

**Магнитно-ядерные интерференционные эффекты в  
малоугловом рассеянии поляризованных нейтронов**

Рунов В.В.

PNPI, NRC “Kurchatov Institute”

## Магнитно-ядерная интерференция

**Интерференционные эффекты в рассеянии используются и изучаются всегда, если это возможно, из-за высокой чувствительности к амплитудам рассеяния.**

- Из приложений - это, в первую очередь, создание нейтронно-поляризующей оптики
- Эксперименты с поляризованными нейтронами позволяют выделить интерференционное рассеяние т.е. измерить произведение  $(AB)$ , где  $(A)$  и  $(B)$  амплитуды ядерного и магнитного рассеяния, соответственно.
- Выделить из гораздо более интенсивных каналов рассеяния (ядерного или магнитного, или из суммарного) на физически нулевом фоне.

Интерференционное рассеяние  $\Delta(q)$  в эксперименте измеряется как разность интенсивности рассеяния с поляризацией нейтронов up/down по отношению к приложенному к образцу магнитному полю  $H$ :

$$\Delta(q) = I^+(q) - I^-(q) \approx P(AB), \quad I_N \sim A^2, \quad I_M \sim B^2 \quad (1)$$

где  $P$  - поляризация нейтронов,  $q$  – вектор рассеяния, как правило, выбирается оптимальная геометрия ( $\mathbf{P} \parallel \mathbf{H} \parallel \mathbf{V}_s$ ;  $\mathbf{V}_s \perp \mathbf{q}$ ),  $\mathbf{V}_s$  индукция в образце в поле  $H$ .

***$\Delta(q)$  линейно зависит от амплитуд рассеяния!***

качестве оси  $z$ . Рассеяние будет искажать эту волну, вследствие чего результирующая волновая функция нейтрона принимает вдали от рассеивающего центра следующий вид:

$$\psi(r, \theta) = \exp(ikr \cos \theta) + f(\theta, k) \exp(ikr)/r. \quad (1.1.4)$$

Здесь первое слагаемое есть падающая волна, а второе слагаемое — расходящаяся сферическая волна, обусловленная рассеянием;  $\theta$  — угол рассеяния.

Функция  $f(\theta, k)$ , называемая *амплитудой рассеяния*, определяется видом потенциала взаимодействия нейтрона с ядром. Это есть основная характеристика рассеяния. Дифференциальное сечение рассеяния в интервал телесного угла  $d\Omega = 2\pi \sin \theta d\theta$  выражается через квадрат модуля амплитуды рассеяния

$$d\sigma = |f(\theta, k)|^2 d\Omega. \quad (1.1.5)$$

### Амплитуда магнитного рассеяния на атоме

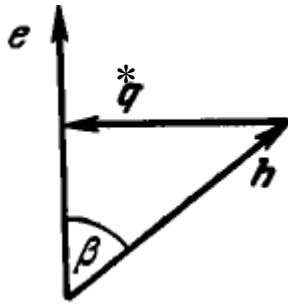


Рис. 1.8. Связь между векторами  $q^*$ ,  $e$  и  $h$ .

Рассмотрим частный случай, когда состояние системы нейтрон плюс атом в результате столкновения не изменяется (переход  $(s, m) \rightarrow (s; m)$ ). В этом случае выражение для амплитуды рассеяния (1.1.25) можно переписать в виде:

$$f = r_0 |\gamma| SP(\mathbf{x}) F,$$

где

$$F = 2(s_n q^*), \quad (1.1.27)$$

$$q^* = e(eh) - h$$

(здесь  $h$  есть единичный вектор в направлении спина атома). Связь между векторами  $q^*$ ,  $e$  и  $h$  показана на рис. 1.8.

