

Федеральное агентство научных организаций
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева
Уральского отделения Российской академии наук
(ИФМ УрО РАН)

УТВЕРЖДАЮ

№ АААА-А17-117021310106-7

Зам. директора
доктор физ.-мат. наук

_____ А.П. Носов
«_____» _____ 2016 г

О Т Ч Е Т О ПРОВЕДЕНИИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследование обменных взаимодействий кирально-упорядоченных магнитных
слоев в редкоземельных сверхрешетках

по теме:

ВЫБОР И ОБОСНОВАНИЕ НАПРАВЛЕНИЙ ИССЛЕДОВАНИЙ,
ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛЕНОК Dy
(промежуточный)

Этап 1

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям
развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы»

Соглашение о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067

Руководитель проекта,
академик РАН

подпись, дата

В.В. Устинов

Екатеринбург 2016

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель проекта, академик РАН	_____	В.В. Устинов (Введение, Заключение)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, в.н.с., д-р физ.-мат. наук	_____	М.А. Андреева (5, 6)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, аспирант	_____	Н.О. Антропов (3, 4, Приложение В, Г)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, м.н.с.	_____	Н.С. Банникова (4)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, аспирант	_____	Р.А. Баулин (5, 6)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, с.н.с., к-т физ.-мат. наук	_____	Е.А. Кравцов (Введение, 1, 7, Заключение, Приложение А)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, с.н.с., к-т физ.-мат. наук	_____	Т.П. Криницина (3)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, в.н.с., к-т физ.-мат. наук	_____	М.А. Миляев (2, Приложение А, Б)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, аспирант	_____	Е.С. Никова (5,6)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, с.н.с., к-т физ.-мат. наук	_____	Э.М. Пашаев (3, Приложение В)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, м.н.с.	_____	В.В. Проглядо (2, Приложение А, Б)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, м.н.с.	_____	М.В. Рябухина (3, 4, Приложение В, Г)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, с.н.с., к-т физ.-мат. наук	_____	Ю.А. Саламатов (5,6)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, рук. лаб., к-т физ.-мат. наук	_____	И.А. Субботин (3, Приложение В)
	подпись, дата	
Исполнитель проекта, м.н.с.	_____	Е.М. Якунина (3, 4, Приложение В, Г)
	подпись, дата	
Нормоконтролер	_____	Н.А. Гоглева
	подпись, дата	

РЕФЕРАТ

Отчет содержит 98 страниц, 21 рисунок, 3 таблицы, 50 источников, 5 приложений.

СПИНТРОНИКА, РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ СВЕРХРЕШЕТКИ, МЕССБАУЭРОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ, МЕЖСЛОЙНОЕ ОБМЕННОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ, КИРАЛЬНОСТЬ, ЯДЕРНОЕ РЕЗОНАНСНОЕ РАССЕЯНИЕ

Объектом исследования являются сверхтонкие пленки Dy и магнитные наноструктуры, образованные чередующимися слоями Dy и Gd.

Цель работы - исследование микроскопической магнитной структуры кирально-упорядоченных сверхрешеток как потенциальных элементов устройств наноспинтроники методами ядерного резонансного рассеяния и спектроскопии с использованием синхротронного излучения, а также дальнейшее развитие таких методов применительно к редкоземельным сверхрешеткам на основе Dy.

Задачи первого этапа проекта полностью выполнены. Методом высоковакуумного магнетронного распыления синтезированы высококачественные сверхтонкие пленки Dy и сверхрешетки Dy/Gd. Рентгеноструктурные исследования, проведенные с использованием методов рентгеновской рефлектометрии и дифрактометрии высокого разрешения, подтвердили высокое качество полученных образцов: строго выдержанная периодичность слоистой структуры, резкие межслойные границы, эпитаксиальная внутрикристаллическая структура. Магнитометрические исследования, проведенные с помощью сквид-магнитометрии и рефлектометрии поляризованных нейтронов, обнаружили особенности магнитного поведения, которые могут быть связаны с киральным магнитным упорядочением в слоях Dy.

Проведенное нами теоретическое моделирование показало, что особенности магнито-кирального упорядочения могут быть эффективно исследованы с помощью

ядерного резонансного рассеяния на резонансной энергии 25.61 keV, соответствующей резонансу ^{161}Dy . В ходе эксперимента на эталонной пленке Dy, проведенного на станции ID18 Европейского центра синхротронного излучения, были впервые детектированы спектры ядерно-резонансной рефлектометрии от тонкой пленки, содержащей ^{161}Dy .

Анализ полученных результатов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции совместно со структурными, магнитными и др. данными позволит определить толщинные зависимости профилей намагниченности в исследуемых сверхрешетках Dy/Gd. Полученные результаты будут способствовать созданию новых материалов спинтроники на основе кирально-упорядоченных магнитных сверхрешеток.

Выполненные работы и полученные в ходе их выполнения результаты полностью соответствуют Техническому заданию (Приложение № 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067).

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	7
ВВЕДЕНИЕ	8
ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ	11
1. Аналитический обзор современной литературы	11
2. Синтез образцов тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd	17
3. Рентгеноструктурные исследования тонких пленок и многослойных наноструктур на основе Dy	19
4. Магнитометрические исследования тонких пленок и многослойных наноструктур на основе Dy	32
5. Теоретическое моделирование спектров ядерно-резонансного отражения от тонких пленок многослойных наноструктур на основе изотопа ^{161}Dy	36
6. Измерение спектров ядерно-резонансного отражения от эталонной пленки Dy	46
7. Анализ и обобщение полученных результатов	48
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	50
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	53
ПРИЛОЖЕНИЕ А. Акт синтезирования образцов тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, отличающихся	59

толщиной слоев Dy и Gd

ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Методика синтеза образцов тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, отличающихся толщиной слоев Dy и Gd	61
--	----

ПРИЛОЖЕНИЕ В. Методика рентгеноструктурных исследований тонких пленок Dy и многослойных наноструктур на основе Dy	72
---	----

ПРИЛОЖЕНИЕ Г. Методика магнитометрических исследований тонких пленок Dy и многослойных наноструктур на основе Dy	80
--	----

ПРИЛОЖЕНИЕ Д. Список работ, опубликованных в ходе выполнения исследования	98
---	----

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

ВМ	- Вибрационная магнитометрия
ВМР	- Высоковакуумное магнетронное распыление
МЛЭ	- Молекулярно-лучевая эпитаксия
ММН	- Многослойные магнитные наноструктуры
МС	- Мессбауэровская спектроскопия
РДВР	- Рентгеновская дифрактометрия высокого разрешения
РЗМ	-Редкоземельный металл
РР	- Рентгеновская рефлектометрия
ПНР	- Рефлектометрия поляризованных нейтронов
СИ	- Синхротронное излучение
ЯРР	- Ядерно-резонансное рассеяние
ESRF	- Европейский центр синхротронного излучения

ВВЕДЕНИЕ

Наноспинтроника, новейшая ветвь микроэлектроники, использующая спин электронов для записи, хранения и считывания информации, является сегодня одной из самых перспективных отраслей электронной наноиндустрии. Искусственные многослойные наноструктуры, образованные чередующимися слоями магнитных и немагнитных материалов – новый класс магнитных материалов, активное изучение которых началось в 1980-х годах. Эффект гигантского магнетосопротивления, открытый в сверхрешетках Fe/Cr в 1988 году, послужил катализатором резкого роста числа работ в области искусственных многослойных магнитных материалов.

Считывающие головки устройств обработки информации на магнитных носителях последнего поколения уже содержат в качестве сенсора магнитного поля базовые элементы спинтроники – многослойные магнитные металлические наноструктуры, обладающие гигантским магнетосопротивлением. На сегодняшний день научный задел, сформированный при исследовании систем с гигантским магнетосопротивлением как основы элементной базы спинтроники, практически исчерпан и ведущие производители микроэлектроники совместно с учеными из ведущих научных лабораторий ведут широкие исследования в поисках новых материалов для элементов спинтроники следующего поколения.

Одно из таких перспективных и бурно развивающихся направлений современной наноспинтроники – исследования кирально-упорядоченных магнитных наноструктур, в которых внутри отдельных наноразмерных слоев направление магнитных моментов изменяется с толщиной, причем период изменений несоизмерим с периодом кристаллической решетки. Киральность (направление поворота магнитных моментов) в таких системах служит дополнительным параметром порядка, позволяющим контролировать физические свойства системы. Исследование корреляции макроскопических свойств и микроскопической магнитной структуры кирально-упорядоченных многослойных наноструктур, развитие новых экспериментальных методов, позволяющих определять и изменять

киральность в магнитных наноструктурах – критически важно для достижения прогресса в создании новых материалов наноспинтроники.

Проект направлен на исследование микроскопической магнитной структуры кирально-упорядоченных магнитных сверхрешеток и определение ее роли в формировании их макроскопических физических свойств. В качестве основного материала кирально-упорядоченных сверхрешеток мы планируем использовать Dy – редкоземельный металл, в наноразмерных слоях которого при низких температурах реализуется геликоидальное упорядочение магнитных моментов. В редкоземельных сверхрешетках на основе Dy геликоидально упорядоченные магнитные структуры в отдельных слоях Dy могут быть также кирально-упорядочены друг относительно друга по всей сверхрешетке. Подобного рода кирально-упорядоченные магнитные наносистемы были обнаружены в сверхрешетках Dy/Gd с помощью нейтронной дифракции. Было также установлено, что изменение киральности в сверхрешетках Dy/Gd приводит к значительным изменениям в их магнитном упорядочении. Следует отметить, что на сегодняшний день сверхрешетки Dy/Gd остаются малоизученными, экспериментальные данные получены только для трех образцов сверхрешеток Dy/Gd для некоторых значений магнитного поля и температуры. Применение дифракции нейтронов для систематических исследований сверхрешеток Dy/Gd представляется малоперспективным ввиду того, что данная методика позволяет получить крайне ограниченную информацию о магнитном упорядочении сверхрешеток Dy/Gd, но при этом требует систем с очень большим количеством материала.

^{161}Dy – мессбауэровский изотоп, что позволяет применить методы ядерного резонансного рассеяния с использованием синхротронного излучения для исследования магнитной структуры сверхрешеток $^{161}\text{Dy/Gd}$. В частности, применение ядерной резонансной рефлектометрии и ядерной резонансной дифракции позволит получить детальную информацию о межслойном и внутрислойном магнитном упорядочении Dy в сверхрешетках Dy/Gd как функции толщины слоев, температуры и магнитного поля. На станции ID18 ESRF обеспечены

возможности проведения уникальных экспериментов на резонансной энергии 25.61 keV, соответствующей резонансу ^{161}Dy . Эта установка позволяет измерять мессбауэровские спектры зеркального отражения при различных углах скольжения, что дает информацию о сверхтонких магнитных полях и их ориентации с разрешением по глубине до 0.1 нм. Уникальность оборудования станции ID18 заключается также в том, что измерения можно проводить в широком интервале температур, включая гелиевые температуры (что практически невозможно в мессбауэровских лабораториях в России), а также с весьма большими магнитными полями: до 5 Тл. Имеется возможность использования специальной оптики для получения циркулярной поляризации гамма излучения, необходимой для определения киральности магнитной системы. Таким образом, эта станция предоставляет уникальные возможности для исследования нашей проблемы. Следует отметить, что на сегодняшний день еще не было экспериментов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции на ^{161}Dy и в рамках предлагаемого проекта предполагается развитие и экспериментальная апробация данной методики.

Анализ полученных результатов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции совместно со структурными, магнитными и др. данными позволит определить толщинные зависимости профилей намагниченности в исследуемых сверхрешетках Dy/Gd. Полученные результаты будут способствовать созданию новых материалов спинтроники на основе кирально-упорядоченных магнитных сверхрешеток.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

1. Аналитический обзор современной литературы

Многослойные магнитные наноструктуры – это новый класс искусственных магнитных материалов, образованных чередующимися слоями магнитных и немагнитных материалов. Толщины отдельных слоев составляют, как правило, единицы – десятки нанометров и прецизионно контролируются на атомном уровне. Спин-зависящие эффекты в магнитных многослойных наноструктурах стали активно изучаться после открытия в 1988 году эффекта гигантского магнетосопротивления в сверхрешетках Fe/Cr [1,2]. Было установлено, что при изменении взаимной ориентации магнитных моментов соседних слоев Fe под действием магнитного поля с антипараллельной на параллельную наблюдается значительное уменьшение сопротивления сверхрешетки. В работе [1] наблюдалось изменение сопротивления на 50 % и эффект получил название эффекта гигантского магнетосопротивления. Позднее, эффект гигантского магнетосопротивления был обнаружен в большом числе других систем [3-5]. Ввиду значительного прикладного значения и перспектив использования материалов с гигантским магнетосопротивлением в системах записи информации, развернулись широкие исследования таких материалов [5]. Анализ опубликованной к настоящему времени в открытых научных публикациях обширной информации по системам, обладающим гигантским магнетосопротивлением, показывает, что за рубежом уже синтезированы, исследованы и практически освоены десятки различных вариантов наноструктур. Характерными особенностями таких наноструктур, являются возможность значительного изменения их электросопротивления даже очень слабыми магнитными полями и возможность управления температурно-зависящими характеристиками, важными для практического использования. На сегодняшний день научный задел, сформированный при исследовании систем с гигантским магнетосопротивлением как основы элементной базы спинтроники, практически

исчерпан и ведущие производители микроэлектроники совместно с учеными из ведущих научных лабораторий ведут широкие исследования в поисках новых материалов для элементов спинтроники следующего поколения [6].

Одно из таких перспективных и бурно развивающихся направлений современной наноспинтроники – исследования кирально-упорядоченных магнитных наноструктур, в которых внутри отдельных наноразмерных слоев направление магнитных моментов изменяется с толщиной, причем период изменений несоизмерим с периодом кристаллической решетки. Киральность (направление поворота магнитных моментов) в таких системах служит дополнительным параметром порядка, позволяющим контролировать физические свойства системы. Исследование корреляции макроскопических свойств и микроскопической магнитной структуры кирально-упорядоченных многослойных наноструктур, развитие новых экспериментальных методов, позволяющих определять и изменять киральность в магнитных наноструктурах – критически важно для достижения прогресса в создании новых материалов наноспинтроники [7-10].

На сегодняшний день основным направлением в исследовании магнито-киральных систем является скирмионы, представляющие собой киральные магнитные вихри, способные образовывать упорядоченные структуры (решетки) в кристаллах. Скирмионы представляют собой квазичастицу, они могут перемещаться по кристаллам под действием электрического тока, в принципе, они могут быть использованы для записи информации. Впервые скирмионные решетки были обнаружены при низких температурах в нецентросимметричных объемных магнетиках [19-20] и в тонких пленках [21]. Создание и передача изолированных магнитных скирмионов в тонких пленках считается ключевой задачей скирмионики – нового направления, нацеленного на использование скирмионов в логических устройствах, элементах памяти, компьютерных устройствах [22-25]. В 2016 году скирмионы были обнаружены в тонких пленках и сверхрешетках при комнатной температуре [26-27]. Сильное спин-орбитальное взаимодействие в этих наносистемах на интерфейсе между магнитным слоем с перпендикулярной

магнитной анизотропией и тяжелым металлом обеспечивает наличие взаимодействия Дзялошинского-Мория, достаточно сильного, чтобы стабилизировать скирмионы [12, 28-29].

Скирмионы могут перемещаться с помощью спин-поляризованного тока, который взаимодействует с магнитным моментом скирмионов [30]. Особенность скирмионов в том, что они не могут двигаться по прямой линии вдоль направления управляющего тока, их траектории смещаются из-за действия силы Магнуса. Этот эффект смещения траекторий скирмионов получил название скирмионного эффекта Холла [11]. Главная проблема, с которой столкнулись при конструировании наноскирмионных устройств состоит в том, что магнитные скирмионы разрушаются на границах нанопроводов [31,32]. Таким образом, скирмионный Холл существенно ограничивает возможности по миниатюризации наноскирмионных устройств высокой плотности записи: на сегодняшний день размеры нанопроводов в таких устройствах не могут быть меньше нескольких десятков нанометров.

Одно из наиболее перспективных направлений исследований по уменьшению скирмионного эффекта Холла, которое активно развивается в последние 3-5 лет, связано с использованием для перемещения скирмионов вместо направляющего тока спиновых волн или магнонов [33-39]. Было показано, что скирмион может передвигаться с помощью магнонов, индуцированных градиентом температуры в киральном ферромагнитном изоляторе [38,39]. Более того, скирмионный угол Холла может стать даже нулевым для случая высокоэнергетичных магнонов [37]. Тем не менее, по сравнению со схемой, когда скирмионы передвигаются с помощью тока, представляется намного более трудным генерировать спиновые волны в наноразмерных нанопроводах со спектральными свойствами, необходимыми для движения скирмионов [35, 40]. Также очень трудным представляется обеспечить скирмионные нанотоки на основе градиентов температуры.

В последние 2-3 года были предложены конкретные схемы по реализации систем хранения информации [41] и элементов магнитной памяти на основе

скирмионных токов [42,43], реализуемых в схеме с управляющими спин-поляризованными токами.

Отмечая значительные достижения последних лет в сферах синтеза, научных исследований и практического использования устройств наноспинтроники на основе магнитокиральных материалов, следует сказать, что данные достижения относятся в основном к зарубежным научным коллективам и компаниям. На сегодняшний день в России очень мало научных коллективов, которые имели бы опыт изготовления и исследований многослойных магнитных материалов с магнитокиральным упорядочением. Нет также сведений о промышленных предприятиях в России, изготавливающих наноразмерные устройства на их основе.

Многослойные пленки и сверхрешетки на основе ферромагнитных редкоземельных 4f металлов, в которых реализуется геликоидально-упорядоченная магнитная структура, являются популярными системами для реализации кирально-упорядоченных магнитных состояний, в том числе и скирмионов. Одним из наиболее перспективных материалов представляется диспрозий – редкоземельный ферромагнитный материал, в котором в интервале температур от 80 К до 180 К реализуется геликоидальное антиферромагнитное упорядочение. Было установлено, что в многослойных наноструктурах (сверхрешетках) на основе диспрозия, например, в сверхрешетках Dy/Y [44] наблюдается дальнodelействующее спиральное когерентное магнитное упорядочение в слоях Dy, причем период спирали несоизмерим с постоянной решетки и толщиной слоев Dy. Сравнительно недавно с помощью рефлектометрии поляризованных нейтронов было показано [45], что с в сверхрешетках Dy/Y помощью магнитного поля можно индуцировать спиральное магнитное упорядочение с заданной киральностью.

Еще более перспективными, хотя и значительно менее изученными, являются сверхрешетки Dy/Gd. Более 25 лет назад было экспериментально показано [46,47], что в таких сверхрешетках при некоторых толщинах слоев Dy и Gd при низких температурах реализуется когерентное кирально-упорядоченное состояние, причем когерентность сохраняется по всей толщине сверхрешетки. В целом, система Dy/Gd

представляется чрезвычайно перспективной как для фундаментальных исследований особенностей косвенного обменного взаимодействия редкоземельных металлов, так и с точки зрения поиска новых магнитных наноматериалов с киральным магнитным упорядочением.

Исследование кирального упорядочения 25 лет назад было чрезвычайно трудной задачей, поскольку было возможно только с помощью дифракции поляризованных нейтронов, для чего необходимы наносистемы с очень большим количеством материала. За прошедшее время был достигнут значительный прогресс как в технологиях синтеза многослойных редкоземельных наноструктур, так и в развитии методик их структурной и магнитной характеристики. ^{161}Dy – мессбауэровский изотоп, что позволяет применить методы ядерного резонансного рассеяния с использованием синхротронного излучения для исследования магнитной структуры сверхрешеток $^{161}\text{Dy}/\text{Gd}$ со сравнительно малым количеством материала. Было экспериментально показано, что для исследования систем на основе ^{161}Dy можно применять методику ядерного резонансного рассеяния с использованием синхротронного излучения [48]. В частности, применение ядерной резонансной рефлектометрии и ядерной резонансной дифракции позволит получить детальную информацию о межслойном и внутрислойном магнитном упорядочении Dy в сверхрешетках Dy/Gd как функции толщины слоев, температуры и магнитного поля. Такая методика достаточно хорошо разработана применительно к системам на основе изотопа ^{57}Fe [49,50] и может быть перенесена на системы с ^{161}Dy .

На станции ID18 ESRF обеспечены возможности проведения уникальных экспериментов на резонансной энергии 25.61 keV, соответствующей резонансу ^{161}Dy . Эта установка позволяет измерять мессбауэровские спектры зеркального отражения при различных углах скольжения, что дает информацию о сверхтонких магнитных полях и их ориентации с разрешением по глубине до 0.1 нм. Уникальность оборудования станции ID18 заключается также в том, что измерения можно проводить в широком интервале температур, включая гелиевые температуры (что практически невозможно в мессбауэровских лабораториях в России), а также с

весьма большими магнитными полями: до 5 Тл. Имеется возможность использования специальной оптики для получения циркулярной поляризации гамма излучения, необходимой для определения киральности магнитной системы. Таким образом, эта станция предоставляет уникальные возможности для исследования нашей проблемы. Следует отметить, что на сегодняшний день еще не было экспериментов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции на ^{161}Dy и в рамках планируемого исследования предполагается развитие и экспериментальная апробация данной методики.

Анализ полученных результатов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции совместно со структурными, магнитными и др. данными позволит определить толщинные зависимости профилей намагниченности в исследуемых сверхрешетках Dy/Gd. Полученные результаты будут способствовать созданию новых материалов спинтроники на основе кирально-упорядоченных магнитных сверхрешеток.

2. Синтез тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd

При выполнении проекта были синтезированы сверхтонкие пленки Dy и серия многослойных наноструктур (сверхрешеток) Dy/Gd, отличающихся толщинами слоев Dy и Gd. Образцы были синтезированы методом высоковакуумного магнетронного распыления на постоянном токе на установке MPS-4000-C6 (Ulvac). Акт синтеза образцов приведен в приложении А. Описание установки и методика синтеза наноструктур приведена в приложении Б.

Образцы синтезировались методом магнетронного напыления на высоковакуумной установке магнетронного распыления MPS-4000 C6 фирмы ULVAC (Япония).

Предварительно проведенное исследование показало необходимость синтеза образцов с компоновкой слоев $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}/\text{Y}/[\text{Dy}/\text{Gd}]_{20}/\text{Cr}$ со следующими требованиями к кристаллической структуре отдельных слоев: Nb(110), Y(0001), Dy(0001), Gd(0001). В качестве подложки использовались пластины монокристаллического сапфира (Al_2O_3) с ориентацией поверхности (11-20) (a-plane), которая необходима для формирования необходимой кристаллической структуры в образцах. Была поставлена задача определения параметров магнетронного распыления (время напыления, температура напыления, необходимость отжига всей или части структуры во время напыления, время отжига, в случае его необходимости), удовлетворяющих выше приведённым требованиям к кристаллической структуре отдельных слоев (наличие и качество кристаллической структуры определялось методом рентгеновской дифракции). Также было необходимо получить образцы с достаточно малым значением величины межслойной шероховатости (определялось методом рентгеновской рефлектометрии).

Проведённые исследования методами рентгеновской дифракции и рефлектометрии позволили разработать методику синтеза тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, характеристики которых удовлетворяют требованиям задания.

Для синтеза конечных образцов использовались следующие характеристики магнетронного распыления: мощность магнетронного распыления 100 Ватт, остаточное давление газов в камере напыления перед запуском аргона – $3 \cdot 10^{-7}$ Па, давление аргона (чистота аргона – 99,9998 %) – 0.1 Па (во время напыления), частота вращения подложки – 10 об. /мин. Технологические параметры магнетронного распыления приведены в Приложениях А, Б. В таблице 2.1 представлены композиция и номинальные толщины слоев, образующих синтезированные наноструктуры.

