

# Применение поляризованного микропучка нейтронов для исследования магнитной микроструктуры

© С.В. Кожевников<sup>1</sup>, F. Ott<sup>2,3</sup>, J. Torrejón<sup>4</sup>, M. Vázquez<sup>5</sup>, A. Thiaville<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия

<sup>2</sup> CEA, IRAMIS, Laboratoire Léon Brillouin, Gif-sur-Yvette, France

<sup>3</sup> CNRS, IRAMIS, Laboratoire Léon Brillouin, Gif-sur-Yvette, France

<sup>4</sup> Laboratoire de Physique des Solides, Université Paris-sud, CNRS, Orsay, France

<sup>5</sup> Instituto de Ciencia Materiales, CSIC, Madrid, Spain

E-mail: kozhevn@nf.jinr.ru

Экспериментально демонстрируется применение микропучка нейтронов для изучения внутренней магнитной микроструктуры. Объектом исследования является аморфная магнитная проволока диаметром  $190\ \mu\text{m}$ , внутри которой образуются осевые и круговые магнитные домены. В качестве зонда для сканирования с высоким пространственным разрешением выступает узкий микропучок нейтронов шириной  $2.6\ \mu\text{m}$ , который формируется трехслойной пленкой (плоским волноводом). Методом исследования является прецессия спина нейтронов при пропускании через образец.

Работа поддержана проектом IMAMINE 2010-09T (Франция).

## 1. Введение

Развитие нанотехнологии 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  $0.1\text{--}10\ \text{mm}$ . Поэтому для экспериментов с высоким пространственным разрешением разрабатываются различные фокусирующие устройства (преломляющие линзы, дифракционные решетки, изогнутые кристаллы-монокроматоры 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  $50\ \mu\text{m}$ .

Более эффективными устройствами являются плоские волноводы, которые формируют пучки нейтронов шириной  $0.1\text{--}10\ \mu\text{m}$ . неполяризованный микропучок нейтронов продемонстрирован в работе [2]. Поляризованные микропучки нейтронов получены с использованием волноводов из магнитных материалов в работе [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 применяться для изучения объемных свойств вещества. Поэтому использование поляризованного микропучка

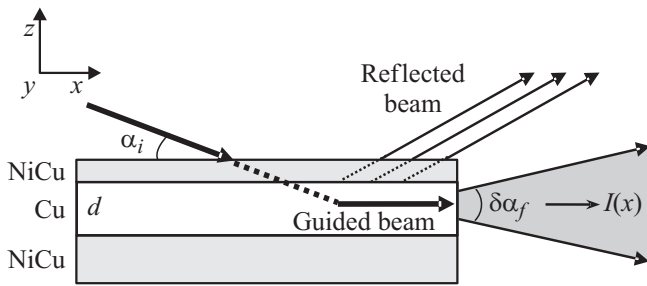
нейтронов открывает новые возможности для исследования магнитной микроструктуры в объеме вещества.

В качестве объекта исследования была выбрана проволока из аморфного магнетика. Теоретические модели показывают, что в такой проволоке диаметром  $30\text{--}200\ \mu\text{m}$  образуется магнитно-неколлинеарная структура типа „ядро-оболочка“ [4]. В компактном ядре диаметром около  $10\ \mu\text{m}$  возникают осевые домены с намагниченностью, направленной вдоль оси проволоки, а в оболочке образуются круговые домены с намагниченностью, направленной по окружности проволоки. 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 настоящей работы является экспериментальная проверка возможности использования микропучка нейтронов для исследования микроструктуры.

## 2. 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 нейтронно-оптическим 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  $5\text{--}30\ \text{nm}$ ), попадают в канал шириной  $d = 100\text{--}200\ \text{nm}$  и отражаются от толстого нижнего слоя ( $50\text{--}100\ \text{nm}$ ). В результате многократного



**Рис. 1.** Принцип действия плоского волновода. Нейтронный пучок попадает на поверхность трехслойной структуры с оптическим потенциалом для нейтронов в виде ямы. Затем нейтроны туннелируют через тонкий верхний слой внутрь волновода и каналируют в среднем слое вдоль поверхности. Часть пучка выходит обратно через поверхность, а часть нейтронов выходит из торца канала в виде расходящегося микропучка.