в оптимальной конфигурации:

$$f = 0.539 S \times 10^{-12} \text{ см}, \quad S - \text{ спин атома}$$

Гуревич И.И., Тарасов Л.В « Физика нейтронов низких энергий»

При рассмотрении взаимодействия медленных нейтронов с веществом необходимо учитывать *интерференцию ядерного и магнитного рассеяния*. Это означает, что в общем случае рассеяние нейтронов на атоме должно описываться суммарной амплитудой

$$R = a \pm |f_m|, \quad (1.1.33)$$

где  $a$  — длина рассеяния Ферми (т. е. с точностью до обратного знака — амплитуда ядерного рассеяния), а  $f_m$  — амплитуда магнитного рассеяния. Появление двух знаков в (1.1.33) объясняется тем, что амплитуда  $f_m$  меняет свой знак при переориентации спина нейтрона.

рассеяния для плюсовых столкновений имеет вид:

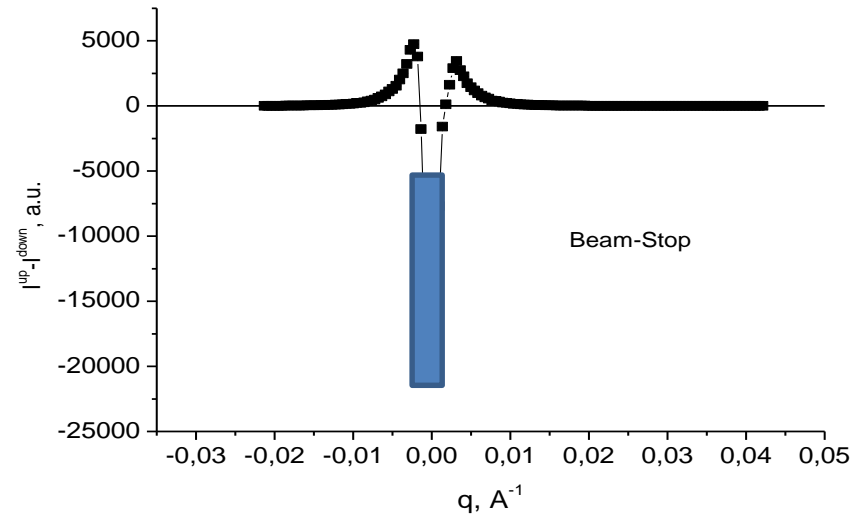
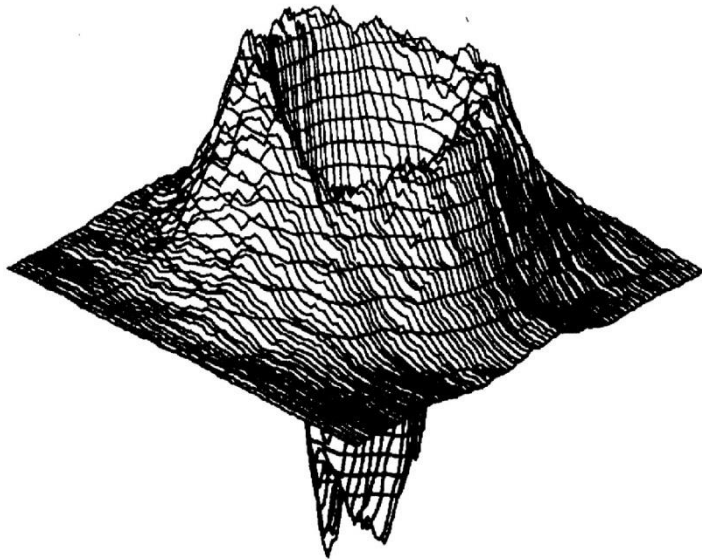
$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_+ = a^2 + f_m^2 + 2a|f_m|.$$

а для минусовых столкновений

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_- = a^2 + f_m^2 - 2a|f_m|.$$

$$\delta b_i = b^{N,M}(\mathbf{r}) - \langle b \rangle^{N,M} \quad b^{N,M}(\mathbf{q}) = \sum_i \int d\mathbf{r} \exp(i\mathbf{q}\mathbf{r}) \delta b_i^{N,M}(\mathbf{r} - \mathbf{r}_i)$$