№ образца	Формула образца
1	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})/\text{Dy}(50 \text{ нм})/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
2	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(9 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
3	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(6 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
4	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(4.5 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
5	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
6	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(1.5 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
7	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(9 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
8	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(6 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$
9	$\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(10 \text{ нм})/\text{Y}(50 \text{ нм})[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10 \text{ нм})$

Таблица 2.1. Список тонких пленок Dy и многослойных наноструктур Dy/Gd, синтезированных за время выполнения проекта. В приведенных формулах указаны номинальные толщины слоев.

3. Рентгеноструктурные исследования тонких пленок и многослойных наноструктур на основе Dy

Для структурной характеристики использовались методы рентгеновской рефлектометрии и рентгеновской дифракции. Методические рекомендации по проведению исследований приведены в Приложении В. При выполнении проекта были исследованы наноструктуры, перечисленные в Таблице 2.1.

Рентгеноструктурный анализ проводился с использованием лабораторного дифрактометра Panalytical Empyrean Series 2. Эксперименты проводились в излучении от медной, хромовой и кобальтовой рентгеновских трубок. Для формирования параллельного пучка на первичном пучке использовался гибридный монохроматор, состоящий из параболического зеркала на основе свехрешетки W/Si и двухкристального (220)Ge монохроматора. Высота пучка, ограниченного щелью, составляла 0.08 мм. На вторичном пучке использовался плоскопараллельный коллиматор с плоским графитовым монохроматором и коллимирующей щелью с экваториальной апертурой 0.1 мм.

Качество межслойных границ приготовленных наноструктур оценивалось при помощи рентгеновской рефлектометрии. В таблице 2.1 перечислены все исследуемые образцы. На рисунках 3.1 – 3.9 представлены экспериментальные данные девяти образцов, измеренные при комнатной температуре при длине волны 1.79 Å. Символами обозначены экспериментальные точки, сплошной красной линией – результат обработки (фитирования). Все рефлектограммы были обработаны в коммерческой программе X-Pert Reflectivity, которая была предоставлена фирмой-производителем прибора. В Таблице 3.2 приведены толщины каждого слоя образца, полученные при подгонке кривых рентгеновской рефлектометрии для девяти образцов.

Наличие выраженных кессиговских осцилляций свидетельствует о малой шероховатости интерфейсов слоистой структуры. В таблице 2 представлены значения реальных толщин каждого слоя тонких пленок Dy и серии свехрешеток Dy/Gd.

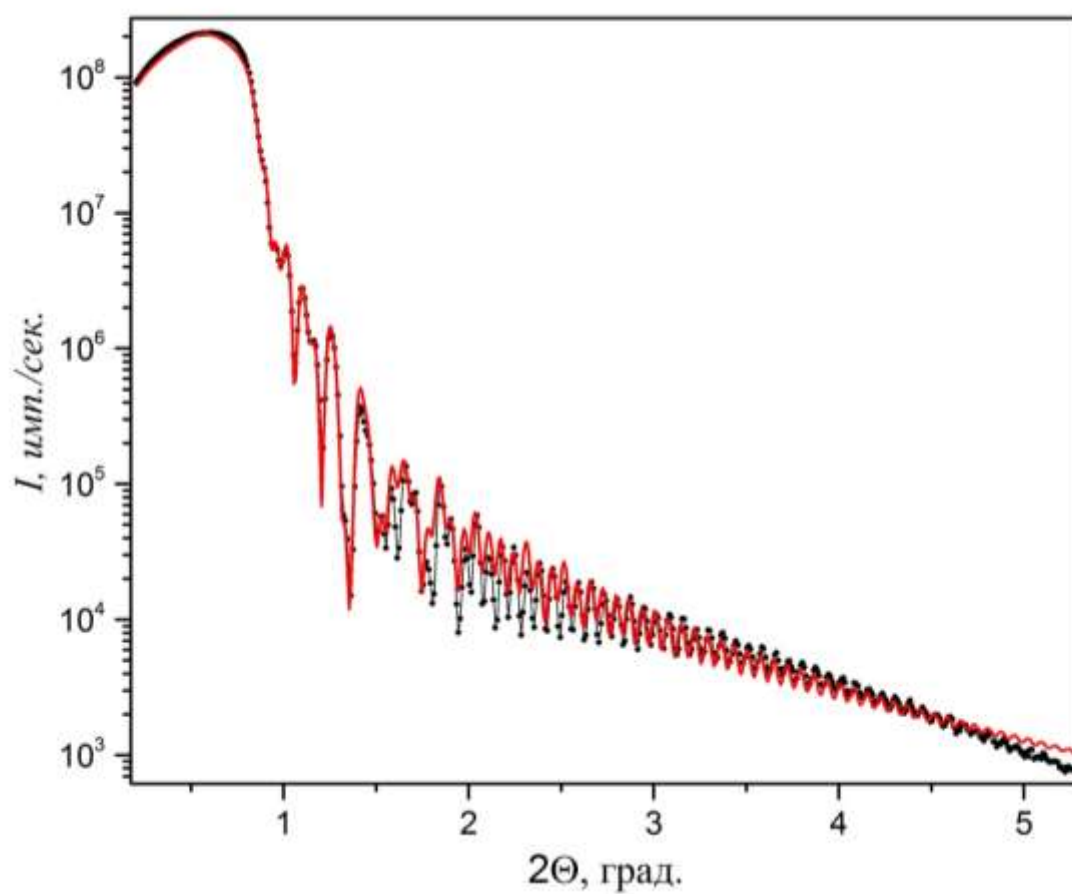


Рисунок 3.1. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для пленки Dy(50 нм) (образец № 1).

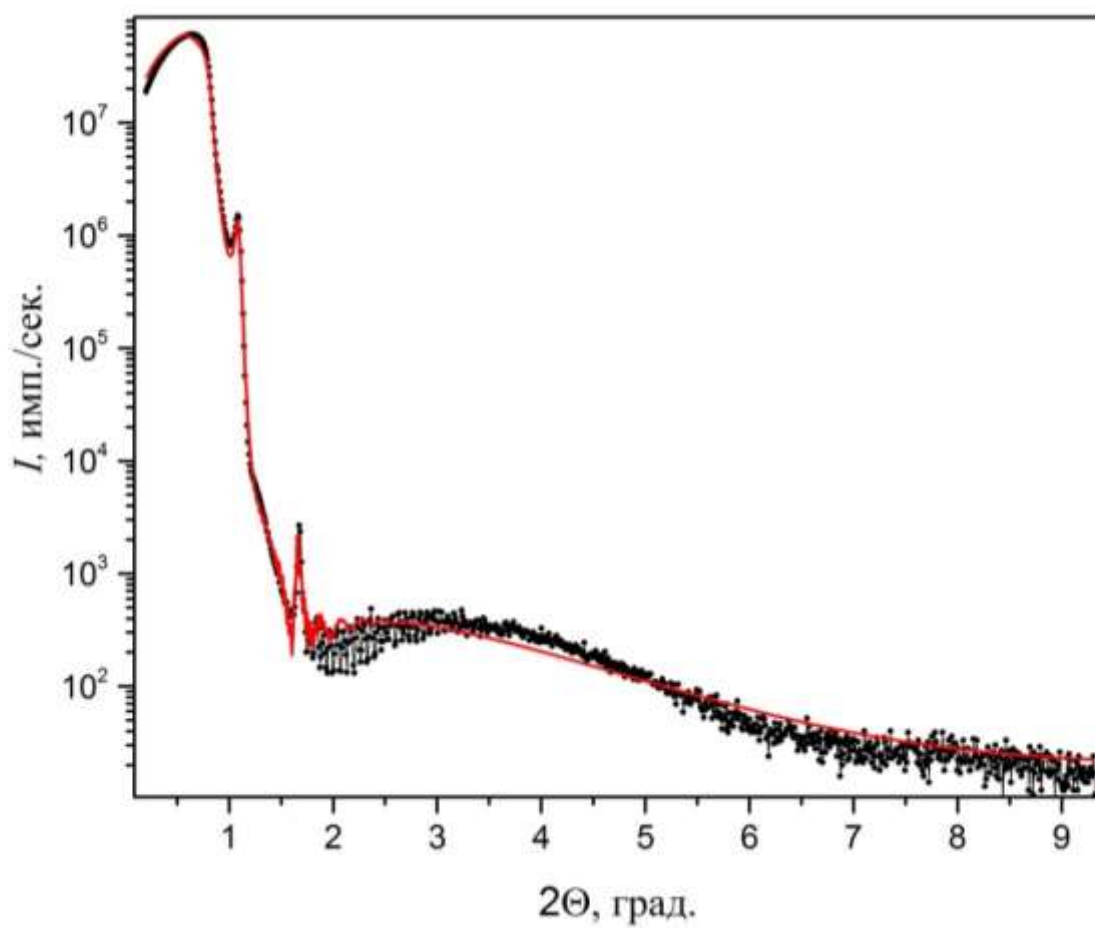


Рисунок 3.2. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(9 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 2).

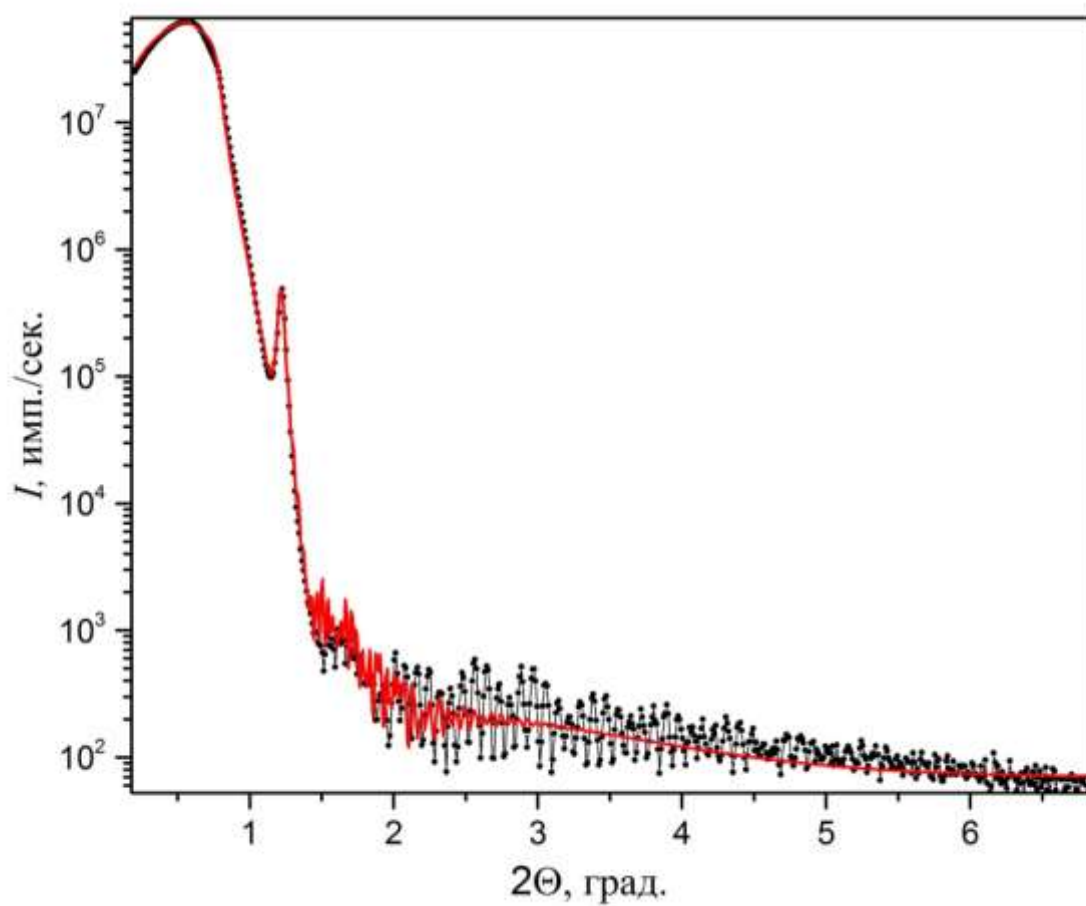


Рисунок 3.3. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для свехрешётки $[\text{Dy}(6 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 3).

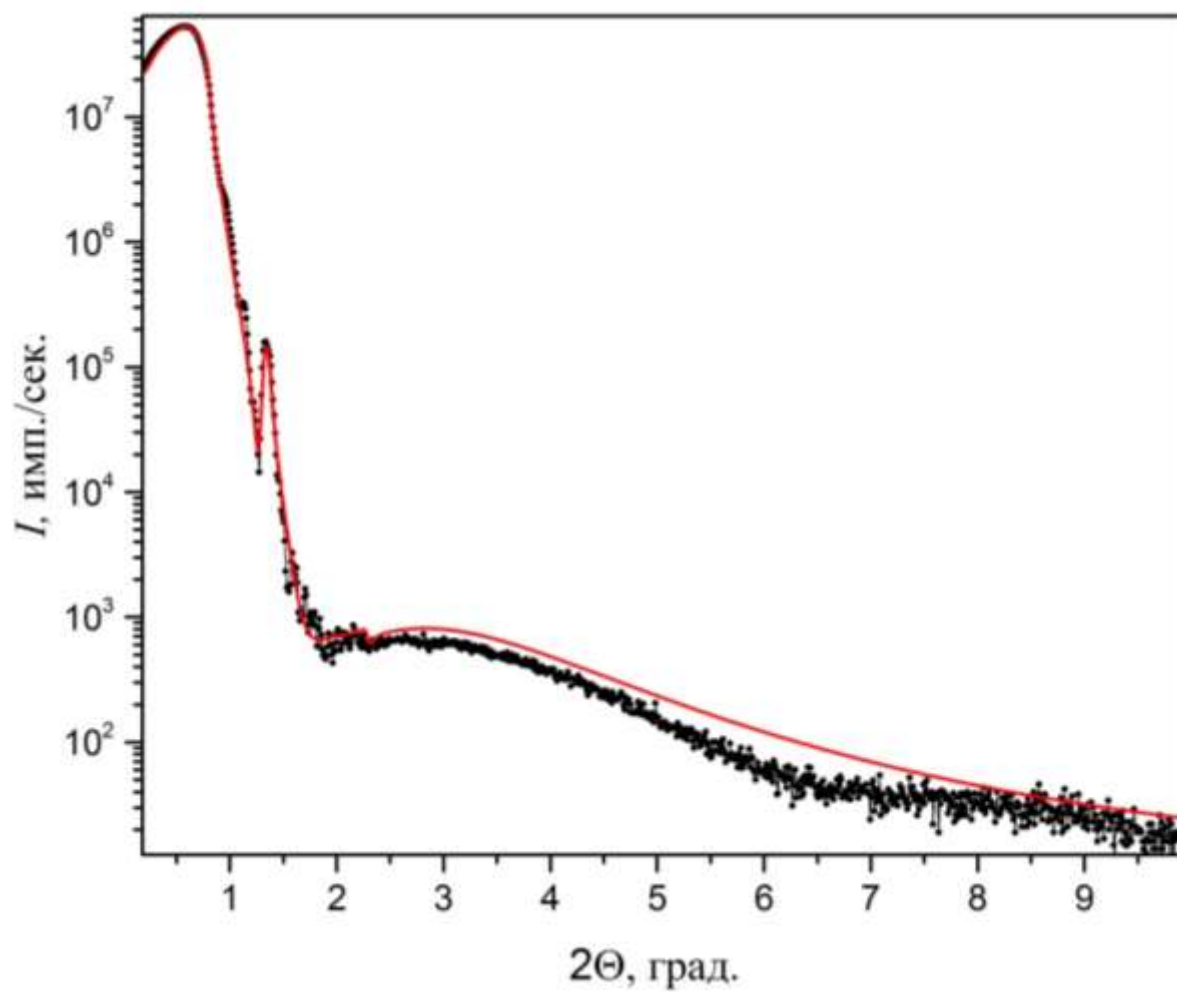


Рисунок 3.4. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(4.5 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 4).

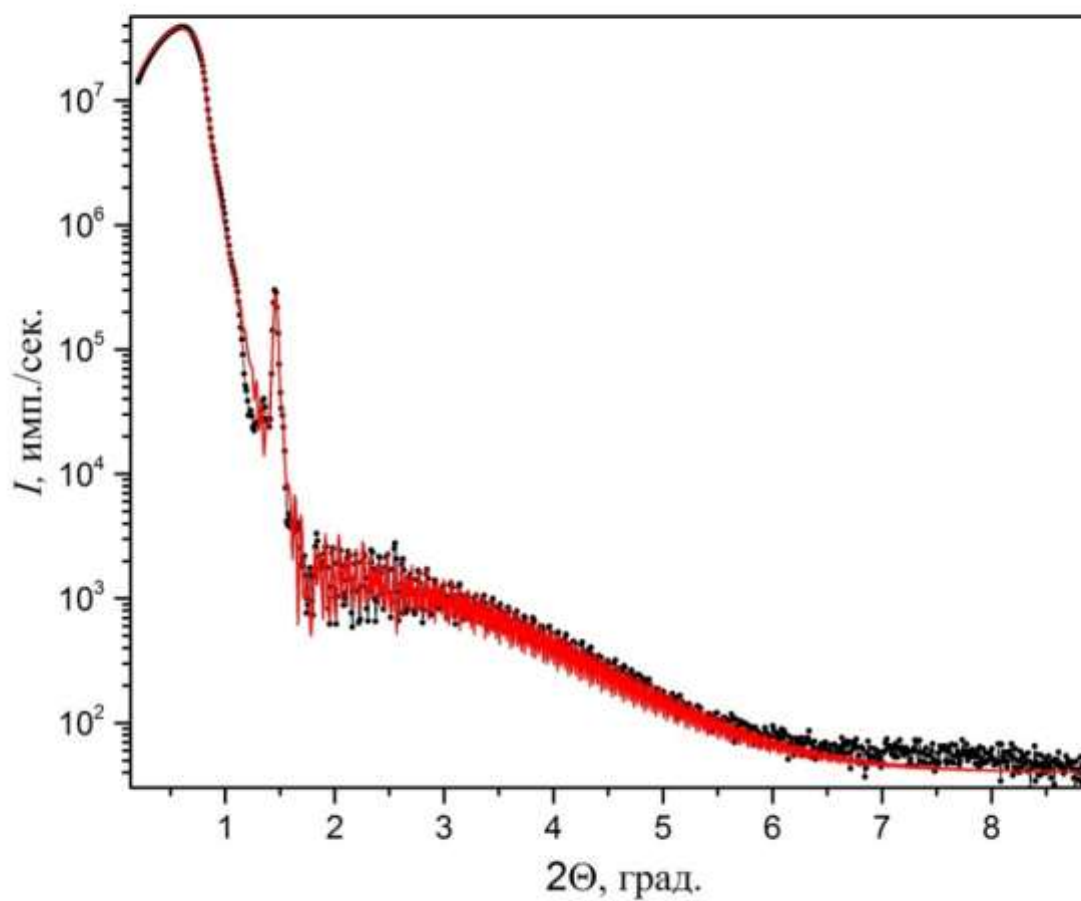


Рисунок 3.5. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 5).

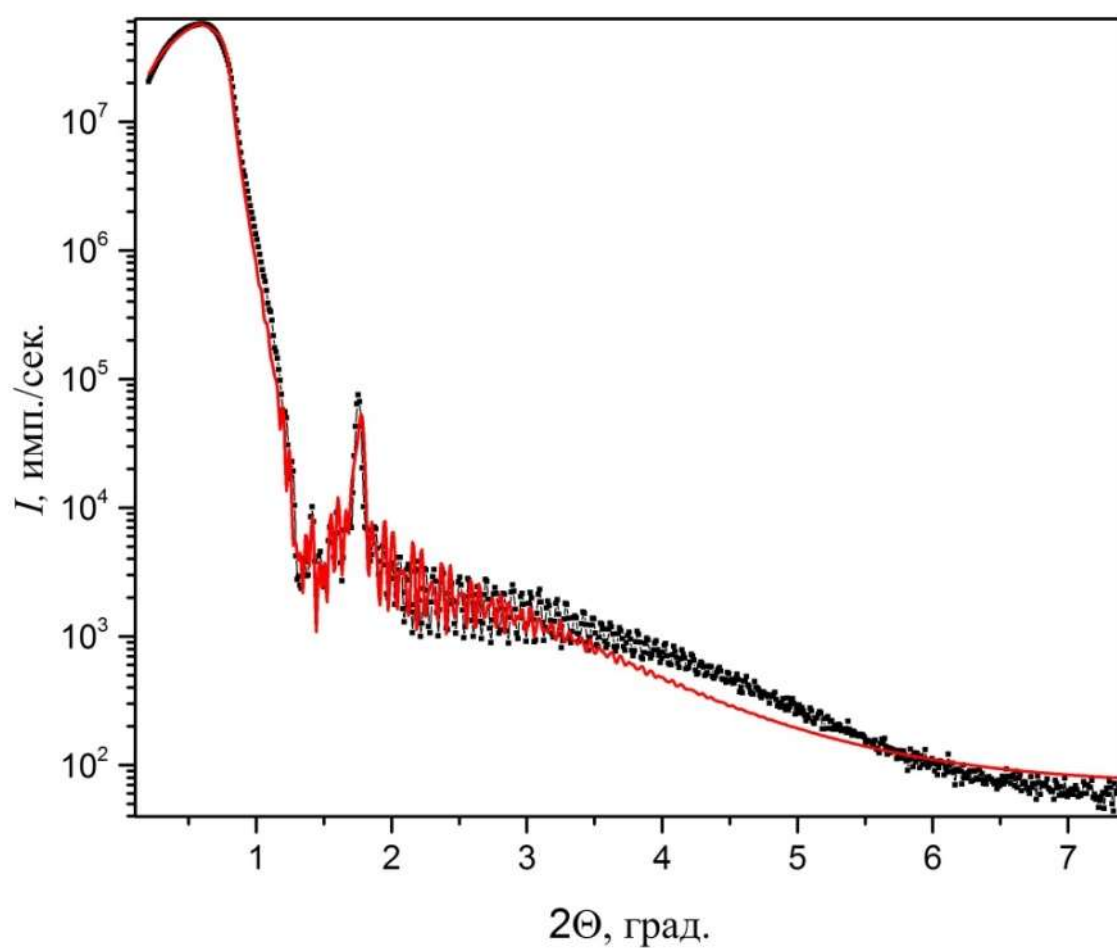


Рисунок 3.6. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(1.5 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 6).

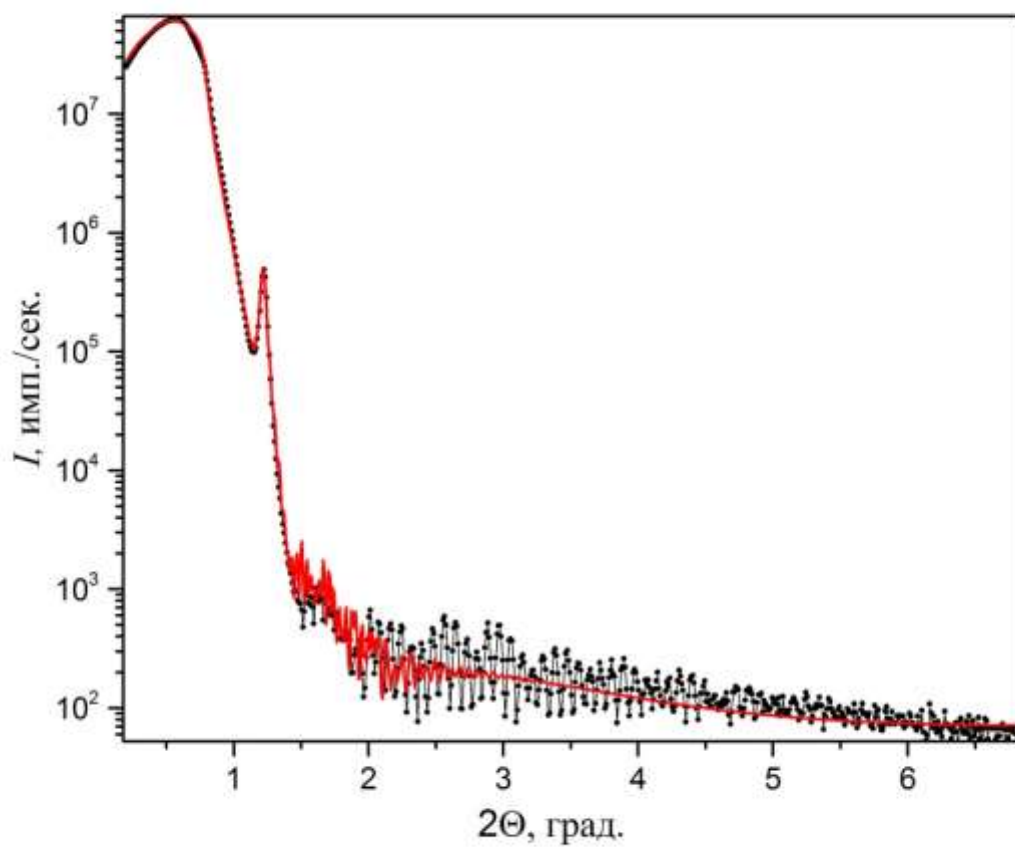


Рисунок 3.7. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(9 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 8).