отражения внутри канала нейтронная волна резонансно усиливается для некоторых значений угла скольжения входного пучка  $\alpha_{in}$ , где  $n = 0, 1, 2, 3, \dots$ . При этом нейтронная плотность внутри канала в резонансе увеличивается в 10–100 раз. Теория нейтронных резонансов в слоистых структурах написана в работе [5].

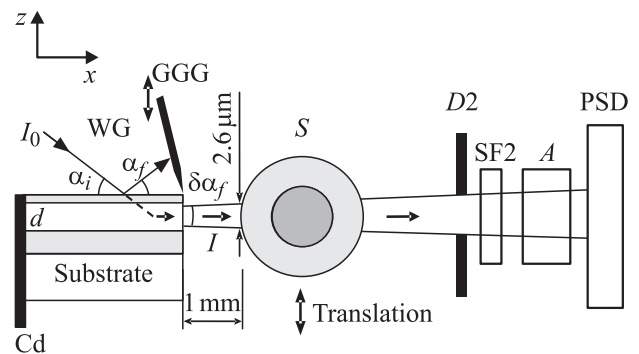
Часть нейтронов выбывает из канала (туннелирует) через верхний слой, а другая часть распространяется вдоль канала (каналирует) и выходит из торца в виде расходящегося микропучка. Ширина микропучка равна ширине канала  $d$ , а угловая расходимость определяется условиями фраунгоферовской дифракции на узкой 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 канализовании вдоль канала в зависимости от пройденного расстояния  $x$  как функция  $\exp(-x/x_e)$ , где  $x_e$  — параметр, называемый длиной канализования. Теория канализования нейтронов в волноводах описана в [6]. Впервые длина канализования нейтронов была измерена экспериментально в работе [7] и составила величину порядка нескольких миллиметров. Это означает, что только последняя часть волновода длиной несколько миллиметров эффективно преобразует входной пучок нейтронов в микропучок. Длина канализования увеличивается с ростом толщины верхнего слоя, ширины канала и глубины потенциальной ямы волновода.

### 3. Схема эксперимента

Для формирования поляризованного микропучка нейтрона использована комбинация немагнитного волновода и поляризационного анализа. Такая схема была экспериментально продемонстрирована в работе [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 (LLB, Saclay, France) с вертикальным расположением плоскости волновода [9]. Рефлектометр работает в режиме монохроматического пучка с длиной волны нейтронов  $4.0 \text{ \AA}$  (разрешение 7%). Угловая расходимость входного пучка нейтронов была равна  $0.02^\circ$ . На рис. 2 приведена схема эксперимента. Пучок нейтронов поляризовался при пропускании через многослойное намагниченное зеркало (поляризатор–монохроматор), 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  $I_0$  попадал на поверхность волновода (WG) под углом скольжения  $\alpha_i = 0.32^\circ$ . Волновод представлял собой трехслойную немагнитную структуру  $\text{Ni}_{0.67}\text{Cu}_{0.33}$  (20 nm)/Cu (150 nm)/ $\text{Ni}_{0.67}\text{Cu}_{0.33}$  (50 nm)//Si (подложка) с размерами подложки  $25 \times 25 \times 1 \text{ mm}$ . Немагнитный сплав Ni (67 at.%)Cu (33 at.%) обладает высоким ядерно-оптическим потенциалом для нейтронов. Подобный волновод был исследован в работе [8].

Прямой и прошедший через подложку пучки были блокированы поглощающей нейтроны Cd-пластиной на входном торце подложки, а прямой и отраженный пучки поглощались кристаллом GGG (Gd–Ga-garnet) с острыми краями. GGG-кристалл мог перемещаться с малым шагом с помощью микрометрического устройства. Измеренная экспериментально длина канализования в данном волноводе составила  $1.7 \pm 0.2 \text{ mm}$ .



