 1207.
- 9. Fermon C. et al. // Rev. Scient. Instrum. 2000. V. 71. P. 3797.
- 10. Thibaudeau P. et al. // Europhys. Lett. 2011. V. 93. P. 37003.

Получено 12 ноября 2012 г.

Редактор Е. В. Сабаева

Подписано в печать 12.12.2012. Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,75. Уч.-изд. л. 0,9. Тираж 230 экз. Заказ № 57862.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований 141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6. E-mail: publish@jinr.ru www.jinr.ru/publish/