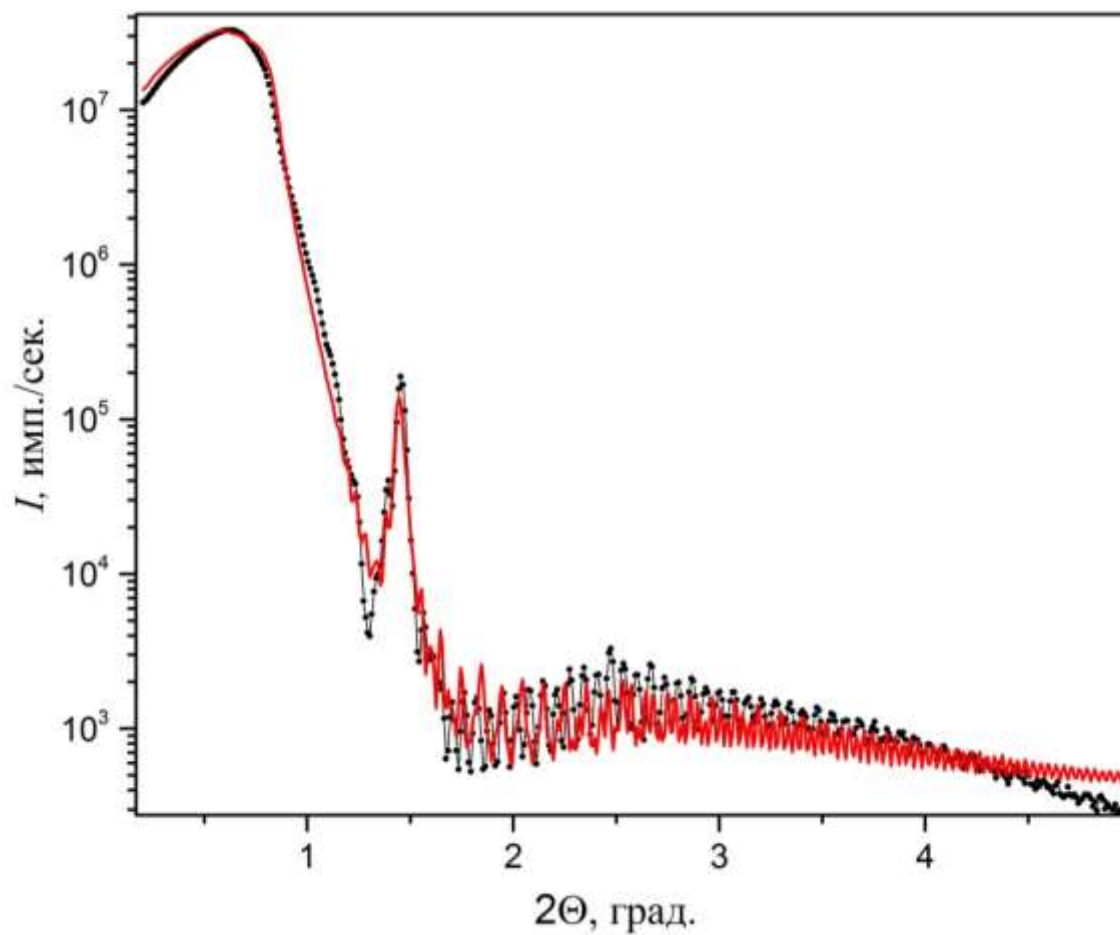


Рисунок 3.8. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(6 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 8).

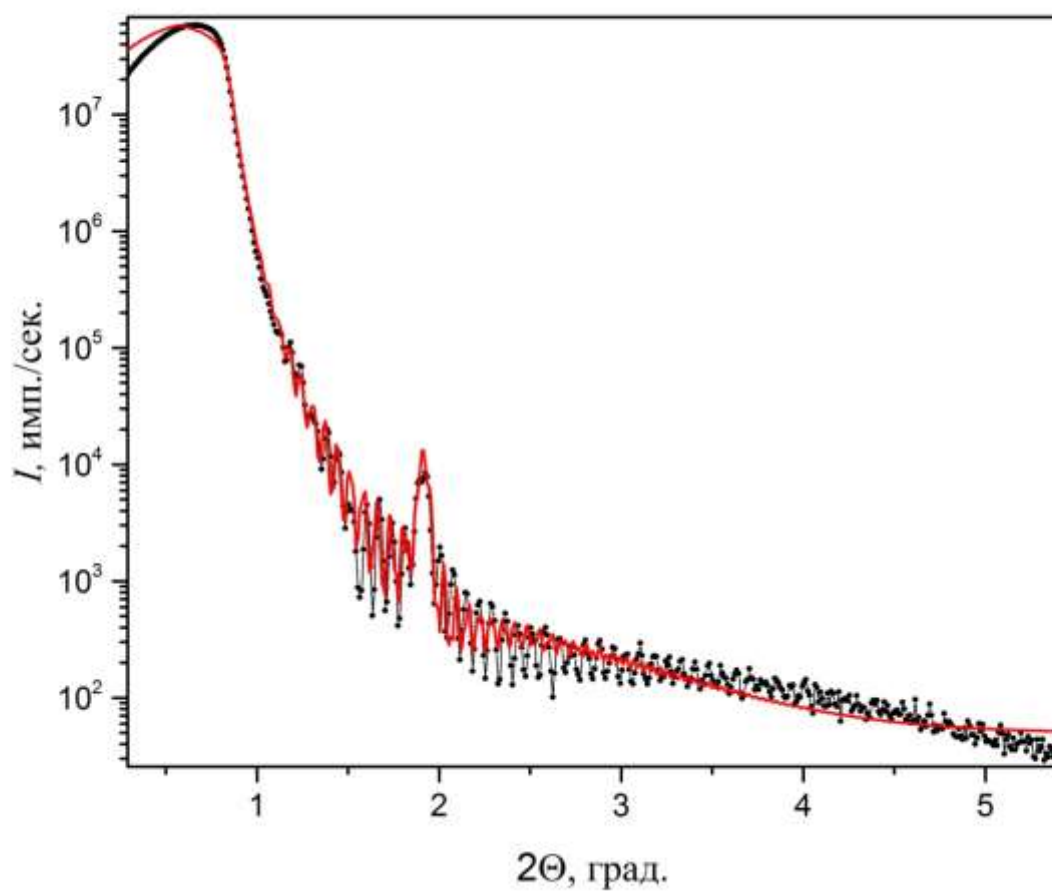


Рисунок 3. 9. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки $[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(3 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 8).

№ образца	t(Nb), нм	t(Y), нм	t(Dy), нм	t(Gd), нм	t(Cr), нм
1	98.3	45.5	48.9	-	8.7
2	98.84	49.2	8.79	5.57	7.6
3	98.8	44.3	4.98	6.0	9.31
4	96.8	44.27	4.1	5.4	8.14
5	96.05	49.29	2.59	5.79	9.1
6	96.7	48.6	11.3	54.8	7.4
7	97.5	46.5	85.6	24.9	8.2
8	98.8	45.4	5.85	2.89	8.7
9	98.1	47.6	2.98	2.99	9.6

Таблица 3.1. Результаты обработки рентгеновского рефлектометрических кривых для образцов серии. Приведены значения толщин отдельных слоев для всех образцов, полученные в результате анализа рефлектограмм.

Небольшие различия толщин слоев Nb и Y исследованных сверхрешёток большей частью находятся в пределах 5 - 10 %, носят случайный характер, и, по-видимому, являются следствием неизбежных отклонений условий роста различных образцов серии. Причиной отличия номинальной толщины от реальной может являться систематическая ошибка при калибровке.

С помощью рентгеноструктурного анализа установлено, что отклонение номинальных значений структурных параметров образцов от реальных значений не превышает 10 %.

Также структурная характеристика сверхрешеток Dy/Gd, была проведена методом большеугловой рентгеновской дифракции. На Рисунке 3.10 представлена кривая рентгеновской дифракции от образца $[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$, измеренная вдоль направления роста образца, совпадающего с направлением подложки $[110]\text{Al}_2\text{O}_3$. На представленном графике видны резкие Брегговские рефлексы, соответствующие сигналам от (0002) Gd (гексагональная плотноупакованная (ГПУ) решетка), (0002) Dy (ГПУ решетка), (0002) Y (ГПУ решетка), Nb (объемно центрированная решетка) и (110) Al_2O_3 - подложка (ГПУ решетка). По наблюдаемым сателлитам Брэгговского рефлекса Gd-Dy при $2\theta=38^\circ$ также можно оценить толщину периодической системы Dy(6 нм)/Gd(3 нм)]. Данная толщина соответствует толщине, полученной из рефлектограммы. Аналогичные результаты были получены и для остальных образцов серии.

Результаты настоящего раздела были опубликованы в работах [E1, E2]. Выполненные работы и полученные в ходе их выполнения результаты полностью соответствуют Техническому заданию (Приложение № 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067).

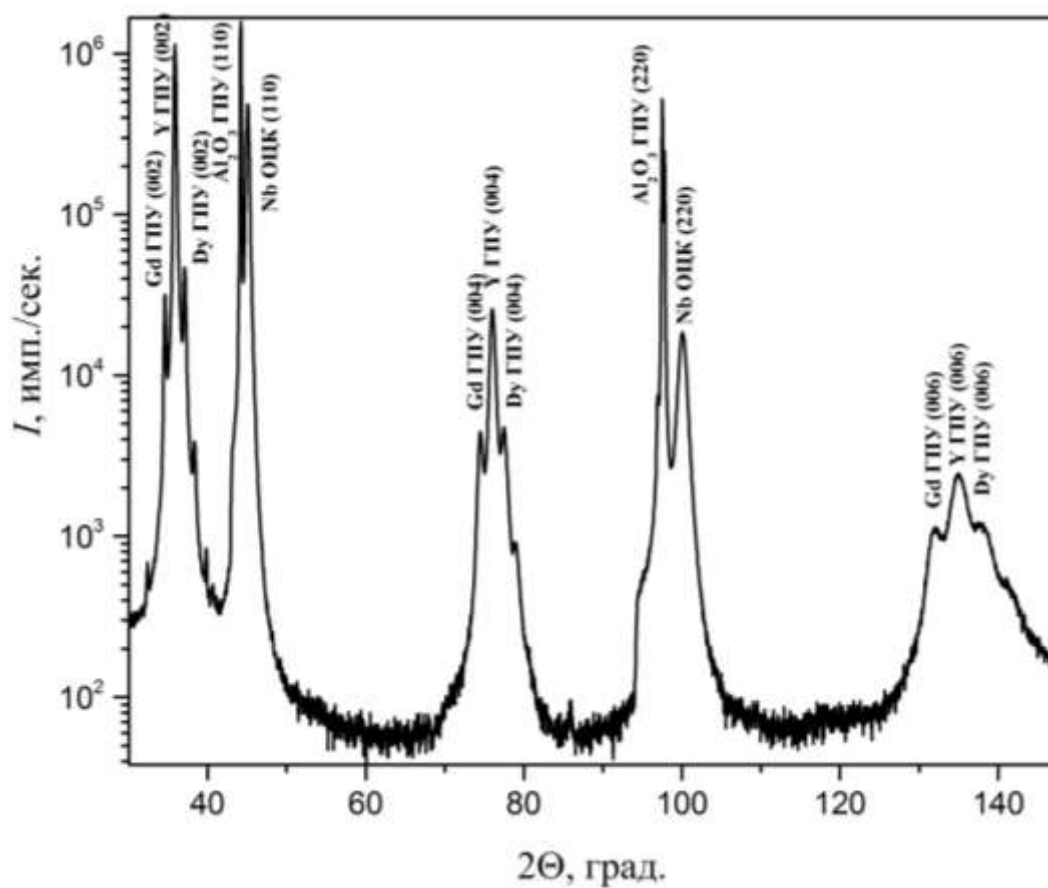


Рисунок 3. 10. Рентгеновская дифрактограмма для сверхрешётки $[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}$ (образец № 5). На дифрактограмме проведена индексация наблюдаемых брегговских рефлексов.

4. Магнитометрические исследования тонких пленок и многослойных наноструктур на основе Dy

Магнитные и магнитотранспортные исследования синтезированных наноструктур при комнатной температуре проводились с использованием согласно методическим указаниям, изложенным в Приложении Г. Измерения намагниченности выполнены на SQUID магнитометре фирмы Quantum Design. Векторные магнитометрические измерения проводились на нейтронном рефлектометре NREX в центре Майера-Лейбница (технический университет г. Мюнхен, Германия).

В процессе работы, были проведены измерения полевых $M(H)$ и температурных $M(T)$ зависимостей намагниченности, для серии из шести структур на основе Dy/Gd. Диапазон магнитных полей при измерении полевых зависимостей намагниченности $M(H)$ от -50 кЭ до 50 кЭ. Температурные зависимости намагниченности $M(T)$ были измерены в диапазоне температур от 10 до 300К, при двух значениях магнитных полей 100 и 1000 Э.

На Рис. 4.1 представлены результаты магнитометрических измерений для образца № 1 из Таблицы 2.1

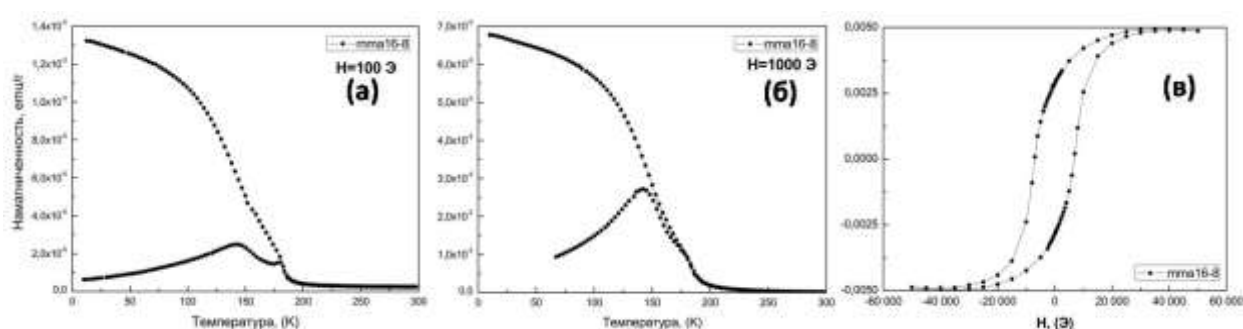


Рисунок 4.1 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца №1 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(500\text{\AA})/\text{Dy}(500\text{\AA})/\text{Cr}(100\text{\AA})$.

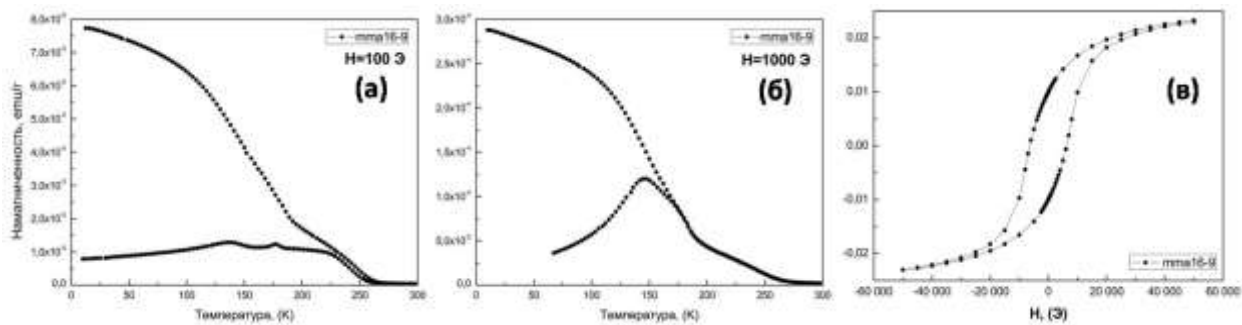


Рисунок 4.2 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца №2 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(800\text{\AA})/[\text{Dy}(90\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})]_{*20}/\text{Cr}(100\text{\AA})$

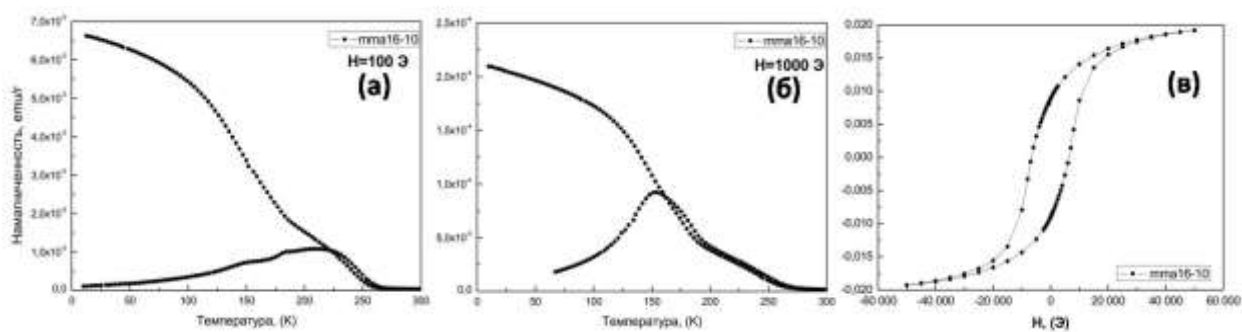


Рисунок 4.3 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца №3 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(500\text{\AA})/[\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})]_{*20}/\text{Cr}(100\text{\AA})$

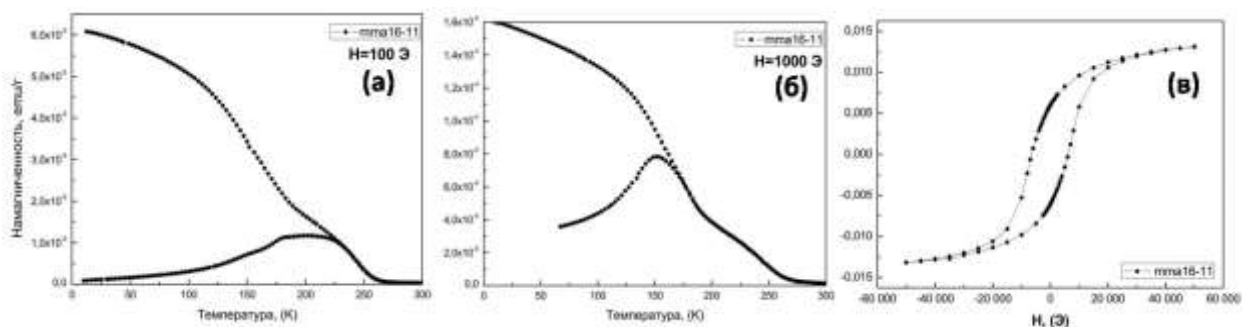


Рисунок 4.4 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца mma16-11 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(500\text{\AA})/[\text{Dy}(45\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})]_{*20}/\text{Cr}(100\text{\AA})$

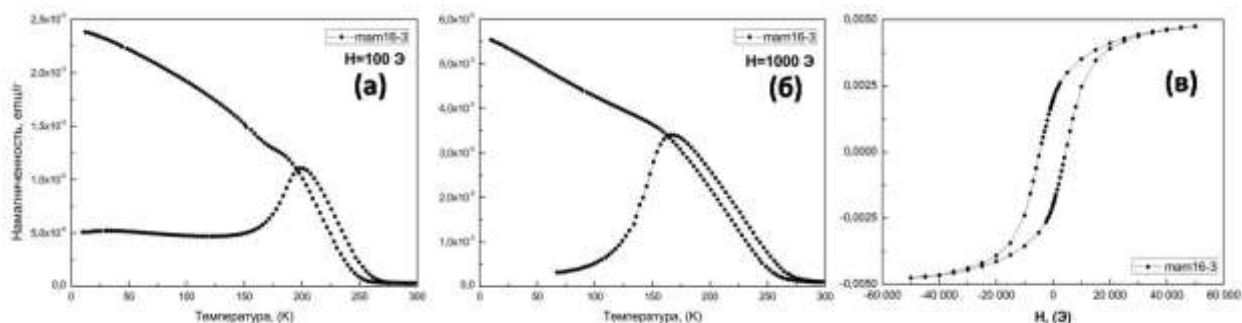


Рисунок 4.5 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца №5 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(500\text{\AA})/[\text{Dy}(30\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})]_{*20}/\text{Cr}(100\text{\AA})$

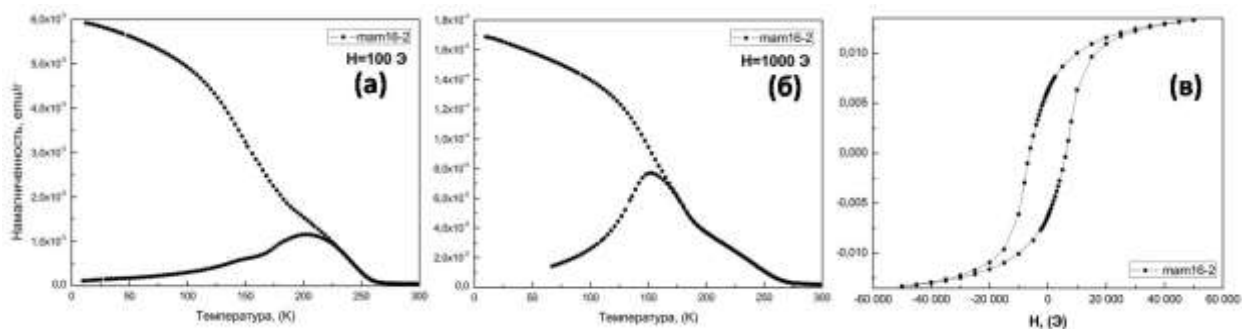


Рисунок 4.6 Температурные зависимости намагниченности в магнитном поле (а) 100Э; (б) 1000Э; (в) полевая зависимость намагниченности для образца 6 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(1000\text{\AA})/\text{Y}(500\text{\AA})/[\text{Dy}(15\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})]_{*20}/\text{Cr}(100\text{\AA})$

Приведенные выше магнитометрические результаты типичны для систем на основе Dy/Gd, в которых реализуется кирально-упорядоченное магнитное состояние. Можно сделать вывод, что нами успешно получены тонкие пленки Dy и сверхрешетки Dy/Gd, которые являются хорошими кандидатами для последующих исследований с помощью ядерно-резонансных методов с использованием синхротронного излучения. Результаты настоящего раздела были опубликованы в

работах [E1, E2]. Выполненные работы и полученные в ходе их выполнения результаты полностью соответствуют Техническому заданию (Приложение № 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067).