**Рис. 2.** Схема эксперимента (вид сверху). Поляризованный пучок нейтронов (поляризатор и первый спин-флиппер не показаны) попадает под скользким углом на поверхность волновода (WG), плоскость которого расположена вертикально. Фиксированная пластина Cd из поглощающего нейтроны кадмия и подвижная пластина из кристалла GGG (Gd–Ga-garnet) блокируют паразитные пучки и уменьшают фон. Затем микропучок проходит через проволоку  $S$ , расположенную вертикально на расстоянии 1 mm от выхода волновода. При сканировании структуры проволока перемещается поперек пучка микрометрическим устройством, а микропучок фиксирован. Нейтроны проходят через диафрагму  $D2$ , второй спин-флиппер SF2, анализатор  $A$  и регистрируются позиционно-чувствительным детектором PSD. Для анализа магнитной структуры используется метод прецессии спина нейтронов.

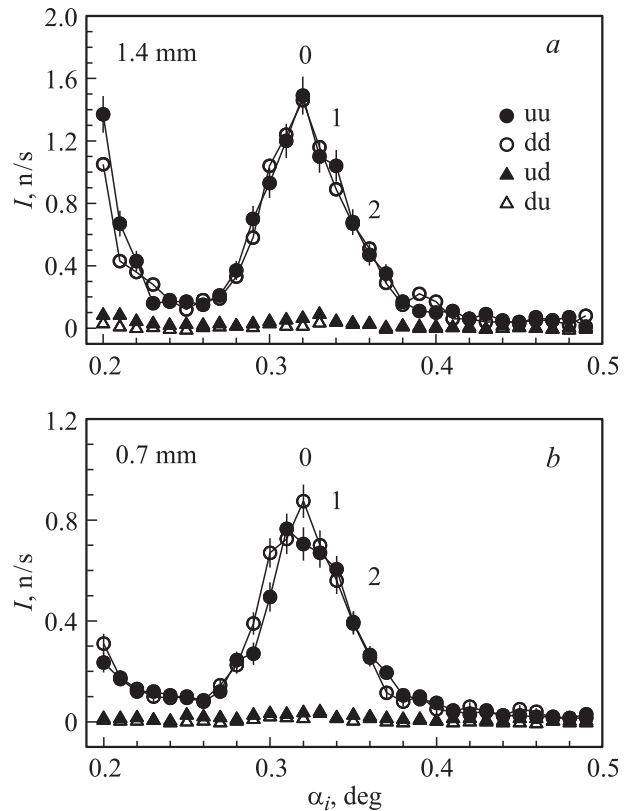
На выходе волновода формировался поляризованный микропучок нейтронов интенсивностью  $I$  и с угловой расходимостью  $0.14^\circ$ . Исследуемый образец ( $S$ ) представлял собой аморфную магнитную проволоку  $(\text{Co}_{0.94}\text{Fe}_{0.06})_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$  диаметром  $190\ \mu\text{m}$  с компактной сердцевинкой диаметром  $10\ \mu\text{m}$ . Проволока была натянута вертикально на специальную рамку, которая перемещалась поперек направления пучка с помощью микрометрического устройства. Расстояние между волноводом и проволокой составляло  $1\ \text{mm}$ , что с учетом расходимости приводит к ширине микропучка на месте образца  $2.6\ \mu\text{m}$ . Микропучок имел форму узкой вытянутой вертикальной щели высотой  $15\ \text{mm}$ , параллельной оси проволоки. Параллельность проволоки относительно микропучка проверялась по максимуму поглощения прошедших нейтронов. Поскольку образец содержал поглощающий нейтроны бор, коэффициент поглощения составлял около  $50\%$ . Следует отметить, что зеркально отраженный от поверхности волновода пучок и микропучок параллельны друг другу. Поэтому существует возможность юстировки проволоки с помощью более интенсивного пучка, зеркально отраженного при малых углах скольжения. При этом вся конструкция (волновод, GGG-кристалл и проволока) собрана на единой платформе в гониометре, что позволяет поворачивать ее на один угол и сохранять расположение отдельных частей относительно друг друга.

С помощью диафрагмы  $D_2$  после образца можно было выбирать центральную часть микропучка и тем самым уменьшать фон от прямого и отраженного пучков. Спин прошедших нейтронов переворачивался вторым спин-флиппером типа Мезея (SF2) и исследовался с помощью анализатора (A), который представлял собой намагниченное суперзеркало в геометрии пропускания. Нейтроны регистрировались двумерным позиционно-чувствительным газовым  $^3\text{He}$ -детектором. Для анализа микроструктуры использовался метод прецессии спина нейтронов при пропускании [10].