## Visualization of interference scattering



### Small-angle scattering of polarized neutrons in HTSC ceramics

G. Gordeyev<sup>a</sup>, A. Okorokov<sup>a</sup>, V. Runov<sup>a,\*</sup>, M. Runova<sup>a</sup>, B. Toperverg<sup>a</sup>,  
A. Brulet<sup>b</sup>, R. Kahn<sup>b</sup>, R. Papoular<sup>b</sup>, J. Rossat-Mignod<sup>b</sup>, H. Glattli<sup>b</sup>,  
H. Eckerlebe<sup>c</sup>, R. Kampmann<sup>c</sup>, R. Wagner<sup>c</sup>  
Physica B 234-236 (1997)

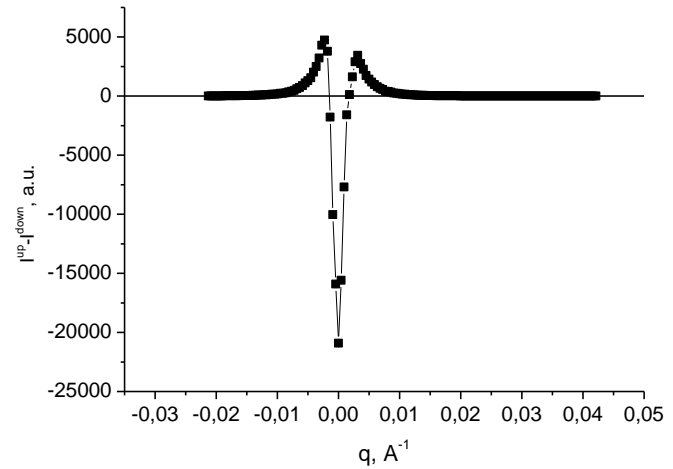
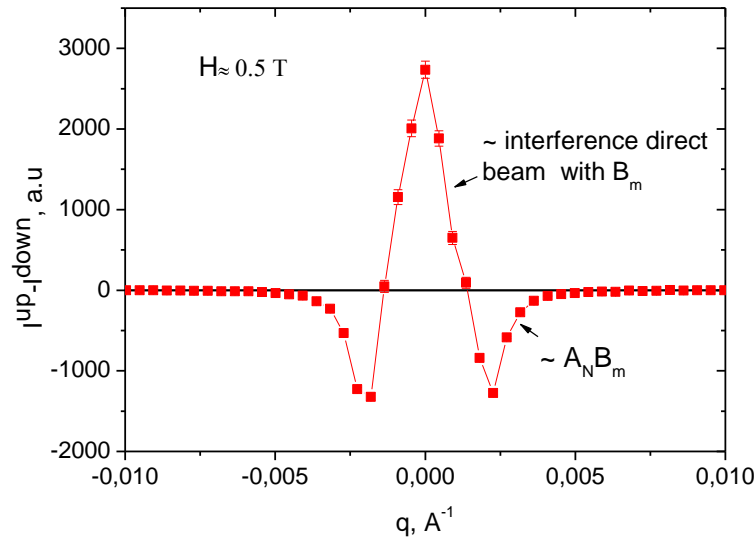
*Interference scattering on inhomogeneities of the magnetic flux  
penetrated into the Y-Ba-Cu-O ceramics at  $T < T_c$*