5. Теоретическое моделирование спектров ядерно-резонансного отражения от тонких пленок многослойных наноструктур на основе изотопа ^{161}Dy

Методика ядерно-резонансного рассеяния хорошо апробирована и активно используется для систем на основе изотопа ^{57}Fe , однако, нам не известно о попытках ее применения к исследованию наноструктур на основе Dy. Далее мы анализируем возможности применения этой методики к нашим системам. Мессбауэровские исследования металлического диспрозия и Dy-содержащих соединений были начаты сразу после открытия эффекта Мессбауэра. Наиболее удобным оказался резонансный переход с энергией 25.6 keV и мультипольностью E1 в изотопе ^{161}Dy (его естественная обогатченность составляет 18.8%). При достаточно низких температурах мессбауэровские спектры демонстрировали удивительно большое магнитное сверхтонкое расщепление $> \pm 200$ мм/с, соответствующее магнитному сверхтонкому полю $\mathbf{B}_{hf} \sim 600$ Тл. В металлическом Dy и большинстве соединений электрическое квадрупольное расщепление также оказалось весьма значительным $\Delta E_Q \sim 14\text{-}28$ мм/с.

Магнитное сверхтонкое расщепление основного и возбужденного уровней изотопа ^{161}Dy , спины которых равны соответственно $I_g = -5.2 \Rightarrow I_e = 5/2$, изображено на рис. 5.1. При наличии магнитного сверхтонкого расщепления с учетом правил отбора (изменение магнитного квантового числа $m_e - m_g = \Delta m$ в дипольном переходе может быть только $\pm 1, 0$) в мессбауэровском спектре в общем случае имеется 14 линий (рис. 5.1г). С учетом поляризационных характеристик отдельных переходов для поляризованного падающего излучения число линий в спектре сокращается (рис. 5.1б,в).

Приведем соотношение для пересчета величины $\mathbf{B}_{hf}$ в максимальное расщепление спектра

$$\Delta E_{\max} = 5(g_g + g_e)\mu_n B_{hf} = 2(-\mu_g + \mu_e)\mu_n B_{hf}, \quad (5.1)$$

где $\mu_n = 31.5245$ нЭВ/Тл - ядерный магнетон, g_g, g_e - гиромагнитные отношения

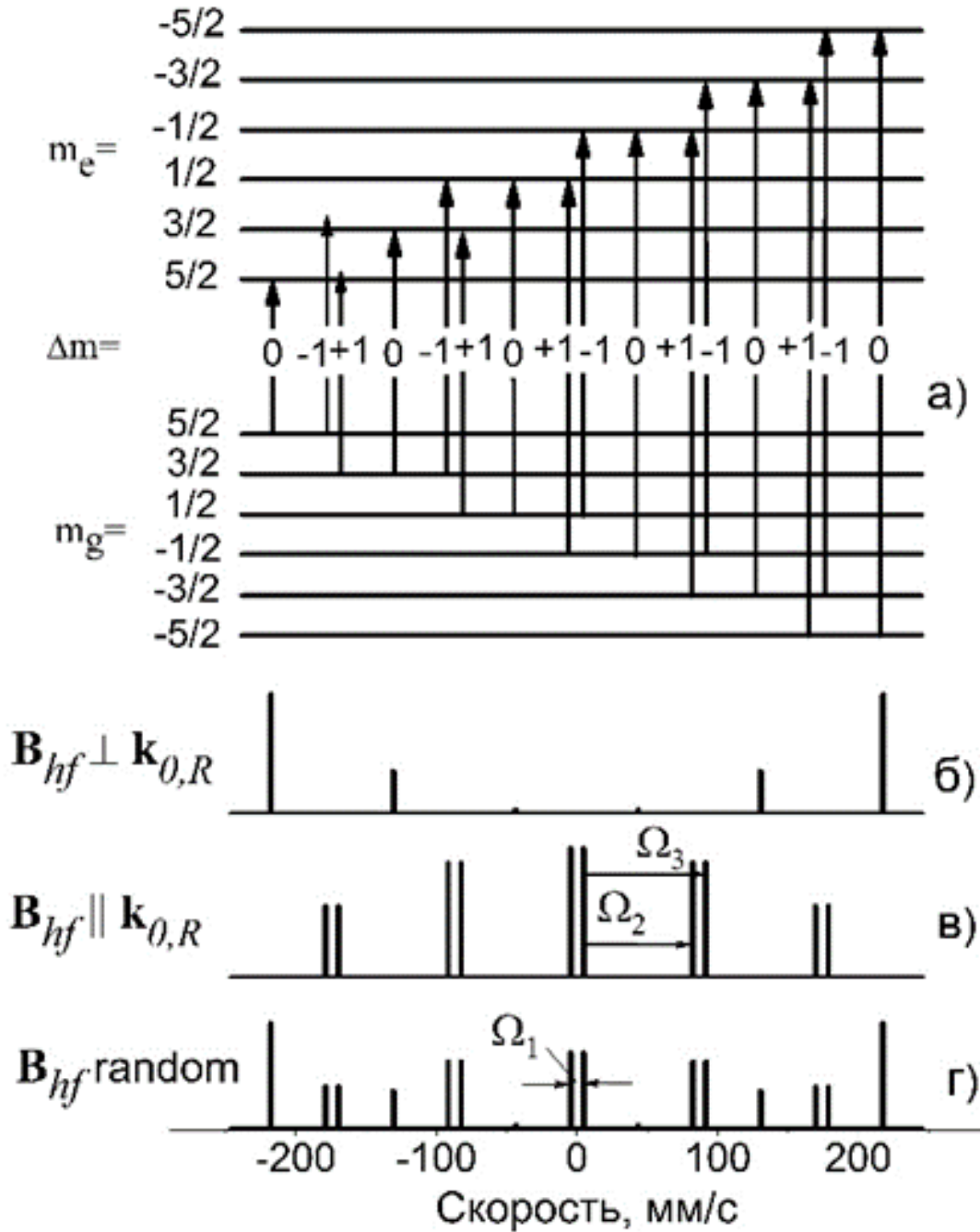


Рис.5.1 Разрешенные сверхтонкие переходы между основным и возбужденным уровнями ядра ^{161}Dy при наличии магнитного сверхтонкого расщепления (а) и штрих-диаграммы мессбауэровских спектральных линий, возбуждаемых линейно-поляризованным СИ, падающим под скользящим углом к поверхности образца, при разных направлениях сверхтонкого магнитного поля ($B_{hf} = 550$ Тл) лежащего в плоскости пленки (б, в) и хаотично распределенного в пространстве (г)

основного и возбужденного уровней, μ_g, μ_e магнитные моменты уровней ($\mu = gI$), приведенные в базе данных в ядерных магнетонах: $\mu_g = -0.4803$, $\mu_e = 0.594$. С учетом пересчета энергии фотонов 25.6 keV в относительную доплеровскую скорость, варьирующую энергию падающих фотонов в мессбауэровских экспериментах,

$$1\text{мм/с} = 85.5637 \text{ нЭВ}, \quad (5.2)$$

$$\Delta E_{\text{max}} (\text{мм} / \text{с}) = 0.7916 B_{hf} (Тл) \quad (5.3)$$

Наибольший интерес связан с поведением спектров вблизи магнитных фазовых переходов, где релаксационные эффекты постепенно уширяли линии поглощения, а при дальнейшем повышении температуры происходило схлопыванием магнитного расщепления.

С 1996 года начали измерять ядерно-резонансное рассеяния на изотопе ^{161}Dy с использованием синхротронного излучения (СИ). Измерения возбуждения резонансных переходов ядер на СИ реализовывалось по времени распада от момента возбуждения ядер коротким синхротронным импульсом ($< 1 \text{ нс}$), поскольку монохроматизировать СИ до ширины мессбауэровской линии очень сложно (сейчас ядерные монохроматоры созданы только для мессбауэровского перехода в ^{57}Fe). Среднее время жизни первого возбужденного уровня ^{161}Dy $\tau_0 = 42 \text{ нс}$, в то время как рассеяние на электронных оболочках атомов происходит практически мгновенно (prompt response). Задержанный сигнал (delayed signal) регистрирует ядерно-резонансное рассеяние.

Если для лабораторной мессбауэровской спектроскопии ^{161}Dy существует проблема работы в широком интервале доплеровских скоростей, то для временной "мессбауэровской" спектроскопии главным вопросом является разрешение временных спектров. Сверхтонкие взаимодействия детектируются на временных спектрах по квантовым биениям, которые возникают при интерференции излучений

с близкими частотами в спектре рассеяния. Период биений Δt и их частота Ω определяются простой формулой

$$\Delta t(\text{нс}) = \frac{1}{\Omega} = \frac{h}{\Delta E(\text{нэВ})}, \quad (5.4)$$

где $\Delta E = \hbar \Delta \omega$ - разность энергий фотонов. С учетом (5.2) получаем:

$$\Delta t(\text{нс}) = 48.3343669(\text{мм/с} \cdot \text{нс}) / \Delta E(\text{мм/с}) \quad (5.5)$$

Таким образом, наибольшему расщеплению линий в магнитном спектре ≈ 400 мм/с соответствуют квантовые биения с периодом $\Delta t \approx 0.12$ нс, что существенно меньше разрешения аппаратуры, регистрирующей временной распад возбужденного состояния ядер на специализированных станциях СИ (разрешение аппаратуры в сейчас > 0.3 нс). Но квантовые биения, отражающие интерференцию близко расположенных линий все же возможно детектировать (см. далее рис. 5.2). Электрическое квадрупольное взаимодействие (которое, как мы отмечали, даже для металлического диспрозия весьма значительно) сдвигает линии в спектре. При этом возникают комбинации достаточно близко расположенных линий, что приводит к появлению квантовых биений с периодами, которые возможно наблюдать при имеющемся разрешении временных спектров. Наибольшие успехи временная ядерно-резонансная спектроскопия на СИ для ^{161}Dy продемонстрировала в исследовании релаксационных эффектов и оценки времен релаксации. Отметим, что все предшествующие исследования ядерно-резонансного рассеяния проводились в геометрии рассеяния вперед (NFS – nuclear forward scattering).

Далее мы проанализируем возможности исследования магнитного упорядочения в тонких пленках Dy методом ядерно-резонансной рефлектометрии (NRR – nuclear resonance reflectivity). В отличие от рассеяния вперед, отражение под скользящими углами обладает разрешением по глубине пленок. Этот метод сейчас конкурирует с методом рефлектометрии поляризованных нейтронов и позволяет исследовать ориентацию сверхтонкого магнитного поля (и соответственно магнитных моментов атомов Dy) селективно по глубине пленок.

Интенсивность зеркально отраженного излучения во временном представлении $I(\theta, t)$ вычисляется по формуле:

$$I(\theta, t) = \left| \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} R^{\sigma \Rightarrow \pi}(\theta, \omega) e^{-i\omega t} d\omega \right|^2 + \left| \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} R^{\sigma \Rightarrow \sigma}(\theta, \omega) e^{-i\omega t} d\omega \right|^2, \quad (5.6)$$

в которой амплитуды зеркального отражения σ -поляризованного падающего излучения, имеющие после отражения как так σ - и π -поляризацию, $R^{\sigma \Rightarrow \sigma}(\theta, \omega)$ и $R^{\sigma \Rightarrow \pi}(\theta, \omega)$ соответственно, вычисляются в энергетическом представлении по общим формулам теории отражения от слоистых анизотропных сред (с помощью 4x4-матриц распространения). Все расчеты здесь выполнялись по программе REFTIM, адаптированной к параметрам резонансного перехода в ^{161}Dy .

Чувствительность мессбауэровских спектров ядерно-резонансного рассеяния к ориентации $\mathbf{V}_{hf}$ базируется на поляризационных особенностях токов сверхтонких переходов, направление которых параллельно сферическим ортам ($\|\mathbf{h}_{\Delta m}\rangle$) в системе координат $\mathbf{V}_{hf} \parallel z$. Проекция этих токов на плоскость, перпендикулярную направлению распространения излучения, определяет поляризацию поглощаемого или излучаемого излучения. Если ток перехода перпендикулярен поляризации падающего излучения, то этот переход не возбуждается (см. рис. 5.6). При рассеянии на отдельных сверхтонких переходах ядер линейно поляризованного СИ, поляризация излучения меняется. Например, для случая $\mathbf{V}_{hf} \parallel \mathbf{k}_{0,R}$ ($\mathbf{k}_{0,R}$ - направления распространения падающего или отраженного пучков, в скользящей геометрии различием их направлений при определении угловых зависимостей

интенсивностей переходов пренебрегают), переходы с $\Delta m = \pm 1$ дают излучение правой или левой круговой поляризации.

Для временной "мессбауэровской" спектроскопии, в которой разность энергий сверхтонких переходов определяется по квантовым биениям на кривой распада, поляризация рассеянного излучения очень важна. Например, излучение, соответствующие сверхтонким переходам, имеющим правую и левую круговую поляризацию отраженного излучения, не интерферируют (точнее их интерференция не появляется в результирующей интенсивности, но приводит к осцилляциям поляризации) и не дают вклада в картину квантовых биений (Рис. 5.2). Поэтому, хотя при $\mathbf{V}_{hf} \parallel \mathbf{k}_{0,R}$, спектры отражения содержат близко расположенные линии (с $\Delta E = 9.185$ мм/с), но поскольку поляризация этих линий ортогональна, они не дают квантовые биения с периодом $\Delta t = 48.3343669 \text{ (mm/s)} * ns / \Delta E(\text{mm/s}) = 5.26$ нс).

Эти близко расположенные линии в случае хаотической ориентации $\mathbf{V}_{hf}$, после соответствующего усреднения амплитуд рассеяния, оказываются линейно поляризованными, и их интерференция проявляется в картине квантовых биений и после усреднения по 0.3 нс. Частота $\Omega_1 = 1/5.26 = 0.19 \text{ нс}^{-1}$ и даже $\Omega_2 = 1.6 \text{ нс}^{-1}$ ($\Delta E = 77.88$ мм/с, $\Delta t = 0.62$ нс) и $\Omega_3 = 1.8 \text{ нс}^{-1}$ ($\Delta E = 87.065$ мм/с, $\Delta t = 0.555$ нс) еще может быть зафиксирована в случае неупорядоченного по направлению $\mathbf{V}_{hf} = 550$ Тл (см. рис.5.1 и Фурье-преобразования временных спектров на рис.5.2 - вставки справа).

Другие эффекты возникают на временных спектрах вследствие искажения формы линии мессбауэровского спектра отражения – это так называемые динамические биения. Такие модификации формы линии спектров отражения также дают осцилляции на временных спектрах (рис.5.3), но эти осцилляции в отличие от квантовых биений являются аperiодическими (Фурье-преобразование таких осцилляций не дает определенную частоту). Примеры таких временных спектров приведены на рис.5.3. Хорошо прослеживается, что уширение резонансных линий приводит, как известно, к "ускорению" распада ядер (speed-up effect), а увеличение "расщепления" каждой линии увеличивает среднюю частоту появляющихся

осцилляций. Осцилляции динамического происхождения не дают информации о величине сверхтонкого поля, но характеризуют процессы релаксации, сопровождающиеся уширением резонансных линий.

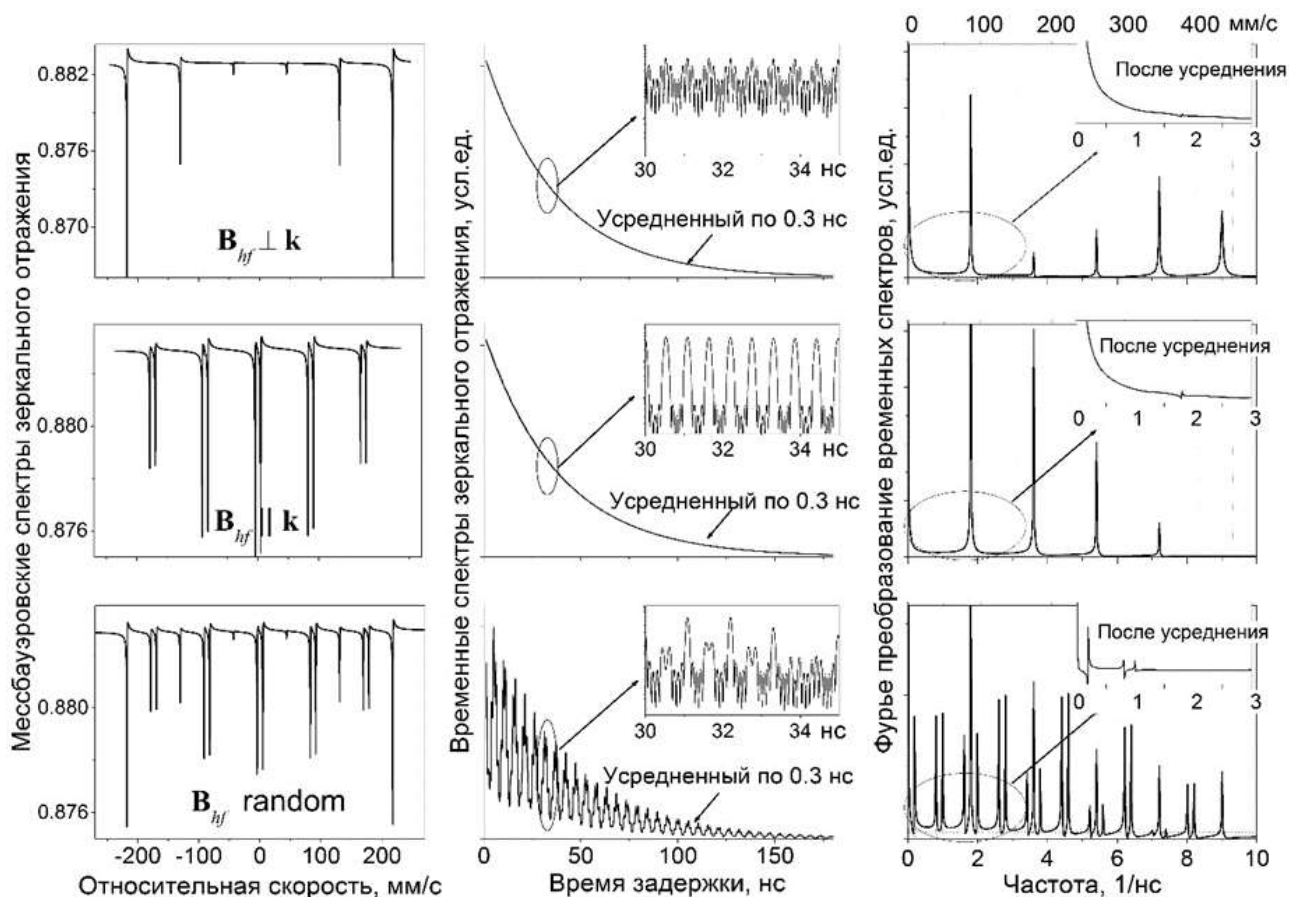


Рис. 5.2 Мессбауэровские спектры отражения при угле скольжения 2 мрад (слева), рассчитанные для образца Cr(10 нм)/Dy(50 нм)/Y(100 нм)/Nb(100 нм)/Al₂O₃ для B_{hf} =550 Тл и его ориентаций, таких же, как и на рис.5.1; соответствующие временные спектры ядерно-резонансного отражения (средний столбец), усредненные по интервалу 0.3 нс, на вставках представлены кусочки этих временных спектров без усреднения, и справа Фурье-преобразование временных спектров, представляющие частоты квантовых биений на временных спектрах, без усреднения и на вставках после усреднения.

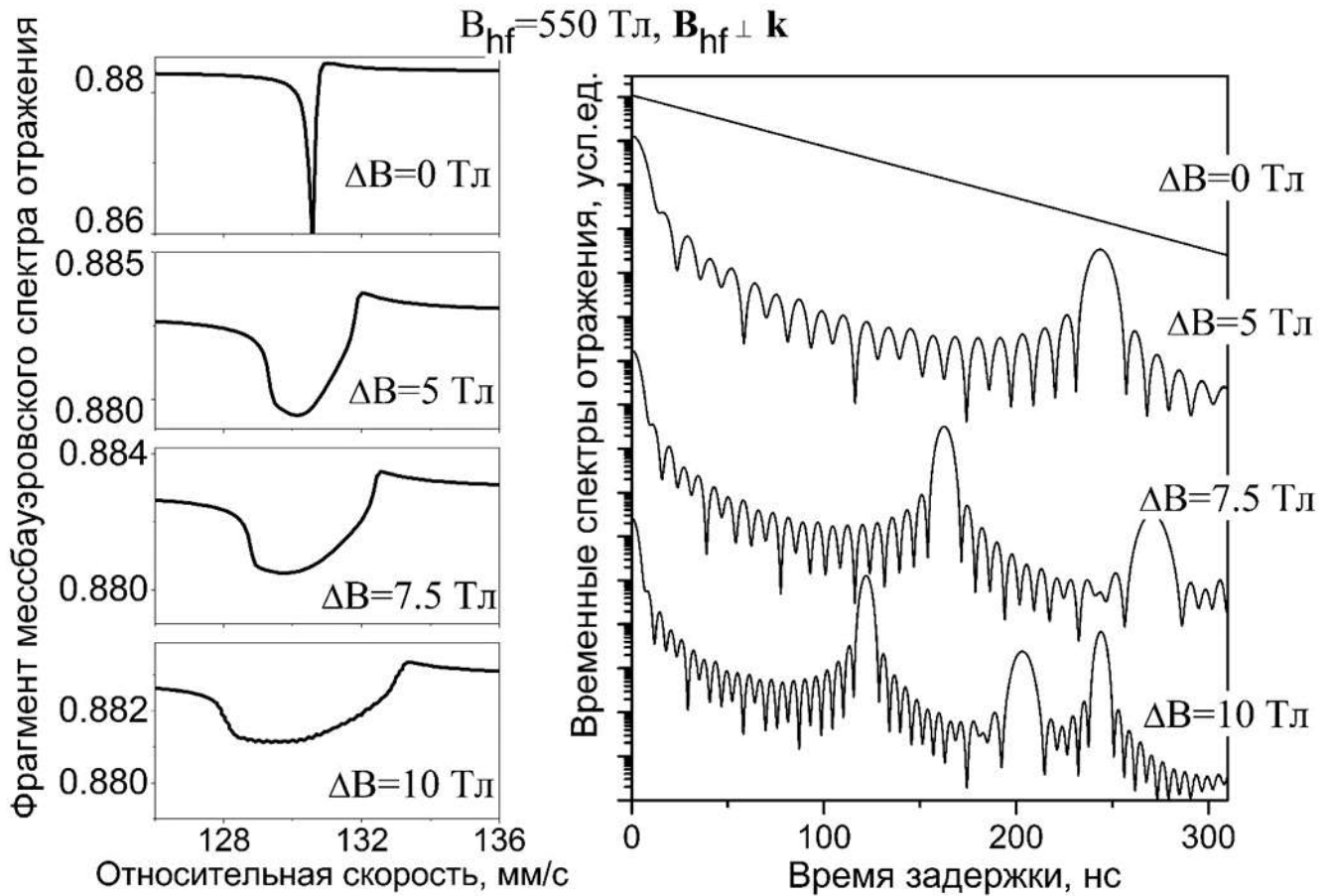


Рис.5.3. Искажения формы резонансных линий в спектре зеркального отражения (приведен фрагмент в области $-3/2 \rightarrow -3/2$ перехода) и динамические биения на временных спектрах отражения для такого же образца, как на рис.5.1, с учетом дополнительного уширения резонансных линий при наличии распределения ΔB вокруг среднего значения $B_{hf} = 550$ Тл, $B_{hf} \perp k_{0,R}$. Угол скольжения 2 мрад.

Угловые зависимости ядерно-резонансного отражения измеряют на синхротронах, интегрируя задержанный сигнал ядерно-резонансного отражения.

$$I^{delayed}(\theta) = \int_{\Delta}^T I(\theta, t) dt, \quad (5.7)$$

где Δ - мертвое время после синхротронного импульса, T - интервал между импульсами СИ. Поскольку ядерно-резонансное рассеяние зависит от ориентации B_{hf} , изменение магнитного периода в многослойных периодических структурах за счет антиферромагнитного или геликоидального межслойного упорядочения

приводит, как и в случае РПН, к появлению дополнительных максимумов на угловых зависимостях ядерно-резонансного отражения - рис.5.4.