## 4. Результаты

Обозначим буквами  $u$  (up) и  $d$  (down) направление спина нейтронов вдоль вектора ведущего магнитного поля и противоположно ему соответственно. В полном поляризационном анализе регистрируются четыре интенсивности нейтронов:  $uu$ ,  $dd$ ,  $ur$ ,  $du$ . Здесь первый символ обозначает направление спина нейтронов относительно ведущего магнитного поля перед волноводом, а второй — после волновода.

На рис. 3,  $a$  и  $b$  показана интенсивность микропучка нейтронов без проволоки для четырех спиновых состояний в зависимости от угла скольжения входного пучка  $\alpha_i$  для ширины диафрагмы  $D_2$ , равной  $1.4$  и  $0.7\ \text{mm}$ . Цифры 0, 1 и 2 обозначают пики для резонансов  $n = 0$ , 1 и 2 соответственно, которые перекрываются между собой из-за угловой расходимости начального пучка и



**Рис. 3.** Интенсивность микропучка для различных спиновых состояний в зависимости от угла скольжения начального пучка при ширине диафрагмы  $D_2$  после образца, равной  $1.4$  ( $a$ ) и  $0.7\ \text{mm}$  ( $b$ ). Цифры 0, 1 и 2 обозначают резонансы  $n = 0$ , 1 и 2 соответственно.

разрешения по длине волны. Сканирование проведено по схеме theta–theta, когда все плечо после образца вращается так, чтобы диафрагма  $D_2$  и детектор находились в направлении горизонта (поверхности волновода). Интенсивность нейтронов слева в районе угла  $0.2^\circ$  соответствует части прямого пучка, прошедшего над поверхностью волновода в щель между GGG-кристаллом. Этот пучок дает фон в области микропучка при угле  $0.32^\circ$ . Изменяя ширину диафрагмы  $D_2$ , можно менять отношение сигнал/фон. При ширине диафрагмы  $D_2$ , равной  $1.4\ \text{mm}$  (рис. 3,  $a$ ), сигнал составляет  $1.5\ \text{n/s}$ , а фон равен  $0.15\ \text{n/s}$ . Параметр сигнал/фон составляет 10. Для диафрагмы шириной  $0.7\ \text{mm}$  (рис. 3,  $b$ ) сигнал и фон равны  $0.8$  и  $0.05\ \text{n/s}$  соответственно. Отношение сигнал/фон в этом случае равно 16. Таким образом, при уменьшении ширины диафрагмы в 2 раза интенсивность микропучка уменьшается примерно в 2 раза, а отношение сигнал/фон увеличивается в 1.6 раза.

Поляризационное отношение характеризует степень поляризации пучка и вычисляется как отношение интенсивности нейтронов без переворота спина  $uu$  или  $dd$  к интенсивности нейтронов с переворотом спина  $ud$  или  $du$ . Поляризационное отношение микропучка на рис. 3 составляет около 35, что совпадает с поляризаци-