# Visualization of interference scattering (without Analyzer or Beam Stop)

$$\Delta(q) = I^+(q) - I^-(q) = (A+B+d)^2 - (A-B+d)^2 = 4AB + 4Bd$$

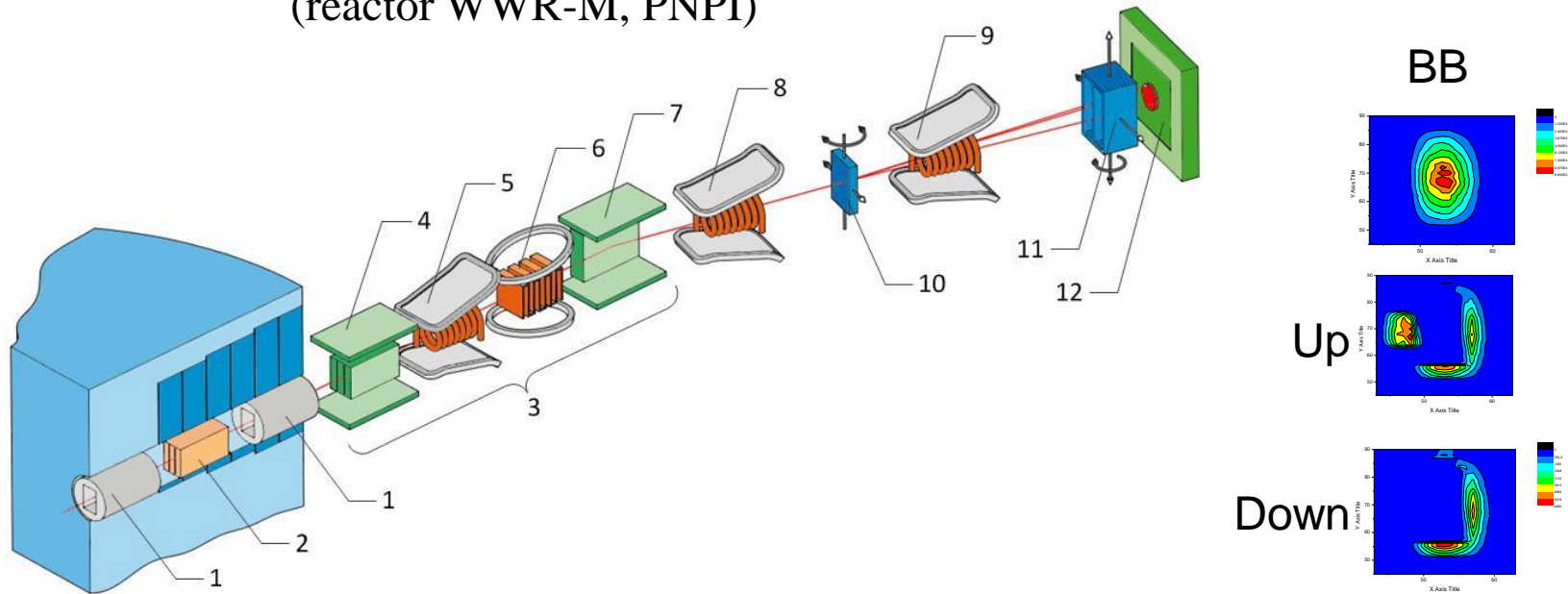
$$\int \Delta(q) dq = 0,$$

$$AB = -Bd$$



$$\Delta(q > q_d) = I^+(q) - I^-(q) \approx P(AB)$$

## Small-angle polarized neutron setup “Vector” (reactor WWR-M, PNPI)



1 – collimator, 2 – mirror filter, 3 – **magnetic monochromator**, 4 – polarizer, 5 – flipper, 6 – resonance flipper, 7 – analyzer, 8, 9 – flippers, 10 – sample, 11 – **analyzer (stack of permanent supermirrors: 10x40x45 mm<sup>3</sup>)**, 12 – **<sup>3</sup>He PSD detector (300x300mm<sup>2</sup>, Δd=1.5mm, f ≥ 10<sup>5</sup> Hz)**.

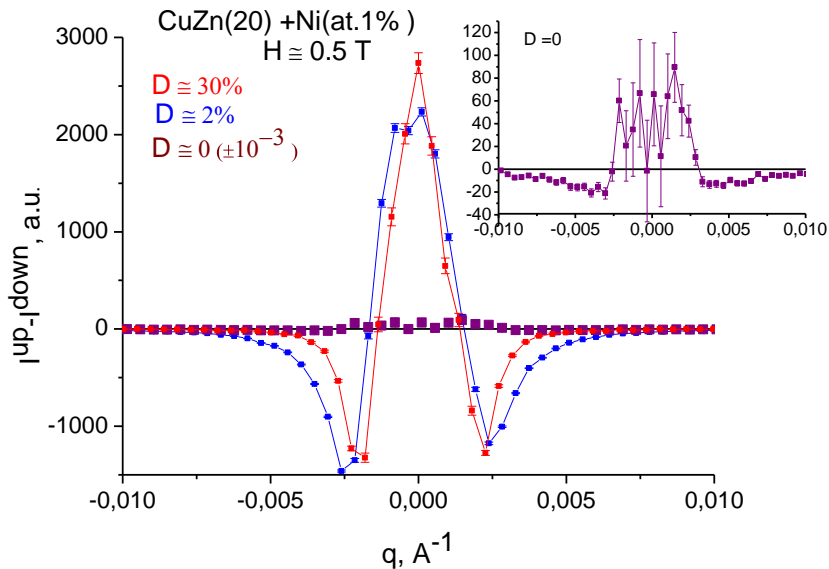
The parameters of setup “Vector” are as follows:

- operating in the slit geometry
- incident of wavelength :  $\lambda=(7-12) \text{ \AA}$ ,  $\Delta\lambda/\lambda=(10-25)\%$
- neutron flux on sample:  $2 \times 10^4 \text{ n/cm}^2\text{s}$  ( $\Delta\lambda/\lambda=25\%$ )
- range of momentum transfer :  $0 < q < 3 \times 10^{-1} \text{ \AA}^{-1}$
- initial polarization: 94-95%



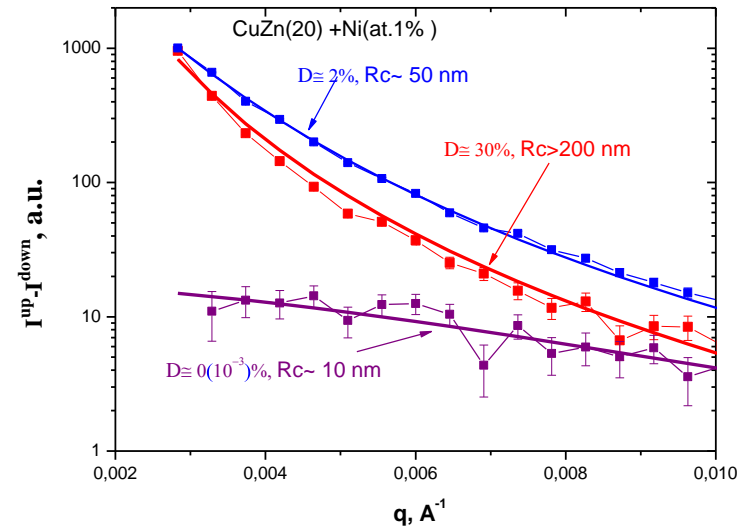
### 3d- impurities in nonmagnetic matrix

- It is known that some brass alloys can depolarized neutron beam.
- It was found that alloys CuZn(20)+Ni(at.1%) depolarized neutrons.
- But quenching at T at up to 800 C remove depolarization ( $D=1-P < 10^{-3}$ ).
- Subsequent annealing returns depolarization, the value of which depends on the annealing conditions.
- What is the scale of magnetic correlations at heat treatment?



$q$  - dependence of the nuclear-magnetic interference  $[\Delta(q) = I^+(q) - I^-(q)]$  on brass samples (4mm) in the  $H \approx 0.5$  T at different heat treatment:

- Initial sample -  $D \approx 30\%$ ;
- annealing during 5h at 800C and quenching –  $D = (0 \pm 10^{-3})$ ;
- subsequent annealing at 600 ° C –  $D = 2\%$



Determination of the characteristic radius  $R_C$  spin-spin correlations in samples in  $H \approx 0.5$  T at different heat treatment. Fit:  $\Delta(q) = a/(q^2 + (1/R_C)^2)^2$ :

$$100 < R_c < 5000 \text{ \AA}, \quad \langle s_i s_j \rangle \sim \exp(-r/R_c)$$

V.V. Runov, D.S. Ilyn, M.K. Runova, A.K. Radzhabov, *JETP Letters*. **95**, 9, pp. 467–470 (2012).