Таким образом, можно сделать вывод, что ядерно-резонансное рассеяние синхротронного излучения является новым перспективным методом исследования магнитного упорядочения в ^{161}Dy -содержащих пленках. Проведенные модельные расчеты показали, что несмотря на то, что квантовые биения на временных спектрах сложно измерять вследствие чрезвычайной малости их периодов, временные спектры являются важной характеристикой релаксационных эффектов, приводящих к уширению резонансных линий и возникновению динамических биений. Угловые зависимости ядерно-резонансного отражения дают уникальную информацию о периодах геликоидального магнитного упорядочения в ^{161}Dy -содержащих пленках.

Результаты настоящего раздела были опубликованы в работе [E1]. Выполненные работы и полученные в ходе их выполнения результаты полностью соответствуют Техническому заданию (Приложение № 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067).

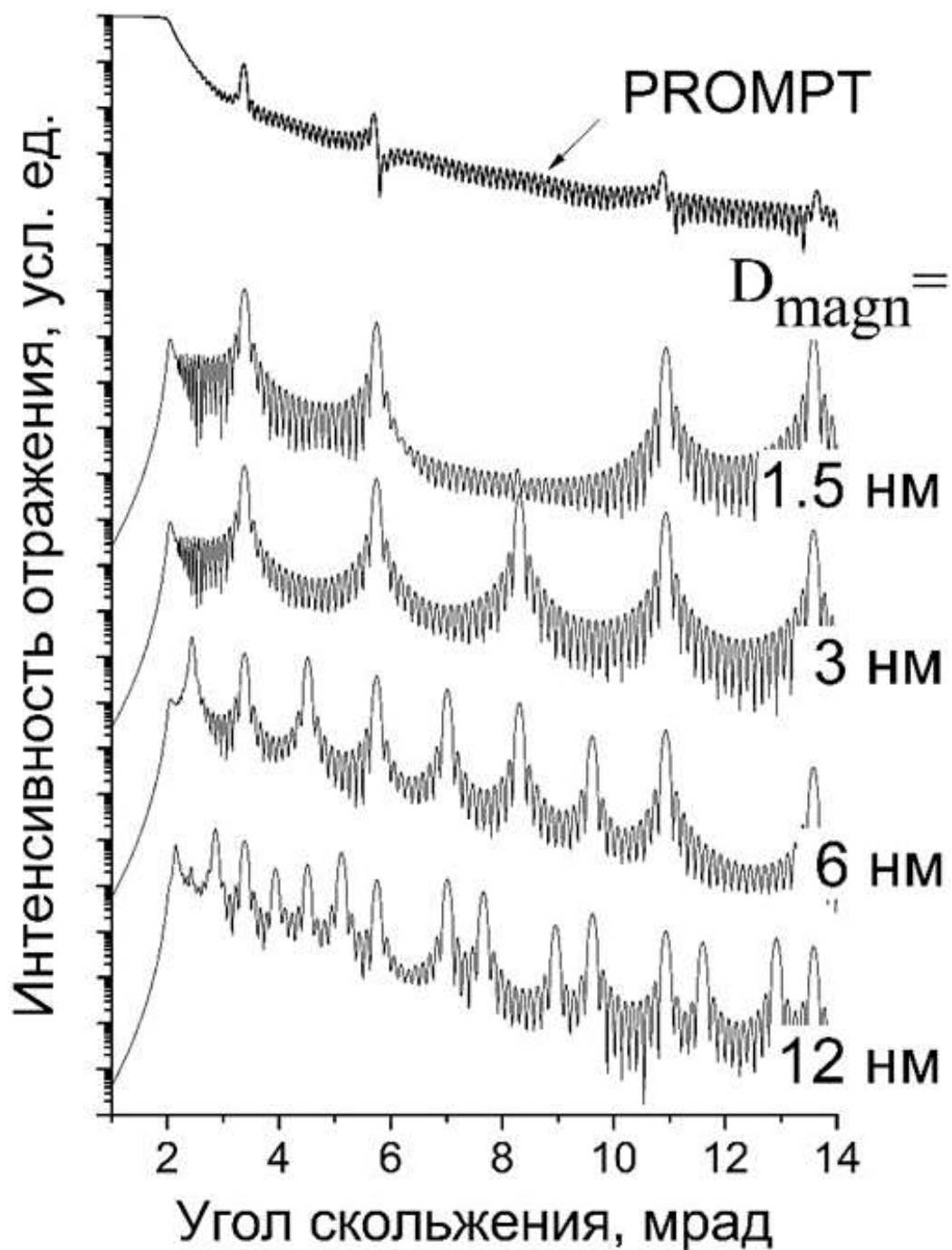


Рис.5.4. Угловые зависимости мгновенно отраженного сигнала (prompt) от $\text{Cr}(10 \text{ нм})/[\text{Dy}(3 \text{ нм})/\text{Gd}(6 \text{ нм})]_{20}/\text{Al}_2\text{O}_3$ образца, соответствующего кривым рентгеновской рефлектометрии для излучения с энергией фотонов 25.6 кэВ (верхняя кривая), и кривые ядерно-резонансного отражения для разных моделей спирального магнитного упорядочения в структуре: на кривых указан период магнитной спирали D_{magn} . Кривые смещены по вертикали.

5. Измерение спектров ядерно-резонансного отражения от эталонной пленки Dy

04-11 декабря 2016 г. иностранным партнером были проведены измерения спектров ядерно-резонансного отражения с использованием синхротронного излучения от эталонных пленок Dy для энергии фотонов 25.6 keV (образец №1) на станции ID18 Европейского центра синхротронного излучения. При проведении измерений образец был сначала охлажден в магнитном поле 2 Тесла, приложенном перпендикулярно поверхности образца, от комнатной температуры до 4 К. Далее проводились измерения угловых спектров ЯРР в интервале углов падения до 0.005 радиан. Для значений угла падения, соответствующих пикам на рефлектометрической кривой, дополнительно были измерены временные спектры МС. Измерения спектров ЯРР и МС были проведены для ряда значений температур в интервале от 4 К до 200 К (4К, 20 К, 80К, 120 К, 200 К). В настоящее время проводится анализ полученных результатов. В настоящем отчете мы приводим пример измеренных спектров (Рис. 6.1), полный анализ полученных результатов предполагается провести на втором этапе выполнения проекта.

Важным результатом эксперимента является то, что нами впервые были зарегистрированы спектры ЯРР и МС от сверхтонких пленок, содержащих изотоп ^{161}Dy , что доказывает правильность выбора методики ЯРР в качестве основной для определения магнитного состояния тонких пленок и сверхрешеток на основе ^{161}Dy . получить высококачественные структуры. Ядерно-резонансное рассеяние синхротронного излучения является новым перспективным методом исследования магнитного упорядочения в ^{161}Dy -содержащих пленках.

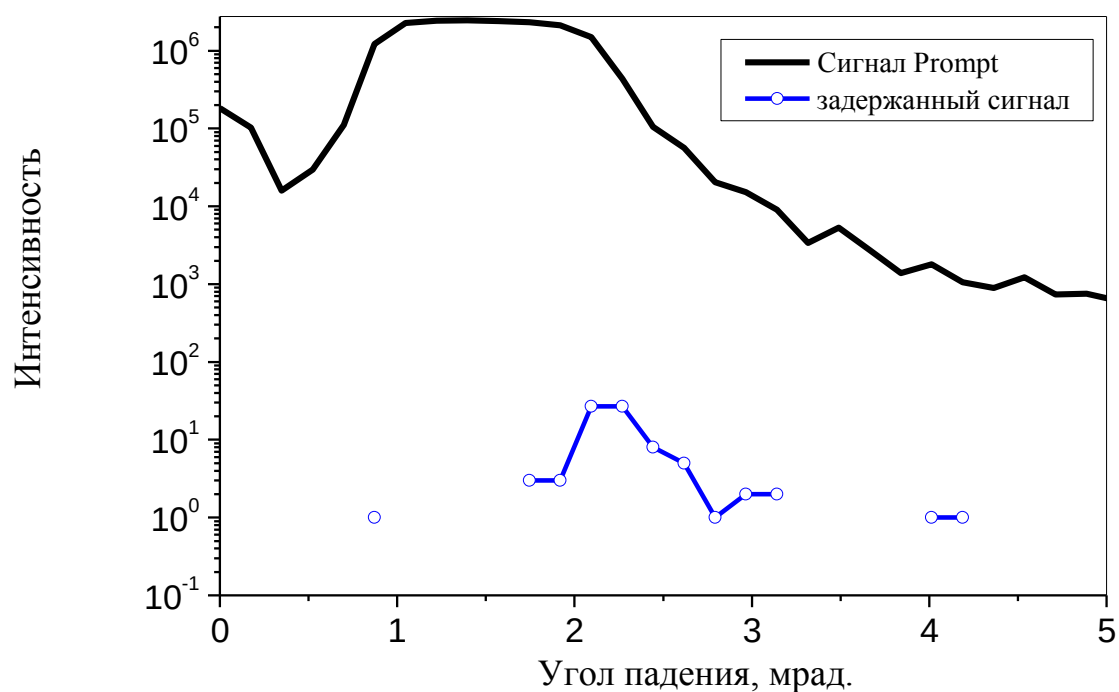


Рис. 6.1 Спектры ядерно-резонансного отражения от эталонной пленки Dy толщиной 50 нм, измеренные при температуре 4 К после охлаждения от комнатной температуры в магнитном поле 2 Тесла

7. Анализ и обобщение полученных результатов

В ходе первого этапа выполнения проекта было проведено исследование тонких пленок и сверхрешеток на основе диспрозия, которое включало в себя все стадии от теоретического моделирования, синтеза наноструктур, их структурной аттестации до измерения магнитных свойств. Проанализируем отдельно результаты, полученные при применении различных методик.

Задачи первого этапа проекта полностью выполнены. Методом высоковакуумного магнетронного распыления синтезированы высококачественные сверхтонкие пленки Dy и сверхрешетки Dy/Gd. Рентгеноструктурные исследования, проведенные с использованием методов рентгеновской рефлектометрии и дифрактометрии высокого разрешения, подтвердили высокое качество полученных образцов: наблюдается строго выдержанная периодичность слоистой структуры, резкие межслойные границы, эпитаксиальная внутрикристаллическая структура. Были достигнуты также структурные требования: отклонения в толщинах слоев синтезированных наноструктур от номинальных (заданных) значений составляют менее 10 %.

Магнитометрические исследования, проведенные с помощью сквид-магнитометрии и рефлектометрии поляризованных нейтронов, обнаружили особенности магнитного поведения, которые могут быть связаны с киральным магнитным упорядочением в слоях Dy. Указанные методики не могут обнаружить кирального магнитного порядка, для этого требуется применять ядерно-резонансные методы.

Проведенное нами теоретическое моделирование показало, что особенности магнито-кирального упорядочения могут быть эффективно исследованы с помощью ядерного резонансного рассеяния на резонансной энергии 25.61 keV, соответствующей резонансу ^{161}Dy . В ходе эксперимента на эталонной пленке Dy, проведенного на станции ID18 Европейского центра синхротронного излучения,

были впервые детектированы спектры ядерно-резонансной рефлектометрии от тонкой пленки, содержащей ^{161}Dy .

Полученные на первом этапе проекта результаты были опубликованы в статье [E1], индексируемой в базах данных Web of Science и Scopus и были представлены на XVII Всероссийской школе-семинаре по проблемам физики конденсированного состояния вещества [E2].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Наноспинтроника - новая и быстро развивающаяся область микроэлектроники, предполагающая использовать спин электрона в магнитных наноструктурах для записи, хранения и передачи информации. Перспективными материалами наноспинтроники являются спирально-упорядоченные магнитные наноструктуры, в которых для записи информации используется киральность (направление поворота магнитных моментов). Целью настоящего исследования является определение микроскопической магнитной структуры кирально-упорядоченных сверхрешеток как потенциальных элементов устройств наноспинтроники методами ядерного резонансного рассеяния и спектроскопии с использованием синхротронного излучения, а также дальнейшее развитие таких методов применительно к редкоземельным сверхрешеткам на основе диспрозия.

Конкретными задачами исследования ставится синтезировать высокосвершенные сверхтонкие пленки диспрозия и многослойные наноструктуры диспрозий-гадолиний, определить их кристаллическую структуру и магнитные свойства, научиться определять их киральность методами ядерного резонансного рассеяния и отыскать пути для направленного изменения киральности таких наноструктур.

Исследование неколлинеарных магнитных наноструктур как потенциальных материалов для нового поколения систем записи, хранения и передачи информации в последние годы ведется очень интенсивно в ведущих мировых лабораториях и научных центрах. В числе перспективных наноструктур предлагаются и кирально-упорядоченные наносистемы, однако, исследование таких структур находится на начальной стадии. Использование в качестве таких материалов наноструктур на основе геликоидально-упорядоченных магнетиков (диспрозий) – новая идея. Уникальной особенностью проводимого исследования является использование новых методов ядерного

резонансного рассеяния, которые никогда не принялись ранее для определения киральности редкоземельных магнетиков.

В качестве объектов исследования были выбраны тонкие пленки Dy и сверхрешетки Dy/Gd, для которых характерно наличие геликоидально-упорядоченной магнитной структуры при пониженных температурах. Синтез образцов проводился современными методами высоковакуумного магнетронного распыления и молекулярно-лучевой эпитаксии. Для структурной характеристики полученных наноструктур использовались современные рентгеноструктурные методы – рентгеновская дифракция высокого разрешения и рентгеновская рефлектометрия, а также рефлектометрия поляризованных нейтронов. Макроскопические магнитные свойства полученных наноструктур были определены с помощью сквид-магнитометрии и вибрационной магнитометрии. Были рассчитаны модельные спектры ядерно-резонансного рассеяния от пленок диспрозия с различными типами магнитного упорядочения. Для определения внутрислойной магнитной структуры в пленках и слоях диспрозия была применена ядерная резонансная рефлектометрия с использованием синхротронного излучения.

Было проведено моделирование спектров ядерно-резонансного отражения для спирального упорядочения в тонких пленках и периодических структурах на основе диспрозия. Была впервые обоснована возможность применения такой методики для определения параметров магнитного упорядочения в магнитных наноструктурах на основе диспрозия.

Впервые методом высоковакуумного магнетронного распыления были успешно синтезированы эпитаксиальные тонкопленочные структуры на основе диспрозия и сверхрешетки диспрозий-гадолиний с контролем степени совершенства на атомном уровне. Были оптимизированы условия синтеза (подложки, композиция, температуры, скорости роста и др.),

позволяющие получить наноструктуры с заданной кристаллографической ориентацией. С помощью рентгеноструктурных исследований было показано наличие в синтезированных образцах высокосовершенной слоистой структуры с резкими межслойными границами. С помощью комбинированных магнитометрических и нейтронографических измерений установлено, что в ряде образцов при низких температурах формируются геликоидально-упорядоченные магнитные структуры. Впервые были экспериментально детектированы спектры ядерно-резонансной рефлектометрии от тонких пленок диспрозия, содержащих изотоп ^{161}Dy . Анализ полученных результатов по ядерной резонансной рефлектометрии и дифракции совместно со структурными, магнитными и др. данными позволит определить толщинные зависимости профилей намагниченности в исследуемых сверхрешетках и отыскать пути управления ими. Полученные результаты будут способствовать созданию новых материалов наноспинтроники на основе кирально-упорядоченных магнитных сверхрешеток.

Полученные на первом этапе проекта результаты были опубликованы в статье [E1], индексируемой в базах данных Web of Science и Scopus и были представлены на XVII Всероссийской школе-семинаре по проблемам физики конденсированного состояния вещества [E2]. Выполненные работы и полученные в ходе их выполнения результаты полностью соответствуют Техническому заданию (Приложение № 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от 06 мая 2016 г. № 14.616.21.0067). Сведения о выполнении проекта размещены на официальном сайте Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук по адресу: <http://imp.uran.ru/?q=ru/content/proekt-no-14616210067-issledovanie-obmennyyh-vzaimodeystviy-kiralno-uporyadochennyh-magnitnyh>.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices / M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas // Physical Review Letters. 1988. Vol. 61. № 21: P. 2472–2475.
- 2 Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange / G. Binach, P. Grunberg, F. Saurenbach, W. Zinn // Phys. Rev. B. 1989. Vol. 39. P. 4828
- 3 Ферт, А. Происхождение, развитие и перспективы спинтроники // УФН. 2008. Т. 178. № 12. С. 1336—1348.
- 4 Tsymbal, E. Y. Perspectives of Giant Magnetoresistance // Solid state physics / E. Y. Tsymbal, D. G. Pettifor; Ed. by H. Ehrenreich, F. Seitz, D. Turnbull, F. Spaepen. NY: Academic Press, 2001. Vol. 56. 483 pp.
- 5 Chappert, C. The emergence of spin electronics in data storage / C. Chappert, A. Fert, F. Nguyen Van Dau // Nature Materials. 2007. Vol. 6. P. 813–823.
- 6 Bader, S. D. Spintronics / S. D. Bader and S. S. P. Parkin // Annu. Rev. Condens. Matter Phys. 2010. Vol. 1. P. 71.
- 7 Spintronics: A Spin-Based Electronics Vision for the Future / S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnár, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, D. M. Treger // Science. 2012. Vol. 294. № 5546. P. 1488-1495.
- 8 Brataas, A. Spintronics: Chiral domain walls move faster // Nature Nanotechnology. 2013. Vol. 8. № 7. P. 485-486.
- 9 Naaman, R. Spintronics and chirality: spin selectivity in electron transport through chiral molecules / R. Naaman, D.H. Waldeck // Annu Rev Phys Chem. 2015. Vol. 66. P.263-281.
- 10 The 2014 Magnetism Roadmap / R. L. Stamps, S. Breitkreutz, J. Åkerman, A. V. Chumak, Y. C. Otani, G. E. W. Bauer, J.-U. Thiele, M.n Bowen, S. A. Majetich, M.

- Klaui, I. L. Prejbeanu, B. Dieny, N. M. Dempsey, B. Hillebrands // J. Phys. D: Appl. Phys. 2014. Vol. 47. P. 333001.
- 11 Nagaosa, N. Topological properties and dynamics of magnetic skyrmions / N. Nagaosa, Y. Tokura // Nat. Nanotech. 2013. Vol. 8, P. 899–911.
 - 12 Fert, A. Skyrmions on the track / A. Fert, V. Cros, J. Sampaio // Nat. Nanotech. 2013. Vol. 8, P. 152–156.
 - 13 Nucleation, stability and current-induced motion of isolated magnetic skyrmions in nanostructures / J. Sampaio, V. Cros, S. Rohart, A. Thiaville, A. Fert // Nat. Nanotech. 2013. Vol. 8. P. 839–844.
 - 14 Iwasaki, J. Current-induced skyrmion dynamics in constricted geometries / J. Iwasaki, M. Mochizuki, N. Nagaosa // Nat. Nanotech. 2013. Vol. 8. P. 742–747.
 - 15 Dynamics and inertia of skyrmionic spin structures / F. Büttner, C. Moutafis, M. Schneider, B. Krüger, C. M. Günther, J. Geilhufe, C. v. Korff Schmising, J. Mohanty, B. Pfau, S. Schaffert, A. Bisig, M. Foerster, T. Schulz, C. A. F. Vaz, 6, J. H. Franken, H. J. M. Swagten, M. Kläui, S. Eisebitt // Nat. Phys. 2015. Vol. 11. P. 225–228.
 - 16 Field-dependent size and shape of single magnetic skyrmion / N. Romming, A. Kubetzka, C. Hanneken, K. von Bergmann, & R. Wiesendanger // Phys. Rev. Lett. 2015. Vol. 114. P. 177203.
 - 17 Blowing magnetic skyrmion bubbles / W. Jiang, P. Upadhyaya, W. Zhang, G. Yu, M. B. Jungfleisch, F. Y. Fradin, J. E. Pearson, Y. Tserkovnyak, K. L. Wang, O. Heinonen, S. G. E. te Velthuis, A. Hoffmann // Science. 2015. Vol. 349 P. 283–286.
 - 18 Memory functions of magnetic skyrmions / W. Koshibae, Y. Kaneko, J. Iwasaki, M. Kawasaki, Y. Tokura, N. Nagaosa // Jpn J. Appl. Phys. 2015. Vol. 54. P. 053001.
 - 19 Skyrmion Lattice in a Chiral Magnet / S. Mühlbauer, B. Binz, F. Jonietz, C. Pfleiderer, A. Rosch, A. Neubauer, R. Georgii, P. Böni // Science. 2009 Vol. 323. № 5916. P. 915-919.

- 20 Real-space observation of a two-dimensional skyrmion crystal / X. Z. Yu, Y. Onose,, N. Kanazawa, J. H. Park, J. H. Han, Y. Matsui, N. Nagaosa, Y. Tokura // Nature 2010. Vol. 465. P. 901–904.
- 21 Spontaneous atomic-scale magnetic skyrmion lattice in two dimensions / S. Heinze, K. von Bergmann, M. Menzel, J. Brede, A. Kubetzka, R. Wiesendanger, G. Bihlmayer, S. Blügel // Nat. Phys. 2011. Vol. 7. P. 713–718.
- 22 Tchoe, Y. Skyrmion generation by current / Y. Tchoe, J. H. Han // Phys. Rev. B 2012. Vol. 85. P. 174416.
- 23 Zhou, Y. A reversible conversion between a skyrmion and a domain-wall pair in a junction geometry / Y. Zhou, M. Ezawa // Nat. Commn. 2014. Vol. 5. P. 4652.
- 24 Zhang, X. Magnetic skyrmion logic gates: conversion, duplication and merging of skyrmions / X. Zhang, M.Ezawa, Y.Zhou // Sci. Rep. 2015. Vol. 5. P. 9400.
- 25 Magnetic skyrmion transistor: skyrmion motion in a voltage-gated nanotrack / X. Zhang, Y. Zhou, M. Ezawa, G. P. Zhao, W. Zhao // Sci. Rep. 2015. Vol. 5. P. 11369.
- 26 Skyrmions at room temperature: From magnetic thin films to magnetic multilayers / C. Moreau-Luchaire, C. Moutafis, N. Reyren, J. Sampaio, C. A. F. Vaz, N. Van Horne, K. Bouzehouane, K. Garcia, C. Deranlot, P. Warnicke, P. Wohlhüter, J.-M. George, M. Weigand, J. Raabe, V. Cros, A. Fert // Nature Nanotechnology. 2016. Vol. 11. P. 444–448.
- 27 Observation of room temperature magnetic skyrmions and their current-driven dynamics in ultrathin Co films / S. Woo, K. Litzius, B. Krüger, M.-Y. Im, L. Caretta, K. Richter, M. Mann, A. Krone, R. M. Reeve, M. Weigand, P. Agrawal, I. Lemesch, M.-A. Mawass, P. Fischer, M. Kläui, G. S. D. Beach // Nature Materials. 2016. Vol. 15. P. 501–506.
- 28 Parkin, S. Memory on the racetrack / S. Parkin, S. Yang // Nat. Nanotech. 2015. Vol. **10**. P.195–198.
- 29 Roessler, U. K. Spontaneous skyrmion ground states in magnetic metals / U. K. Roessler, A. N. Bogdanov, R. Pfleiderer // Nature. 2006. Vol. 442. P. 797–801.