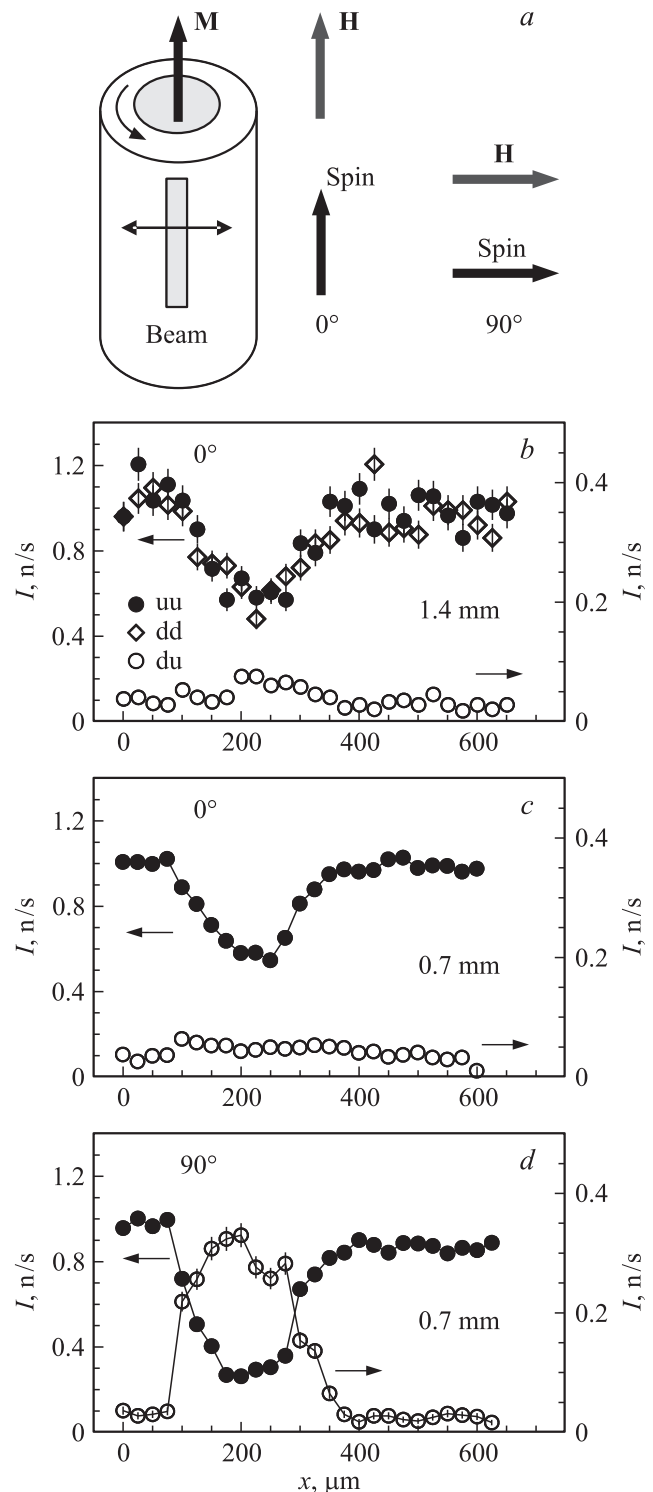
онным отношением для пучка нейтронов без волновода. Это подтверждает, что немагнитный волновод не воздействует на поляризацию пучка нейтронов.

Далее рассмотрим результаты эксперимента с микропроволокой. На рис. 4, *a* показана геометрия эксперимента. Внешнее магнитное поле величиной 20 Ое прикладывалось параллельно ( $0^\circ$ ) или перпендикулярно ( $90^\circ$ ) оси проволоки. 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, *b* показан результат пространственного сканирования проволоки в случае параллельного внешнего магнитного поля ( $0^\circ$ ) при ширине диафрагмы 1.4 мм. Виден минимум глубиной 40% на кривой для интенсивности нейтронов без переверота спина *uu* и *dd* (левая ось), ширина которого примерно совпадает с диаметром проволоки 190  $\mu\text{m}$ . Первый символ (*u* или *d*) соответствует спину нейтронов перед образцом, а второй — после образца. Минимум интенсивности объясняется поглощением в боре. Можно видеть, что интенсивности двух состояний без переверота спина совпадают друг с другом в пределах статистической ошибки. При этом наблюдается небольшая интенсивность нейтронов с переверотом спина *du* (правая ось). Это можно объяснить наличием доменов даже в таком относительно большом внешнем поле. Время измерения для состояний без переверота спина составляло 200 с на точку, а с переверотом спина — 400 с. Шаг сканирования был равен 25  $\mu\text{m}$  при ширине микропучка 2.6  $\mu\text{m}$ . На рис. 4, *c* приведено то же самое сканирование в параллельном внешнем поле ( $0^\circ$ ) для ширины диафрагмы 0.7 мм. На кривой *uu* (темные точки) для интенсивности видна небольшая асимметрия правой стороны минимума. Величина статистической ошибки равна размеру точек. 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, *d*. Время измерения составляло 800 с на точку для каждого состояния. Можно видеть, что пропускание без переверота спина *uu* (темные точки) в минимуме уменьшается с 60 до 25% (левая ось). При этом вероятность переверота спина нейтронов составляет 35% (светлые точки, правая ось). На кривой сканирования *uu* 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 проволоки.