- 30 Iwasaki, J. Universal current-velocity relation of skyrmion motion in chiral magnets / Iwasaki, J., Mochizuki, M. & Nagaosa, N. // Nat. Commun. 2012. Vol. **4**. P. 1463.
- 31 Guided current-induced skyrmion motion in 1D potential well / I. Purnama, W. L. Gan, D. W. Wong, W. S. Lew // Sci. Rep. 2015. Vol. **5**. P. 10620.
- 32 Skyrmion-skyrmion and skyrmion-edge repulsions in skyrmion-based racetrack memory / X. Zhang, G. P. Zhao, H. Fangohr, J. Ping Liu, W. X. Xia, J. Xia¹, F. J. Morvan // Sci. Rep. 2015. Vol. **5**. P. 7643.
- 33 Iwasaki, J. Theory of magnon-skyrmion scattering in chiral magnets / J. Iwasaki, A. J. Beekman, N. Nagaosa // Phys. Rev. B. 2014. Vol. **89**. P. 064412.
- 34 Schutte, C. Magnon-skyrmion scattering in chiral magnets / C. Schutte, M. Garst // Phys. Rev. B 2014. Vol. **90**. P. 094423.
- 35 All-magnetic control of skyrmions in nanowires by a spin wave / X. Zhang, M. Ezawa, D. Xiao, G. P. Zhao, Y. Liu, V. Zhou // Nanotechnology. 2015. Vol. **26** P. 225701.
- 36 Universal helimagnon and skyrmion excitations in metallic, semiconducting and insulating chiral magnets / T. Schwarze, J. Waizner, M. Garst, A. Bauer, I. Stasinopoulos, H. Berger, C. Pfleiderer, D. Grundler // Nat. Mat. 2015. Vol. **14**. P. 478–483.
- 37 Schroeter, S. Scattering of high-energy magnons off a magnetic skyrmion / S. Schroeter, M. Garst // Low Temp. Phys. 2015. Vol. **41**. P. 817–825.
- 38 Kong, L. Dynamics of an insulating skyrmion under a temperature gradient / L. Kong, J. Zang // Phys. Rev. Lett. 2013. Vol. **111**. P. 067203.
- 39 AC current generation in chiral magnetic insulators and skyrmion motion induced by the spin Seebeck effect / S.-Z. Lin, C. D. Batista, C. Reichhardt, A. Saxena // Phys. Rev. Lett. 2014. Vol. **112**. P. 187203.
- 40 Magnon spintronics / A. V. Chumak, V. I. Vasyuchka, A. A. Serga, B. Hillebrands // Nat. Phys. 2015. Vol. **11**. P. 453–461.
- 41 Пат. WO 2015015007 A1, МКИ G11C11/16. Storage device with magnetic skyrmions and associated method / V. Cros, A. Fert, J. Sampaio, P. Seneor

- (Франция); Thales, Centre National De La Recherche Scientifique (C.N.R.S), Université Paris-Sud (Франция); заявлено 01.08.2014; опубл. 05.02.2015.
- 42 Пат. WO2016158230 A1, МКИ G11B5/02. Skyrmion generation device, skyrmion generation method, and magnetic memory device / М. Masahito (Япония); Japan Science and Tech. Agency (Япония); заявлено 08.03.2016; опубл. 06.10.2016.
- 43 Пат. WO2016002806 A1, МКИ G11B5/65. Magnetic element, skyrmion memory, solid-state electronic device, data recording device, data processor and communication device / N. Naoto, K. Wataru, I. Junichi, K. Masashi, T. Yoshinori, K. Yoshio (Япония); RIKEN (Япония); заявлено 30.06.2015; опубл. 07.01.2016.
- 44 Long-range incommensurate magnetic order in a Dy-Y multilayer / М. B. Salamon, S. Sinha, J. J. Rhyne, J. E. Cunningham, Ross W. Erwin, J. Borchers, C. P. Flynn // Phys. Rev. Lett. 1986. Vol. 56. P. 259.
- 45 Field induced chirality in the helix structure of Dy/Y multilayer films and experimental evidence for Dzyaloshinskii-Moriya interaction on the interfaces / S. V. Grigoriev, Yu. O. Chetverikov, D. Lott, A. Schreyer // Phys Rev Lett. 2008. Vol. 100. P. 197203.
- 46 Magnetic properties of Gd/Dy superlattices: Experiment and theory / R. E. Camley, J. Kwo, M. Hong, C. L. Chien // Phys. Rev. Lett. 1990. Vol. 64. P. 2703.
- 47 Magnetic rare earth superlattices / C.F. Majkrzak , J. Kwo , M. Hong , Y. Yafet , Doon Gibbs , C.L. Chien, J. Bohr // Advances in Physics. 1991. Vol. 40. P. 99-189.
- 48 Nuclear resonant scattering of synchrotron radiation from ^{161}Dy at 25.61 keV / Yu. V. Shvyd'ko, M. Gerken, H. Franz, M. Lucht and E. Gerdau // Europhys. Lett. 2001. Vol. 56. P. 309–315.
- 49 Grazing incidence Mössbauer spectroscopy: new method for surface layers analysis. Part II. Theory of grazing incidence Mössbauer spectra / S.M. Irkaev, M.A. Andreeva, V.G. Semenov, G.N. Belozerskii, O.V. Grishin // Nuclear Instrum. Methods B. 1993. Vol. 74. P. 554-564.

50 Andreeva, M.A. Nuclear resonant spectroscopy at Bragg reflections from periodic multilayers: Basic effects and applications / M.A. Andreeva, B. Lindgren // Phys. Rev. B. 2005. Vol. 72. P. 125422.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

А К Т

синтезирования образцов тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, отличающихся толщиной слоев Dy и Gd

Соглашение с Минобрнауки России
от «06» мая 2016 г. № 14.616.21.0067

Комиссия в составе:

Председателя	Зам. директора по научной работе	Ринкевича Анатолия Брониславовича
членов комиссии	Зам. заведующего лабораторией Старшего научного сотрудника	Ромашева Лазаря Николаевича Кравцова Евгения Алексеевича

назначенная приказом по Институту от «05» февраля 2015 г. № 4-а, в период с «01» декабря 2016 г. по «02» декабря 2016 г. проверила факт изготовления образцов.

1. Комиссии предъявлены:

1.1. Образцы тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, отличающихся толщиной слоев Dy и Gd в количестве 9 шт.

№ п/п	Структурная формула
1	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/\text{Dy}(50\text{ нм})/\text{Cr}(10\text{ нм})$
2	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(9\text{ нм}/\text{Gd } 6\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
3	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(6\text{ нм}/\text{Gd } 6\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
4	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(4.5\text{ нм}/\text{Gd } 6\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
5	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(3\text{ нм}/\text{Gd } 6\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
6	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(1.5\text{ нм}/\text{Gd } 6\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
7	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(9\text{ нм}/\text{Gd } 3\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
8	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(6\text{ нм}/\text{Gd } 3\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$
9	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(100\text{нм})/\text{Y}(50\text{нм})/[\text{Dy}(3\text{ нм}/\text{Gd } 3\text{ нм})]_{20}/\text{Cr}(10\text{ нм})$

2. В результате проверки установлено:

2.1. Образцы испытаний изготовлены Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук в период с «01» июля 2016 г. по «31» августа 2016 г. в соответствии с Приложением 1 к Соглашению о предоставлении субсидии от «06» мая 2016 г. № 14.616.21.0067 в комплектности, установленной Техническими требованиями на их изготовление.

3. Вывод:

Образцы пригодны для проведения экспериментальных исследований.

Председатель комиссии:

А.Б. Ринкевич

Члены комиссии:

Л.Н. Ромашев

Е.А. Кравцов

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Методика синтеза образцов тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd, отличающихся толщиной слоев Dy и Gd

Б.1 Метод молекулярно-лучевой эпитаксии

Для получения высококачественных тонких пленок и многослойных структур используют чаще всего механизмы эпитаксиального роста материала пленки. Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ) – это процесс выращивания плёнок на монокристаллической подложке в сверхвысоком вакууме. Технология МЛЭ была создана в конце 1960-х годов Дж. Р. Артуром (J. R. Arthur) и Альфредом Чо (Alfred Y. Cho).

В основе метода МЛЭ лежит осаждение испаренного в молекулярном источнике вещества на кристаллическую подложку. Атомы, испаренного в тигле вещества в виде пучка попадают на подложку. Благодаря сверхвысокому вакууму молекулы вещества распространяются практически прямолинейно, не испытывая соударения с молекулами газа (то есть длина свободного пробега молекул больше расстояния от источника до подложки). Испаряя различные вещества, можно получить слоистую структуру с четкими границами.

По сравнению с другими технологиями, используемыми для выращивания тонких пленок и многослойных структур, МЛЭ характеризуется прежде всего малой скоростью роста и относительно низкой температурой роста. К достоинствам этого метода следует отнести возможность резкого прерывания и последующего возобновления поступления на поверхность подложки молекулярных пучков различных материалов, возможность создания уникальных структур. Недостатками являются невысокая скорость роста пленок, дороговизна оборудования и сложность поддержания сверхвысокого вакуума.

Б.1.1 Установка МЛЭ

Метод МЛЭ, несмотря на достаточно простую идею, требует чрезвычайно сложных технических решений. Основные требования к установке эпитаксии следующие:

- В рабочей камере установки необходимо поддерживать сверхвысокий вакуум (около 10^{-8} Па).
- Чистота испаряемых металлических материалов должна достигать 99,999, а для полупроводниковых – 99,99999 %.
- Необходим молекулярный источник, способный испарять тугоплавкие вещества (такие как металлы) с возможностью регулировки плотности потока вещества.

Рассмотрим устройство и работу установки МЛЭ "Катунь-С". Внешний вид установки приведен на рис. Б.1.



Рисунок Б.1. Внешний вид установки МЛЭ "Катунь-С"

Установка “Катунь-С” состоит из двух камер (камера загрузки и камера роста), соединенных друг с другом транспортной системой. Камеры отделены друг от друга шиберным затвором. Загрузочная камера необходима для того, чтобы ускорить процедуру откачки установки до сверхвысокого вакуума. При загрузке и выгрузке образцов благодаря шиберному затвору, разделяющего камеры по давлению, с атмосферой сообщается только камера загрузки, имеющая небольшой объем, в то время как в камере роста поддерживается сверхвысокий вакуум (нет необходимости откачивать весь большой объем ростовой камеры). Также в состав установки входит масс-спектрометр МС-7303 для контроля состава молекулярного пучка, состава атмосферы и давления в камере.

Рассмотрим основные составные части установки “Катунь-С”.

Б.1.2 Вакуумная камера

Камера создаётся из нержавеющей сплава высокой чистоты и имеет множество фланцев для присоединения к ней насосов, нагревателей, вакуумметров и других устройств. С целью обеспечения вакуума в камере, перед работой ее прогревают до высоких температур с помощью ленточного нагревателя, намотанного вокруг камеры. При этом происходит дегазация поверхности.

В установке “Катунь-С” используются две соединенных единой транспортной системой камер:

- Рабочая камера (камера роста), в которой осуществляется рост структуры.
- Загрузочная камера, выполняющая роль шлюза между рабочей камерой и атмосферой.

В некоторых установках МЛЭ есть еще измерительная камера, позволяющая определять свойства образца, не извлекая его из установки.

Каждая камера соединена с двумя вакуумными насосами. Кроме того, обе камеры через вентиль сообщаются с баллоном, в котором находится азот особой чистоты. Азот запускается в вакуумную камеру перед ее вскрытием с целью облегчения последующее процедуры откачки. Камера загрузки заполняется азотом перед извлечением из нее подложки.

В обеих камерах установлены стеклянные смотровые окна, необходимые для визуального контроля перемещения подложки внутри камеры и установки ее в манипулятор. Для улучшения видимости на одно из окон крепится осветительный прибор.

Б.1.3 Насосы

К каждой камере установки присоединено по два насоса. Так в камере загрузки установлен откачной пост task-V 301 фирмы VARIAN и магниторазрядный диодный насос НМД-0.4-1. В камере роста используются откачной пост task-V 301 и магниторазрядный насос IP 400.

Откачной пост VARIAN Task-V301 состоит из двух насосов: спиральный (форвакуумный насос для предварительного разрежения) и турбомолекулярный. Сухой спиральный насос SH-110 производит первоначальную откачку газов до давления $6,6 \cdot 10^{-2}$ Па; турбомолекулярный насос продолжает откачку до давления $1 \cdot 10^{-8}$ Па.

В магниторазрядном насосе откачка производится благодаря наличию в нем распыляемых титановых электродов. Распыленный титан переосаждается на рабочую поверхность насоса, образуя пленку, которая «прикрывает» попавший на поверхность газ. Именно этот насос используется для достижения сверхвысокого вакуума.

Б.1.4 Манипулятор

Манипулятор (подложкодержатель) используется для крепления подложки, ее вращения и нагрева. Встроенный в манипулятор нагреватель обеспечивает предварительный прогрев подложки для очистки её поверхности от грязи и сгона защитного слоя окисла. Во время работы нагреватель поддерживает постоянную температуру подложки, при которой происходит миграция атомов осаждаемого вещества по поверхности (поверхностная диффузия). Таким образом осуществляется процесс формирования атомарно гладких монослоев. Скорость роста определяется потоком вещества на поверхность. При малых потоках получаются очень гладкие плёнки с четкими границами. Однако из-за длительности процесса повышается вероятность загрязнения поверхности, что приводит к появлению дефектов в итоговой структуре. При большем потоке, монокристаллическая плёнка не растёт, а получается поликристаллическая или аморфная (материал летит каплями).

Для устранения эффектов неоднородности структур из-за несимметричности молекулярных пучков манипулятор сделан вращающимся.

Конструкция манипулятора позволяет вращать подложку и изменять ее положение в ручном режиме. Это необходимо для загрузки-выгрузки подложек.

Б.1.5 Молекулярные источники

Для испарения необходимых для роста веществ используются молекулярные источники (рис. В.2). Они состоят из следующих элементов:

- Тигель из тугоплавкого материала (окись циркония). От формы тигля зависит форма и однородность молекулярного пучка.
- Нагреватель (намотанная вокруг тигля танталовая спираль). Температура нагрева достигает 1400 К.
- Термопара для измерения температуры тигля. От температуры зависит плотность потока вещества в пучке.

- Заслонка перед тиглем. С ее помощью можно резко выключать пучок для формирования четких границ между слоями.
- Система охлаждения корпуса нагревателя. Применяется с целью поддержания в камере роста необходимого вакуума (при повышении температуры нагревателя, с его поверхности вылетают атомы материала и ухудшают вакуум).

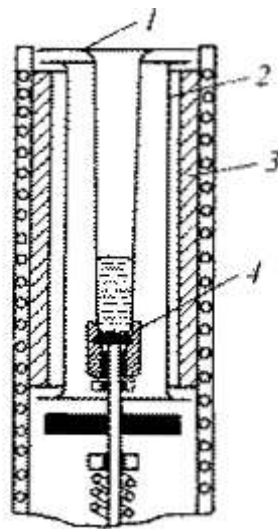


Рисунок Б.2. Схема молекулярного источника: 1- тигель, 2- нагреватель, 3- экран, 4- термопара

Количество и тип источников определяется используемыми для роста веществами. В установке "Катунь-С" предусмотрено место для установки шести источников, что позволяет реже вскрывать установку для заправки источников веществом.

В рамках данного дипломного проекта был разработан и откалиброван нагреватель нового типа.

Б.1.6 Системы контроля ростовых параметров

Для контроля ростовых параметров используются следующие измерительные приборы:

- Вакуумметры для измерения давления в камерах. В качестве вакуумметров используются приборы ВМБ 1/8-001 с интервалом измерения давления от 10^{-1} до 10^{-8} Па.
- Масс-спектрометр для контроля состава молекулярного пучка, состава атмосферы и давления в камере.
- Термопары для измерения температуры образца, тиглей источников.

Б.1.7 Автоматизация

Использование управляющих блоков и компьютера со специальным ПО позволяет ускорить процессы эпитаксии, упростить установку в обслуживании. Управление процессом напыления производится компьютером по заранее заданной программе. В программе задаются: температура, время и последовательность напыления.

Б.1.8 Подложка

В качестве носителя используется металлический диск диаметром 100 мм, на котором закреплена прямоугольная пластинка ситалла размером 50*60 мм [3]. В зависимости от поставленной задачи могут применяться подложки из окиси магния (MgO), оксида алюминия (Al_2O_3) и кремния (Si). Подложки из различных материалов отличаются в основном качеством (шероховатостью) поверхности и типом кристаллографической ориентации.

Б 1.9 Описание процесса напыления на установке “Катунь-С”

При эксперименте подложка загружается в модуль загрузки-выгрузки, там обезгаживается, затем по транспортной рейке поступает в модуль для эпитаксии, где устанавливается под нагревателем. Нагреватель доводит ее до температуры 180°C, одновременно разогреваются молекулярные источники до температуры испарения металлов. По программе открываются заслонки ячеек с осаждаемым веществом (Fe,

Cr), молекулы которого испаряются, вылетают и попадают на подложку, где и проходит процесс эпитаксии.

Б.2 Высоковакуумное магнетронное распыление

Тонкие пленки и многослойные магнитные структуры могут быть получены различными методами напыления, например, магнетронным напылением. Магнетронный метод напыления отличается рядом преимуществ: высокой скоростью распыления (примерно 20-60 Å/мин), возможностью напылять как металлические, так и диэлектрические материалы с довольно четкими границами раздела между слоями. Также данный метод не требует сверхвысокого вакуума, что значительно упрощает эксплуатацию данной установки.

В лаборатории образцы получали на установке для магнетронного напыления фирмы ULVAC MPS-4000-C6 (Рис.Б.3).



Рисунок Б.3. Внешний вид установки MPS-4000-C6.

Установка состоит из следующих основных частей:

- Трех камер: камера для напыления металлов (6 магнетронов), камера для напыления диэлектриков (MgO) и камера загрузки – очистки поверхности;
- Система манипуляторов для передвижения образца;
- Система вакуумной откачки;

- Автоматизированная панель для осуществления контроля над процессами напыления.

Принцип действия установки магнетронного напыления (рис.Б.4): мишень из напыляемого вещества бомбардируется ионизированным газом (в нашем случае это аргон) и «выбитые» атомы осаждаются на подложку. Аргон, попадая в камеру для напыления, ионизируется, таким образом, ионы аргона «выбивают» атомы напыляемого вещества с поверхности мишени и последние осаждаются на подложке.

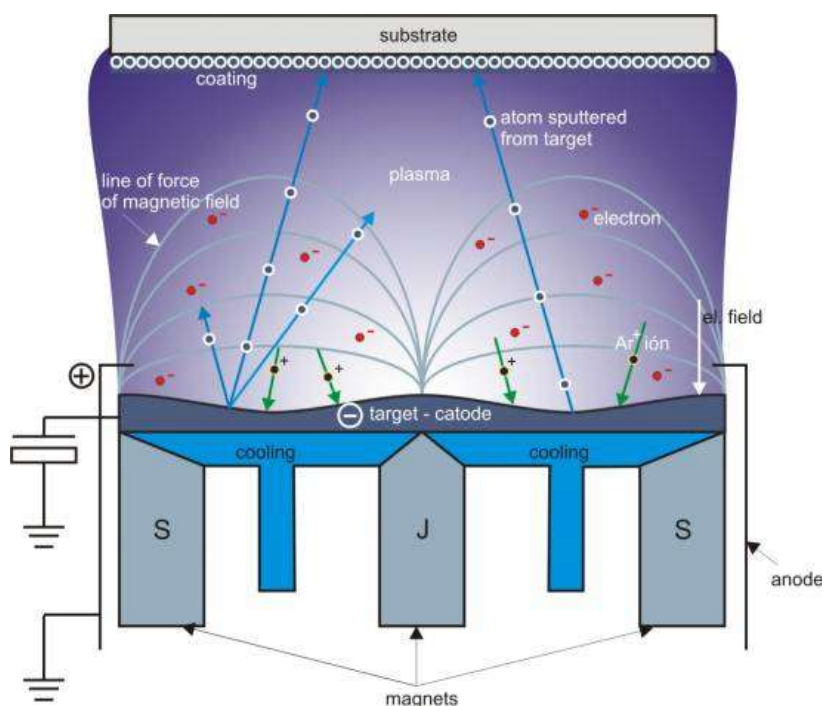


Рисунок Б.4. Схема устройства и работы установки магнетронного напыления.



Рисунок Б.5. Мишени в камере напыления металлов

В качестве мишеней могут использоваться различные материалы, в том числе металлы (железо, кобальт, медь, тантал, хром), их сплавы (пермаллой, $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$) и диэлектрики (MgO). Диаметр мишеней – 50мм. Для напыления планарных наноструктур необходимо, чтобы материалы мишеней отличались высокой чистотой.

Напыление пленок происходило при комнатной температуре, фиксированном давлении аргона 0.1 Па и мощности магнетронов 100 Вт. Базовое давление остаточных газов в камере напыления составляло $P = 6 \times 10^{-7}$ Па. При указанной мощности магнетронов скорости напыления для мишеней Cr, Dy, Gd, Nb и Y были, соответственно: 30, 27, 62, 28, 38, 28 Å/мин. Для защиты поверхности образец покрывался слоем хрома толщиной 100Å. Перед напылением поверхность подложки очищалась ионным травлением в атмосфере аргона непосредственно в напылительной системе.

ПРИЛОЖЕНИЕ В.

Методика рентгеноструктурных исследований тонких пленок Dy и многослойных наноструктур на основе Dy

Ключевым элементом в формировании многих физических, в том числе магнитных, свойств тонких пленок является их структурное состояние. Оно характеризуется наличием определенного порядка (или беспорядка) в расположении атомов на расстояниях, сравнимых с межатомными расстояниями, (атомная структура), а также размерами, формой и расположением образований большего масштаба (микроструктура) (т.е. кристаллиты, межкристаллитные границы, композиционные и другие пространственно оформленные неоднородности). При относительно большой толщине ($D > 10$ нм) структурное состояние пленок, прежде всего, зависит от способа и температурного режима напыления. Наиболее распространенной методикой, используемой для изучения структурных элементов тонких пленок рентгеновская дифрактометрия. Рентгеноструктурный анализ основан на получении и анализе дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов облучаемого объекта. Если рентгеновские лучи попадают на упорядоченную систему атомов, то волны, рассеянные различными атомами такой системы и распространяющиеся в одном определённом направлении, интерферируют между собой. Каждый кристалл является упорядоченной системой атомов или совокупностью атомных плоскостей. Таким образом, от кристалла любого вещества может быть получена характерная для него рентгеновская дифракционная картина.

При углах падения, удовлетворяющих условию Вульфа-Брэгга:

$$2d \sin \theta_B = n\lambda \quad (B1)$$

происходит образование дифракционной волны большой интенсивности. Здесь λ - длина волны излучения, d – межплоскостное расстояние. Согласно условию Вульфа-

Брэгга, дифракционные максимумы получаются только при определенных направлениях и межплоскостных расстояниях.

В данной работе структурная аттестация образцов (определение толщин, степени совершенства слоев и интерфейсов) проводилась методом рентгеновской рефлектометрии.

Рентгеновская рефлектометрия является одним из методов контроля и аттестации тонких пленок, а так же многослойных планарных наноструктур. Метод позволяет получить информацию о толщинах тонких пленок (от 1 до 1000 нм), среднеквадратичной шероховатости поверхности и интерфейсов, а так же о средней плотности вещества исследуемой слоистой структуры.

Метод рентгеновской рефлектометрии основан на регистрации и анализе дифракционной картины от рентгеновских лучей, отраженных образцом при малых ($\theta = 0.1 - 5^\circ$) углах падения. При углах падения меньше критического $\theta < \theta_k$ происходит полное отражение падающего пучка поверхностью образца. Величина критического угла для большинства материалов $\theta_k < 0.3^\circ$. По величине критического угла можно оценить среднюю плотность ρ вещества образца $\theta_k \sim \rho^{1/2}$. При углах падения больше критического $\theta > \theta_k$ рентгеновское излучение проникает в образец. Лучи, отраженные разными интерфейсами интерферируют, и в результате на дифрактограмме регистрируются осцилляции интенсивности (кессиговские осцилляции). Период осцилляций $\Delta\theta$ определяется толщиной пленки: $\Delta\theta \approx \lambda/(2d)$, где d – толщина пленки, λ – длина волны рентгеновского излучения. Спадание интенсивности осцилляций связано с шероховатостью слоев. Чем выше совершенство поверхности и интерфейсов, тем в большем интервале углов наблюдаются кессиговские осцилляции.

Метод рентгеновской рефлектометрии заключается в измерении коэффициента зеркального отражения рентгеновского излучения как функции переданного импульса фотона $\mathbf{q}$ (Рисунок В1). Структуру образца определяют, как правило, путем подгонки (моделирования) экспериментальной кривой модельной, в которую входят параметры, описывающие структуру образца. Таким образом,

подгонка экспериментальных кривых позволяет восстановить структурный профиль образца. Обработка рефлектограмм проведена с помощью программы PANalytical X'Pert Reflectivity.

Алгоритм численного решения задачи о зеркальном отражении от произвольного потенциала был предложен Парратом. Произвольный потенциал гетероструктуры рассматривается как последовательность прямоугольных потенциалов, т.е. структура рассматривается как N однородных по глубине пленок толщиной z_j с коэффициентом отражения r_j и z -компонентой переданного импульса q_{zj} , шероховатость и неидеальность границ при этом описывается путем введения дополнительных подслоев. Исходя из условия сохранения тангенциальной компоненты волнового вектора на границе раздела Парратом было получено рекуррентное соотношение для коэффициента отражения:

$$R_j = \frac{r_j + R_{j+1}e^{2i\varphi}}{1 + r_j R_{j+1}e^{2i\varphi}} \quad (B2),$$

где r_j – коэффициент Френелевского отражения на границе между $j-1$ и j слоем, а R_{j+1} – коэффициент отражения от границы между j и $j+1$ слоями. Итерации начинаются с подложки, в сторону уменьшения j , до $j=0$, подложка считается полубесконечной, а значит $R_{j+1}=0$.

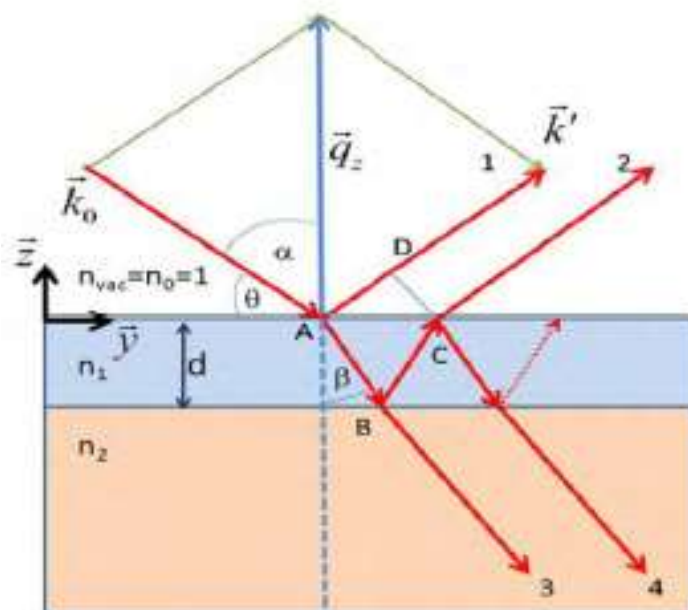


Рисунок В1. Геометрия эксперимента в методе рефлектометрии рентгеновского излучения.

Все рентгеновские измерения выполнялись на лабораторном рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2 (Рисунок 2). Основу системы Empyrean составляют следующие элементы:

- корпус дифрактометра и блок электроники;
- гониометр, центральная часть дифрактометра (№ 2);
- рентгеновская трубка в корпусе трубки, закрепленном на гониометре (№ 6);
- оптические модули для падающего и дифрагированного рентгеновского пучка (№ 1 и № 3);
- платформа для образца, на которую устанавливается образец для измерения его характеристик (№ 5);
- детектор для измерения интенсивности дифрагированного рентгеновского пучка (№ 4).

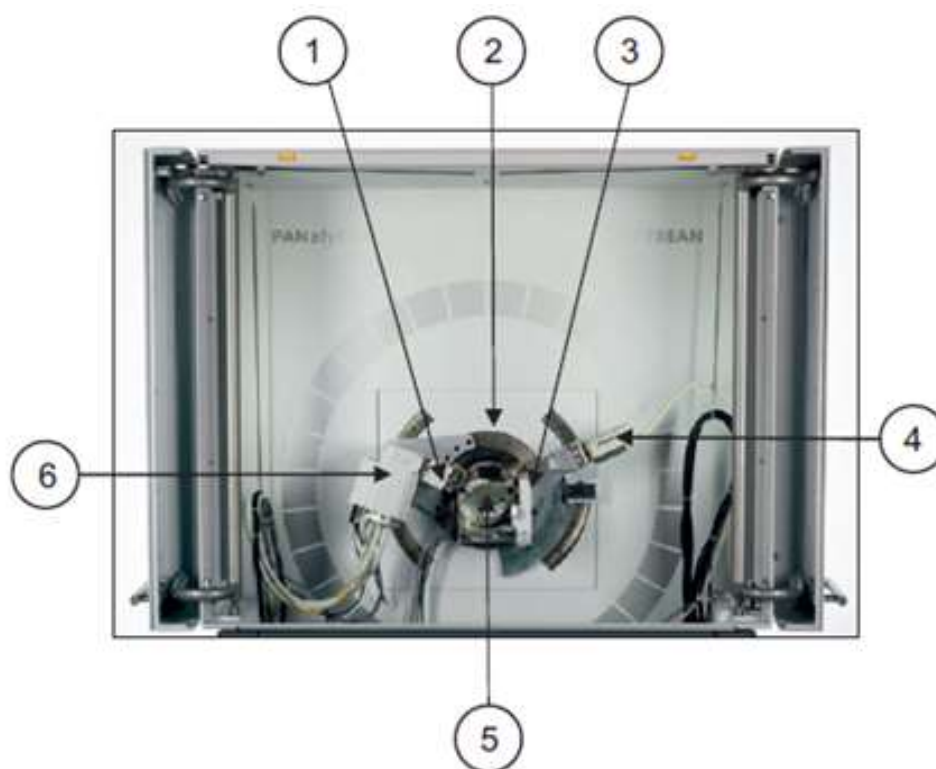


Рисунок В2. Фотография и схема дифрактометра PANalytical Empyrean.

1. Оптический модуль, формирующий падающий пучок;
2. Гониометр;
3. Оптический модуль, принимающий дифрагированный пучок;
4. Детектор;
5. Платформа для образца;
6. Корпус трубки с рентгеновской трубкой.

Этот дифрактометр оборудован рентгеновской трубкой с водоохлаждаемым антикатодом, сделанным из меди (хрома, молибдена, кобальта и др.). При бомбардировке антикатада разогнанными электронами медь излучает $K\alpha_1$ спектральную линию с длиной волны $1.54 \text{ \AA}$. В качестве детектора рентгеновского излучения используется пропорциональный (сцинтилляционный) счетчик. Работа пропорционального счётчика основана на явлении газового усиления. Газовое

усиление это увеличение количества свободных зарядов в объёме детектора за счёт того, что первичные электроны на своём пути к аноду в больших электрических полях приобретают энергию достаточную для ударной ионизации нейтральных атомов рабочей среды детектора. Возникшие при этом новые электроны в свою очередь успевают приобрести энергию достаточную для ионизации ударом. Таким образом, к аноду будет двигаться нарастающая электронная лавина. Это «самоусиление» электронного тока (коэффициент газового усиления) может достигать $10^3 - 10^4$. Такой режим работы отвечает пропорциональному счётчику (камере). В названии отражено то, что в этом приборе амплитуда импульса тока (или полный собранный заряд) остаётся пропорциональной энергии, затраченной заряженной частицей на первичную ионизацию среды детектора. Таким образом, пропорциональный счётчик способен выполнять функции спектрометра, как и ионизационная камера. Энергетическое разрешение пропорциональных счетчиков лучше, чем у сцинтилляционных, но хуже, чем у полупроводниковых. Для проведения измерения образец крепится на горизонтальной платформе, которая устанавливается на поворотный столик гониометра. Механическая система гониометра приводится в движение посредством шаговых двигателей, которые управляются при помощи микроконтроллера. Дифрактометр соединен с компьютером, на котором установлена специальная программа Data Collector. Программное управление позволяет в автоматическом режиме снимать рефлектограммы.

Пошаговое описание работы:

1. Установка конфигурации для измерений: на первичный пучок монтируется гибридный монохроматор, состоящий из параболического зеркала на основе свёрхрешетки W/Si и двухкристального (220)Ge монохроматора (Рисунок 3). Высота пучка, ограниченного щелью 1/32, составляла 0.08 мм. Щель должна быть вставлена в модуль зеркала, если образец более 25 мм вставляется в модуль зеркала соответствующая маска. Щели используются для уменьшения расходимости пучка.

На вторичный пучок устанавливается плоскопараллельный коллиматор (Рисунок 4) с плоским графитовым монохроматором и колирующей щелью с экваториальной апертурой 0.1 мм. Пластинчатый коллиматор должен быть закреплен с детектором. Принимающая щель используется для улучшения разрешения.

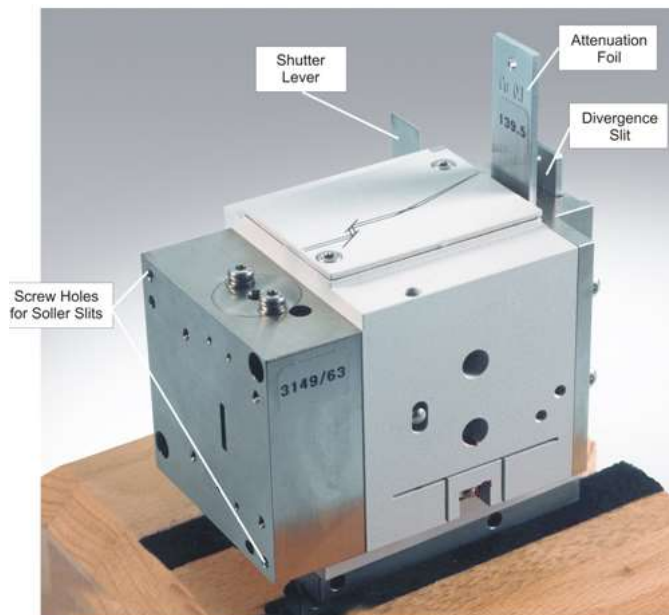


Рисунок В3. Гибридный монохроматор.

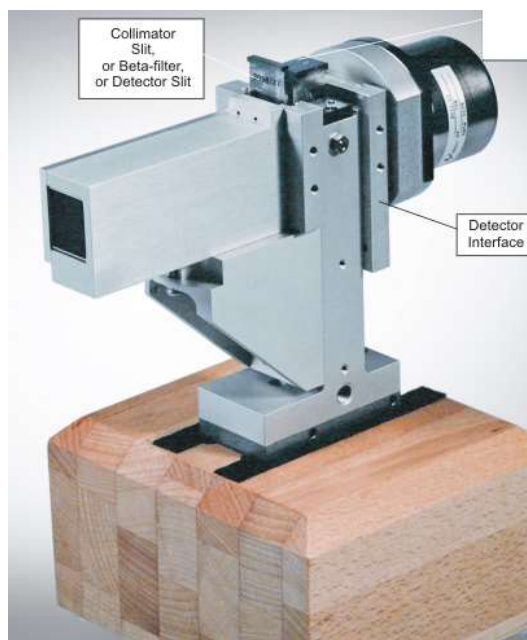


Рисунок В4. Плоскопараллельный коллиматор.

2. Выбор установленной конфигурации в программе Data Collector.
3. Включение генератора на 45 кV и 40 мА.

4. Установка образца на платформу. Образец крепится длинной осью образца вдоль направления пучка. Это выравнивание будет способствовать обеспечению самого низкого фонового шума и максимальной силы сигнала.
5. Калибровка образца.
6. Программа измерения.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г.

Методика магнитометрических исследований тонких пленок Dy и многослойных наноструктур на основе Dy

Г1. Вибрационная магнитометрия

Автоматизированный вибрационный магнитометр АВМ-1 предназначен для измерений магнитной анизотропии, магнитного момента, намагниченности и электросопротивления различных материалов при изменении напряженности внешнего магнитного поля. В зависимости от типа держателя образца установка может применяться для исследований указанных свойств массивных и пленочных образцов при комнатной температуре. Автоматизация установки позволяет проводить все виды измерений (за исключением измерения анизотропии) в автоматическом режиме в соответствии с заданной программой.

Г.1.1 Устройство вибрационного магнитометра

Принцип работы магнитометра основан на законе Фарадея об электромагнитной индукции и заключается в определении значения электродвижущей силы, наводимой в измерительных катушках вибрирующим намагниченным образцом.

Блок-схема вибрационного магнитометра представлена на рис Г.1.

Образец 1 крепится в держателе образца 2, который вставлен в вибратор 3 и зафиксирован в нем прижимным колпачком. Переменное напряжение заданной частоты и амплитуды подается от генератора 4 на задающую катушку динамика – вибратора 3. Для относительного измерения амплитуды вибрации служит измерительная катушка, намотанная рядом с задающей катушкой. Переменный сигнал с измерительной катушки фиксируется вольтметром 5. При вибрации намагниченного образца в системе детектирующих катушек, состоящей из четырех

катушек, соединенных встречно-последовательно, наводится ЭДС, пропорциональная магнитному моменту образца $M_{обр}$, амплитуде вибрации $A(V)$ и частоте вибрации образца $f(Гц)$.

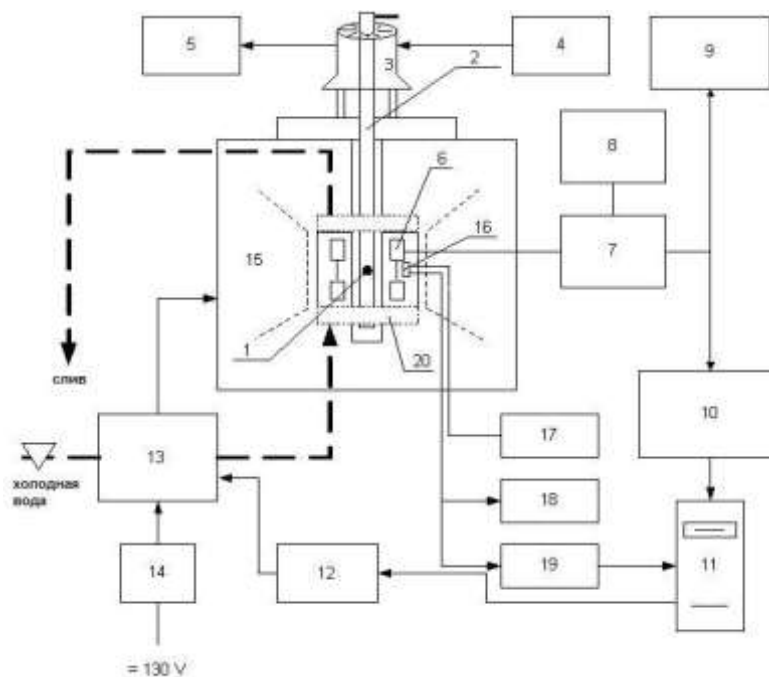


Рисунок Г.1 Блок-схема вибрационного магнитометра: 1-образец, 2-держатель образца, 3-динамик – вибратор, 4-генератор ГСС 93/1, 5-вольтметр Ш301-3, 6-детектирующие катушки, 7-фазочувствительный нановольтметр 232В, 8-осциллограф GOS–620, 9-вольтметр АВМ-4306, 10- вольтметр НР 34401А, 11-компьютер Celeron 1100, 12-тумбовый реостат, 13- стабилизатор тока электромагнита, 14-ЦАП (12 бит), 15-электромагнит, 16-датчик Холла, 17-стабилизатор тока для датчика Холла, 18-вольтметр В7-38, 19- вольтметр НР 34401А, 20-водоохлаждаемый радиатор детектирующих катушек

При неизменных конструктивных характеристиках системы детектирующих катушек (число витков катушек, форма катушек, расстояние от катушек до образца, и др.) и при фиксированных оптимальных значениях частоты и амплитуды вибрации

образца, определяемых резонансными свойствами мембраны динамика и весом держателя образца, измеряемая катушками ЭДС пропорциональна магнитному моменту образца.

Держатель образца 2 предназначен для крепления образца, вращения образца в магнитном поле (для измерения анизотропии) и для передачи механических колебаний от динамика к образцу. В установке используются два различных держателя: для измерения намагниченности и магнитосопротивления пленочных образцов.

Для управления установкой используется компьютерная программа, адаптированная для работы в среде Excel.

Г.1.2 Пересчет относительных единиц измерения намагниченности в системные единицы

Для перевода намагниченности из вольт в системные единицы (Гс *см³/Г) необходимо провести измерения намагниченности насыщения аттестованного образца при тех же экспериментальных условиях, при которых были проведены измерения намагниченности исходного образца, и найти коэффициент пересчета k , входящего в формулу (В.1) расчета удельной намагниченности $\sigma_0(H)$:

$$\sigma(H) = \sigma_0 \cdot \frac{M_{\text{Эталон}}}{V_{\text{Эталон}}} \cdot \frac{V_{\text{Пленка}}(H)}{M_{\text{Ферро}}} = k \cdot V_{\text{Пленка}}(H), \quad (\text{Г.1})$$

где σ_0 – удельная намагниченность насыщения эталонного образца, $M_{\text{Эталон}}$ – масса эталона, $V_{\text{Эталон}}$ – величина намагниченности насыщения эталонного образца в вольтах, измеренная на соответствующем пределе измерения, $V_{\text{Пленка}}(H)$ – намагниченность пленочного образца в вольтах, измеренная в магнитном поле H , $M_{\text{Ферро}}$ – масса ферромагнитного вещества в образце, определяемая взвешиванием

(для массивного образца), либо другими специальными методами (для магнитных пленок, напыленных на подложку).

Для калибровочных измерений в данном вибрационном магнитометре используется шарик никеля, массой $M_{\text{Эталон}} = 13.9 \cdot 10^{-3}$ г и намагниченностью насыщения $\sigma_0 = 56$ Гс * см³/г.

Масса магнитного материала в пленках рассчитывается по размерам образца, измеряемыми цифровым штангенциркулем с точностью ± 0.02 мм, и суммарной толщине слоев железа t_{Fe} , определяемой рентгеновскими методами:

$$M_{Fe} = \rho_{Fe} \cdot S \cdot t_{Fe}, \quad (\text{Г.2})$$

где ρ_{Fe} - табличное значение плотности Fe (7.874 г/см³), S – площадь пленочного образца в единицах – см², t_{Fe} - суммарная толщина магнитных слоев Fe в пленке или многослойной структуре, выраженная в сантиметрах.

Г2 Низкотемпературная СКВИД- магнетометрия

Температура Нееля и температура Кюри для объёмного Dy, составляют 178,5 К и 88 К соответственно. В связи с тем, что при комнатной температуре Dy парамагнитен, для исследования магнитной структуры образцов нужны низкотемпературные измерения. Магнитные измерения при низких температурах проводились на СКВИД магнитометре в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН.

СКВИД (от англ. *SQUID, Superconducting Quantum Interference Device* — «сверхпроводящий квантовый интерферометр») — сверхчувствительные магнитометры, используемые для измерения очень слабых магнитных полей. СКВИД магнитометры обладают рекордно высокой чувствительностью, достигающей $5 \cdot 10^{-33}$ Дж/Гц (чувствительность по магнитному полю — 10^{-13} Тл). Для длительных измерений усредненных значений в течение нескольких дней можно достичь значений чувствительности в $5 \cdot 10^{-18}$ Тл.

СКВИД магнитометр представляет собой сверхпроводящее кольцо с двумя джозефсоновскими туннельными контактами. Это в определенном смысле аналог оптического эффекта с интерференцией от двух щелей, только в данном случае интерферируют не световые волны, а два джозефсоновских тока.

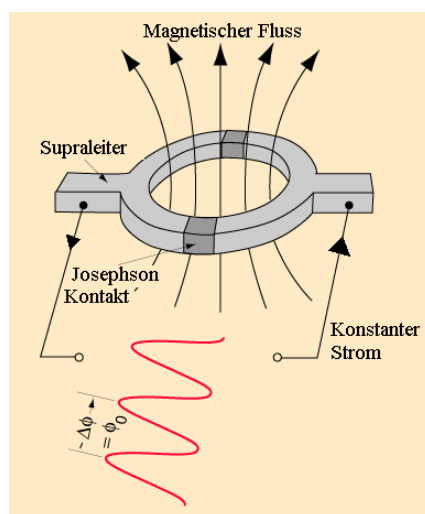


Рисунок Г2. Изменение магнитного потока за счет генерации на Джозефсоновском контакте.

Существенным для понимания работы СКВИДа является наличие волновых свойств у электрона — в СКВИДе волна электронов разделяется на две, каждая из которых проходит свой туннельный контакт, а затем обе волны сводятся вместе. В случае отсутствия внешнего поля обе ветви будут эквивалентны, и обе волны придут без разности фаз. Но при наличии магнитного поля в контуре будет наводиться циркулирующий сверхпроводящий ток. Этот ток в одном из контактов будет вычитаться из постоянного внешнего тока, а во втором — складываться с ним. Теперь две ветви будут иметь разные токи, и между туннельными контактами возникнет разность фаз. Волны электронов, пройдя через контакты и соединившись, будут интерферировать, интерференция проявится как зависимость критического тока СКВИДа от приложенного внешнего магнитного поля. Ступенчатый характер зависимости позволяет чувствовать отдельные кванты потока. Ступенчатый вид зависимости возникает из-за наличия условия изменения фазы электронной волны на джозефсоновском контакте на $2\pi n$, где n — целое число. На Рисунке 2 показан общий вид СКВИД магнитометра.



Рисунок Г3. Внешний вид СКВИД магнитометра MPMS-XL-5

Высокочувствительный магнитометр MPMS-XL-5 фирмы Quantum Design(USA) (Рисунок Г3) обеспечивает поведение исследований магнитных свойств любых материалов в статическом и (или) динамическом магнитном поле.

Технические характеристики СКВИД магнитометра:

Статический режим

- диапазон измерений магнитного момента – $(300-10^{-8})\text{Гс}\times\text{см}^3$;
- напряженность магнитного поля – до 50 кЭ;
- стабильность магнитного поля – 1 ppm/час;
- однородность поля – 0.01 %

Динамический режим

- частотный диапазон – $(0.01 - 1000)$ Гц;
- амплитудное значение напряженности поля – $(0.01 - 4)$ Э;
- чувствительность – 10^{-8}Гс см^3

Температура

- температурный интервал – $(1.8 - 400)$ К;
- скорость изменения температуры $(0.001 - 10)$ К/мин;
- стабильность ~ 0.5 %;
- стабилизация до уровня <0.1 К

Образец

- Размеры образца не более 8 мм.

Различают два типа СКВИДов — СКВИД на постоянном токе (двухконтактный СКВИД) и высокочастотный СКВИД (одноконтактный СКВИД). СКВИД на постоянном токе был изобретен в 1964 году физиками Robert Jaklevic, John J. Lambe, James Mercereau, и Arnold Silver. Они же вместе с Джеймсом Эдвардом Циммерманом изобрели СКВИД на переменном токе.

СКВИД на постоянном токе

СКВИД на постоянном токе представляет собой два джозефсоновских перехода, включенных параллельно. Включение осуществляется массивными сверхпроводниками, которые вместе с джозефсоновскими переходами а и б образуют замкнутый контур (кольцо). Внутри этого кольца введена катушка, создающая магнитный поток.