На зависимости *du* тоже видна асимметрия пика справа. Также наблюдается периодическая осцилляция кривой с четко выраженными минимумами и максимумами с периодом около 50  $\mu\text{m}$ . Можно заметить, что эти осцилляции находятся в противофазе с осцилляциями на зависимости *uu*. Положение максимумов *ud* совпадает



**Рис. 4.** Эксперимент с проволокой. *a* — геометрия эксперимента для параллельного ( $0^\circ$ ) и перпендикулярного ( $90^\circ$ ) оси проволоки внешнего магнитного поля величиной 20 Ое; *b* — интенсивность микропучка в зависимости от координаты проволоки при параллельном внешнем поле и ширине диафрагмы 1.4 мм; *c* — параллельное поле, ширина диафрагмы 0.7 мм; *d* — перпендикулярное поле, ширина диафрагмы 0.7 мм.

с менее выраженными минимумами  $u_x$  и  $u_y$ , наоборот, минимумы  $u_z$  соответствуют менее выраженным максимумам  $u_x$ . Таким образом, наблюдаются особенности для интенсивности прошедшего через проволоку пучка, причем поведение компонент без переворота и с переверотом спина нейтрона коррелирует. В дальнейшем будет проведено моделирование прецессии нейтрона в микроструктуре, чтобы описать экспериментальные данные.

## 5. Заключение

Поляризованный микропучок, полученный с помощью комбинации немагнитного плоского волновода и рефлектометра поляризованных нейтронов, использован для исследования микроструктуры аморфной магнитной проволочки диаметром  $190\ \mu\text{m}$ , в которой существует компактное ядро диаметром  $10\ \mu\text{m}$  с осевыми доменами, а также широкая оболочка с круговыми доменами. Поляризованный микропучок нейтронов шириной  $2.6\ \mu\text{m}$  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 проволоки. Продемонстрировано, что, несмотря на низкую интенсивность микропучка порядка  $1\ \text{n/s}$ , данный метод позволяет получить статистически обеспеченные экспериментальные данные за приемлемое время (порядка  $20\ \text{h}$ ). Это позволяет надеяться на то, что использование поляризованного микропучка приведет к значительному прогрессу в исследованиях магнитных микроструктур в объеме вещества. Объектами исследования могут быть одномерные магнитные структуры, такие как проволоки, полосовые домены, литографические решетки, магнитные вихри в сверхпроводниках.

## Список литературы

- [1] F. Ott. In: Modern Developments in X-ray and neutron optics. Springer Ser. in Optical Sciences. Springer, N.Y. (2008). V. 137. P. 113.
- [2] F. Pfeiffer, V. Leiner, P. Høghøj, I. Anderson. Phys. Rev. Lett. **88**, 055 507 (2002).
- [3] S.V. Kozhevnikov, A. Rühm, F. Ott, N.K. Pleshanov, J. Major. Physica B **406**, 2463 (2011).
- [4] J. Torrejón, A. Thiaville, A.L. Adenot-Engelvin, M. Vázquez, O. Acher. J. Magn. Magn. Mater. **323**, 283 (2011).
- [5] F. Radu, V.K. Ignatovich. Physica B **292**, 160 (2000).
- [6] V.K. Ignatovich, F. Radu. Phys. Rev. B **64**, 205 408 (2001).
- [7] S.V. Kozhevnikov, V.K. Ignatovich, F. Ott, A. Rühm, J. Major. ЖЭТФ, в печати.
- [8] S.V. Kozhevnikov, A. Rühm, J. Major. Кристаллография. **56**, 1207 (2011).
- [9] C. Fermon, F. Ott, G. Legoff, H. Glättli, V. Wintenberger. Rev. Sci. Inst. **71**, 3797 (2000).
- [10] P. Thibaudeau, F. Ott, A. Thiaville, V. Dubuget, F. Duverger. Europhys. Lett. **93**, 37 003 (2011).