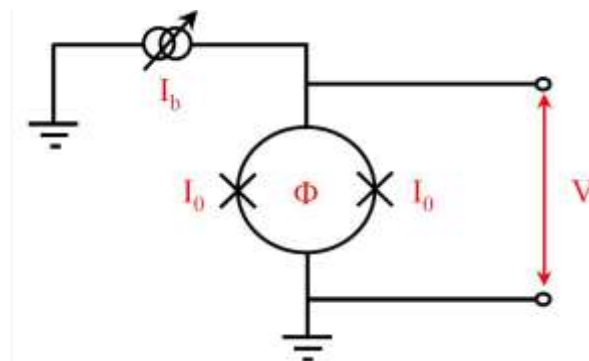


Рисунок Г4. Электрическая схема СКВИДа на постоянном токе, здесь I_b — внешний ток через СКВИД, I_0 — критический ток, Φ — магнитный поток, приложенный к контуру, V — падение напряжения на СКВИДе.

Работа СКВИДа на постоянном токе описывается двумя соотношениями Джозефсона:

$$\begin{aligned} I_c &= I_s \sin \varphi \\ \hbar \frac{\partial \varphi}{\partial t} &= 2eV \end{aligned} \quad (\Gamma 3)$$

Эти соотношения описывают соответственно стационарный и нестационарный эффект Джозефсона. Видно, что наиболее устойчиво сверхпроводящее состояние кольца по отношению к внешнему току будет в случаях, когда полный магнитный поток через интерферометр будет равен целому числу квантов потока ϕ_0 . Наоборот, случай, когда полный поток равен полуцелому

числу квантов потока, соответствует неустойчивому сверхпроводящему состоянию: достаточно приложить к интерферометру ничтожный ток, чтобы он перешел в резистивное состояние и чтобы вольтметр обнаружил напряжение на интерферометре.

СКВИД на переменном токе (ВЧ-СКВИД)

Работа СКВИДа на переменном токе основана на нестационарном эффекте Джозефсона и использует только один джозефсоновский контакт. ВЧ-СКВИД в измерительной технике демонстрирует обычно более высокую чувствительность за счет более высокой трансформации потока от измерительного объёма (образца). Он дешевле и проще в производстве в малых количествах. Значительная часть экспериментов в фундаментальной физике и измерений в биомagnetизме, включая измерение сверхмалых сигналов, были выполнены с использованием СКВИДов на переменном токе.

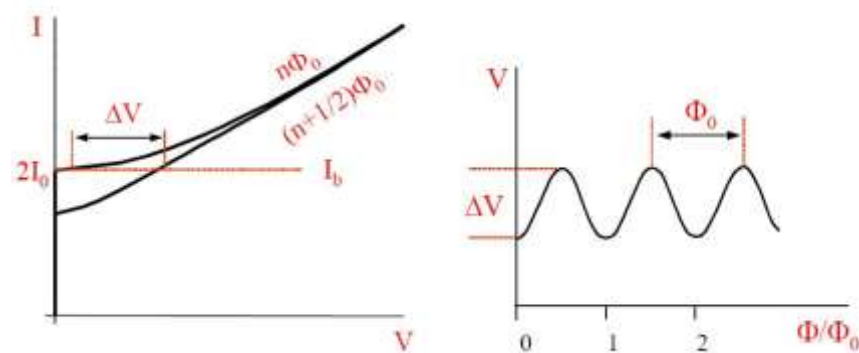


Рисунок Г5. *Слева:* вольт-амперная характеристика СКВИДа. Верхняя кривая соответствует $n\Phi_0$, а нижняя — $(n+1/2)\Phi_0$. *Справа:* зависимость напряжения на контакте от магнитного потока через контур. Период колебаний равен одному кванту потока Φ_0 .

Исключительно высокая энергетическая чувствительность (порядка долей постоянной Планка), которой обладают СКВИДы при измерениях магнитных

полей, открыла новые возможности в экспериментах фундаментальной физики. Одна из таких задач — оценка возможной величины электрического дипольного момента (ЭДМ) электрона. Общеизвестно, что электроны обладают электрическим зарядом и спином. Эффекты, связанные с нарушением CP- и T-инвариантности, не запрещают электрону иметь распределение электрического заряда, не совпадающее с распределением его массы, то есть электрический дипольный момент. Различные модели предсказывают существование у электрона ЭДМ на уровне от 10^{-20} см на заряд электрона до 10^{-28} см на заряд электрона, а возможно, и ещё меньше. Соответствующие опыты со СКВИДом показали, что ЭДМ у электронов меньше, по крайней мере, 10^{-22} см на заряд электрона. Этот результат вошел в справочники по свойствам элементарных частиц и к настоящему времени вызвал целую серию подобных измерений.

Г3. Векторная магнитометрия: рефлектометрии поляризованных нейтронов

Рефлектометрия - совокупность методов исследования плоских границ раздела сред путём анализа зеркально отражённых от изучаемой границы пучков молекул, атомов, частиц или электромагнитного излучения. Наиболее разработана нейтронная рефлектометрия, поэтому в узком смысле рефлектометрия - совокупность методов изучения плоских границ раздела сред, в основе которых лежит зеркальное отражение пучка низкоэнергетических нейтронов ($\leq 10^{-1}$ эВ), падающих под малыми углами скольжения ($\sim 10^{-3}$ - 10^{-2} рад.) к плоскости границы.

Рефлектометрию поляризованных нейтронов (РПН) для исследования магнитного состояния вещества начали использовать еще в 80-х годах прошлого века. Первая работа была опубликована в 1981 году. В ней впервые было показано, как, используя отражение поляризованных нейтронов определить намагниченность «вблизи поверхности ферромагнетика».

В первых экспериментах с поляризованными нейтронами изучалось изменение поляризации нейтронов, прошедших через магнитную среду. Из этого эксперимента можно было узнать о среднем размере доменов в намагниченном ферромагнетике. Увеличение интенсивности нейтронного потока позволило от деполяризационных экспериментов перейти к экспериментам в режиме отражения при малых углах. РПН позволяет получать информацию о распределении ядерного и магнитного потенциала вглубь структуры на глубине до 1 микрона. При этом в режиме полного поляризационного анализа можно получить информацию не только о величине локальной намагниченности, но и ее направлении по отношению к внешнему полю. Это является уникальной возможностью рефлектометрии поляризованных нейтронов. Для получения такой информации необходимо было развить теорию взаимодействия поляризованных нейтронов с магнитно-неколлинеарной средой. Аналитическое выражение для коэффициентов отражения и пропускания от полубесконечной магнитно-неколлинеарной среды было получено в. Данные решения являются обобщениями известных в оптике матричных и рекуррентных соотношений на случай частицы со спином $\frac{1}{2}$.

Необходимо отметить, что обычно рассматривали отражение от плоскостных структур, свойства которых меняются только по одной координате (перпендикулярно плоскости образца). Однако у реальных образцов могут существовать локальные отличия свойств вещества в плоскости образца. В качестве примера таких отличий можно привести магнитные домены, шероховатости границ раздела, магнитные частицы в немагнитной матрице, сверхпроводящие вихри и т.д. Данные неоднородности ведут к рассеянию нейтронов в незеркальном направлении. Использование диффузного рассеяния для получения информации о неоднородностях в плоскости образца (латеральные неоднородности) началось в рентгеновской оптике с 60 - х годов. В течение десятилетия, была развита теория диффузного рассеяния рентгеновского и нейтронного излучения на структурных шероховатостях в многослойных немагнитных структурах. Данная теория позволяла рассчитывать интенсивность диффузного рассеяния от рентгеновского излучения и

неполяризованных нейтронов, однако, для диффузного рассеяния поляризованных нейтронов от магнитных неколлинеарных структур требовалось учесть процессы возможного переворота спина нейтрона (спин-флип). В рамках борновского приближения искаженных волн (БПИВ) такая теория была развита.

Основное физическое явление, которое используется в РПН эксперименте, - это взаимодействие спина нейтрона с магнитной индукцией $\mathbf{B}$ в среде. При углах скольжения (угол между плоскостью образца и направлением волнового вектора нейтрона) в несколько миллирадиан значение переданного момента составляет $10^{-3} \div 10^{-1} \text{ А}^{-1}$, что определяет пространственное разрешение в определении намагниченности $10 \div 1000 \text{ \AA}$.

Метод нейтронной рефлектометрии заключается в измерении коэффициента отражения нейтрона как функции переданного импульса нейтрона. На Рисунке Г6 изображен случай зеркального отражения ($|\mathbf{k}_i| = |\mathbf{k}_f|$) и на идеально гладкой поверхности. Пучок нейтронов падает на образец под углом θ и отражается зеркально.

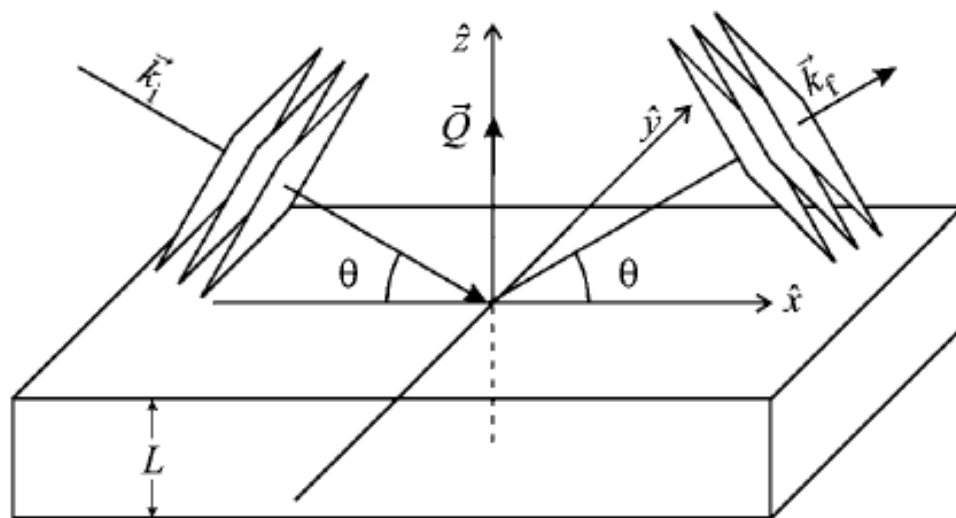


Рисунок Г6. Схема эксперимента по нейтронной рефлектометрии.

Структуру образца определяют, как правило, путем подгонки экспериментальной кривой к модельной, которую определяют параметры, описывающие структуру

образца. Нейтрон, как и все элементарные частицы, может быть представлен и как частица, и как волна с длиной $\lambda = h/p$ где h — постоянная Планка, p — импульс нейтрона. Для нейтронов $mv = h/\lambda = \hbar k$, где m — масса нейтрона, v — его скорость, $k = 2\pi/\lambda$ — волновой вектор нейтрона. Соответственно, кинетическая энергия нейтрона

$$E = \frac{mv^2}{2} = \hbar^2 k^2 / 2m. \quad (\Gamma 4)$$

Для нейтрона, взаимодействующего со средой, можно записать уравнение Шредингера в виде:

$$\left[-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 + V(\mathbf{r}) \right] \Psi = E\Psi, \quad (\Gamma 5)$$

$$\text{где } \nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}, \quad (\Gamma 6)$$

$V(\mathbf{r})$ — потенциальная энергия.

$$V = \frac{2\pi\hbar^2}{m} Nb = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho, \quad (\Gamma 7)$$

где N — плотность (число центров рассеяния, например атомов, на единицу объема), b — длина когерентного рассеяния нейтрона, ρ — плотность длины рассеяния (SLD — scattering length density).

Уравнение Шредингера можно сразу записать в стационарном виде, т.к. потенциальная энергия не зависит от времени. Среду с планарной структурой, отражающей нейтрон, можно описать потенциальной энергией

$$V(z) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} N(z)b(z) - \mu_n \mathbf{B}(z), \quad (\Gamma 8)$$

где μ_n — магнитный момент нейтрона, $\mathbf{B}(z)$ — магнитная индукция (ось z направлена по нормали к поверхности среды). Первое слагаемое потенциала является усреднением по объему среды потенциала взаимодействия нейтрона с атомом (псевдопотенциал Ферми)

$$V(r) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} b\delta(\mathbf{r}). \quad (\Gamma 9)$$

Поскольку потенциал является функцией только z , задачу можно свести к одномерной задаче об отражении частицы от потенциального барьера. В формуле

(2.6) вместо $\mathbf{k}$ введем его нормальную компоненту $q = k \sin \vartheta = 2\pi \sin \frac{\vartheta}{\lambda}$, который равен половине

$Q = 4\pi \sin \frac{\vartheta}{\lambda}$ - изменения волнового вектора нейтрона или переданного импульса

(Рисунок 9). Тогда уравнение Шредингера принимает вид:

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \Psi + [q^2 - V(z)] \Psi = 0 \quad (\Gamma 10)$$

(для простоты примем $\frac{\hbar^2}{2m} = 1$). Падающий нейтрон представим как плоскую волну

$$\Psi(q, z) = e^{iqz}.$$

Если нейтрон отражается магнитной средой, то в потенциале $V(z)$ появляется второе слагаемое, которое описывает взаимодействие спина нейтрона с магнитным полем в среде $\mathbf{B}$:

$$V(z) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} N(z)b(z) - \mu_n \boldsymbol{\sigma} \mathbf{B}, \quad (\Gamma 11)$$

где $\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$ спиновый оператор Паули.

При это плотность длины рассеяния можно записать как

$$\rho(z) = 4\pi N(z)b(z) - \frac{2m}{\hbar^2} \mu_n \boldsymbol{\sigma} \mathbf{B}. \quad (\Gamma 12)$$

С учетом спина волновая функция нейтрона состоит из двух компонент:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \begin{pmatrix} \psi_{\uparrow}(\mathbf{r}) \\ \psi_{\downarrow}(\mathbf{r}) \end{pmatrix} = \psi_{\uparrow}(\mathbf{r}) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} + \psi_{\downarrow}(\mathbf{r}) \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}. \quad (\Gamma 13)$$

Уравнение Шредингера в этом случае примет вид:

$$\nabla^2 \Psi(\mathbf{r}) + \left[q^2 - \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho(z)b(z) + \mu_n (B_x \sigma_x + B_y \sigma_y + B_z \sigma_z) \right] \Psi(\mathbf{r}) = 0. \quad (\Gamma 14)$$

Из решения уравнения следует, что возможны следующие случаи отражения:

- 1) отражение нейтрона со спином параллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения обозначим R^{++} ;
- 2) со спином антипараллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения обозначим R^{-} ;
- 3) со спином параллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения обозначим R^{+-} ;

4) со спином антипараллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения обозначим R^{-+} .

Если вектор магнитного момента лежит в плоскости, параллельной границе среды, то нормальную компоненту волнового вектора нейтрона можно записать в виде:

$$q = \sqrt{q_0^2 - 16\pi N(b_n \pm b_m)}, \quad b_n, b_m - \text{ядерная и магнитная длина рассеяния.}$$

Возможны следующие случаи отражения нейтрона:

1) если магнитный момент параллелен $\uparrow$ (антипараллелен $\downarrow$) магнитному полю, приложенному к образцу, то переворота спина нейтрона при отражении не происходит, т.е. $R^{+-} = R^{-+} = 0$, а коэффициент отражения равен

$$R^{++} = \left| \frac{q_0 - q_{\uparrow}}{q_0 + q_{\uparrow}} \right|^2, \quad R^{--} = \left| \frac{q_0 - q_{\downarrow}}{q_0 + q_{\downarrow}} \right|^2 \quad (\Gamma 15)$$

По аналогии с оптикой можно ввести коэффициент преломления n , где $n^2 = 1 - \frac{Nb}{2\pi \sin \theta} \lambda^2$. Коэффициент преломления примет вид: $n_{\uparrow\downarrow} = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} N \pm \frac{m\lambda^2}{h^2} \mu B$.

2) Если магнитный момент перпендикулярен магнитному полю, приложенному к образцу, существует вероятность отражения нейтрона с переворотом спина

$$r = \frac{(q_0 - q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow}) + (q_0 - q_{\downarrow})(q_0 + q_{\uparrow})}{2(q_0 + q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow})} = \frac{1}{2}(r_{\uparrow\uparrow} + r_{\downarrow\downarrow}) \quad (\Gamma 16)$$

$$R^{++} = R^{--} = |r|^2 = \frac{1}{4}|r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4}|r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2} \text{Re}(r_{\uparrow\uparrow} r_{\downarrow\downarrow}) \quad (\Gamma 17).$$

Последнее слагаемое – интерференционный член, убывает при $q_0 < q_c$.

3) Если же вектор магнитного момента составляет угол $0 < \varphi < 90^\circ, 90^\circ < \varphi < 180^\circ$ с магнитным полем, выражение (2.16) примет вид:

$$R^{++} = R^{--} = |r|^2 = \frac{1}{4} \cos^4 \frac{\varphi}{2} |r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4} \sin^4 \frac{\varphi}{2} |r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2} \sin^2 \varphi \text{Re}(r_{\uparrow\uparrow} r_{\downarrow\downarrow}) \quad (\Gamma 18).$$

Приближение можно записать:

$$R^{++} - R^{--} \sim \cos \varphi (1 - \cos(Qd))$$

$$R^{+-} = R^{-+} \sim \sin^2 \varphi (1 - \cos(Qd)).$$

Таким образом, разложив коэффициент отражения нейтрона на компоненты, можно в дополнении к ядерному профилю получить также зависимость вектора магнитного момента в среде от глубины. Нормальная к поверхности среды компонента вектора магнитной индукции не влияет на коэффициент отражения нейтронов, т.к. она остается неизменной при пересечении границы сред.

Метод РПН за последние 30 лет получил широкое распространение. В настоящее время можно насчитать уже около трех десятков нейтронных рефлектометров, установленных на различных источниках непрерывного (HFR-ILL, Гренобль; FRM-II, Мюнхен и др.) и импульсного (ИБР-2) действия. Главное отличие импульсного реактора от непрерывного, это то, что импульсный реактор периодического действия – это реактор на быстрых нейтронах, работающий в режиме периодических и часто повторяющихся импульсов мощности. Метод продолжает интенсивно развиваться как за счет развития методик так и создания более эффективной нейтронной техники.

Эксперимент был проведен на рефлектометре поляризованных нейтронов NREX в FRM – II. Функциональная схема рефлектометра NREX показана на Рисунке Г7.

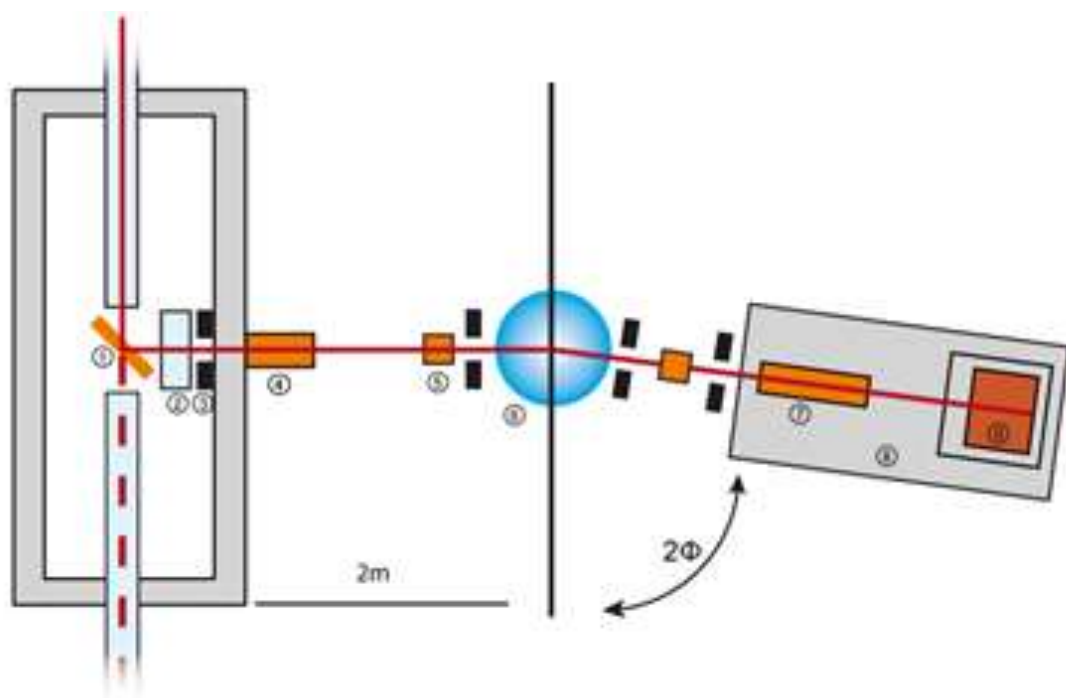


Рисунок Г7. Схема эксперимента по рефлектометрии нейтронов на установке NREX (FRM-II).

1. монохроматор
2. берилиевый фильтр
3. щели
4. поляризатор
5. спин-флиппер
6. держатель для образца
7. анализатор
8. защитный экран
9. детектор

Источник нейтронов находится в магнитном поле Земли, то есть в практически нулевом магнитном поле. В этом случае поляризация нейтронов равна нулю или другими словами, число нейтронов с положительной проекцией на выделенное направление равно числу нейтронов с отрицательной проекцией. После источника нейтроны попадают на монохроматор. Фокусирующий кристаллический монохроматор – монокристалл графита, вырезанный вдоль определенной кристаллографической плоскости - отражает нейтроны с заданной длиной волны $\lambda=4.28 \text{ \AA}$. Берилиевый фильтр нейтронов, установленный после монохроматора, играет роль элемента «включающего» работу рефлектометра. Если фильтр находится на оси нейтронного пучка, все нейтроны поглощаются и проведение измерений невозможно. Коллимация задается двумя регулируемые щелевыми системами, позволяющими формировать пучок шириной от десятых долей миллиметра до 10 мм и уменьшающими расходимость нейтронного пучка до $\Delta\lambda/\lambda \approx 1\%$. Высота пучка определяется высотой окна из зоны реактора и обычно составляет величину порядка 10 мм. В качестве поляризатора нейтронов используется суперзеркало, помещенное во внешнее магнитное поле и пропускающее сквозь себя нейтроны с поляризацией спина вдоль магнитного поля, соответственно, отражающее нейтроны с поляризацией спина против направления магнитного поля.

Поляризацию нейтронов (как падающего, так и отраженного пучков) можно изменить на противоположную при помощи спин-флиппера – катушки с переменным магнитным полем. Узел образца оснащен электромагнитом, создающим внешнее магнитное поле на образце, и криостатом, позволяющим проводить эксперимент от 3.5 К. Образец устанавливается на экспериментальный столик, который вращается на угол 2θ , и тем самым достигается изменение величины переданного импульса нейтрона Q при упругом зеркальном отражении пучка нейтронов от образца. После рассеяния на образце пучок нейтронов попадает в анализатор - суперзеркало, для анализа поляризации отраженного пучка. Эффективность поляризации $P=99\%$. Регистрация интенсивности отраженного нейтронного пучка может осуществляться детекторами двух типов: монодетектором - для измерений кривых зеркального отражения в случае исследования образцов, не требующих полного поляризационного анализа, или двухкоординатным позиционно-чувствительным детектором, состоящим из 200×200 активных элементов с разрешением 3 мм и применяемым для одновременной регистрации как зеркального отражения, так и диффузного фона.

Описанная выше схема носит название полного поляризационного анализа и позволяет определить пространственное распределение вектора магнитной индукции $\mathbf{B}(z)$.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
Список работ, опубликованных в ходе выполнения НИР

1. Nuclear resonance reflection of synchrotron radiation from thin dysprosium films with different types of magnetic ordering / M. A. Andreeva, N. O. Antropov, R. A. Baulin, E. A. Kravtsov, M. V. Ryabukhina, E. M. Yakunina, V. V. Ustinov // The Physics of Metals and Metallography. 2016. V. 117. № 12. P. 1198–1205.
2. Структурные и магнитные свойства сверхтонких пленок Dy / Н.О. Антропов, Е.А. Кравцов, М.В. Рябухина, Е.М. Якунина, В.В. Устинов // Тезисы докладов XVII Всероссийской школа-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-17). Екатеринбург, 15-22 ноября 2016: ИФМ УрО РАН. С. 39.