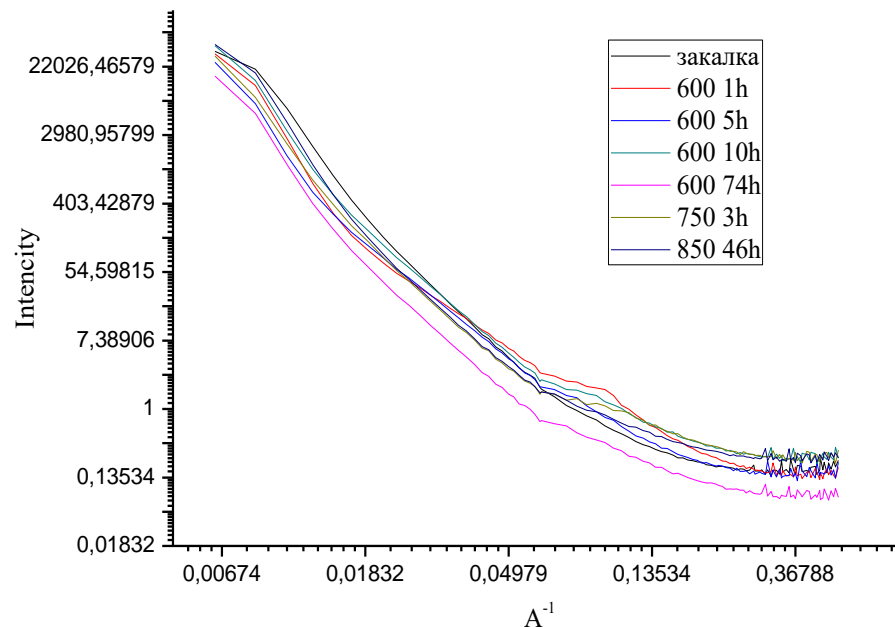
## “Reverse” problem: magnetic-nuclear contrasting phase in the magnetic alloy

- P91: heat resistant steel of martensite type: (8-9%) Cr (Mo, Nb, V, C, (N), Si, Mn), remain Fe, must work up to  $T = 620$  C at a pressure of 300 atmospheres;
- Binary phase formed during operation : V(C), Nb(C), Me(C), which determine the mechanical properties alloy.

### Samples treatment:

- quenching at 1050 C - nanoscale phase of V(C); Nb(C) is formed end restrain creep dislocation. **Hardness is well!**
- annealing (imitation of operation) at  $T = 800 - 500$  C during different time – Laves phase of Me(C) is formed
- creep increased end - **steel loss hardness.**

## SANS on P91

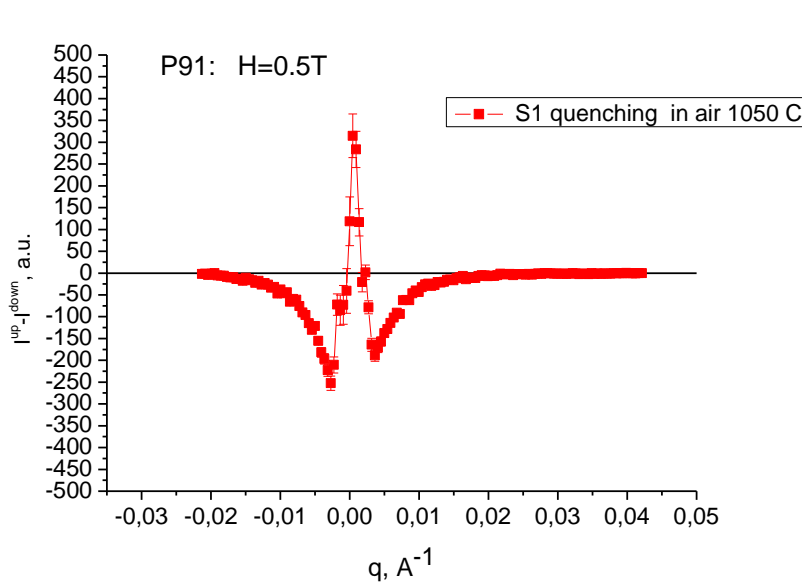


## “Reverse” problem: magnetic-nuclear contrasting phase in the magnetic alloy

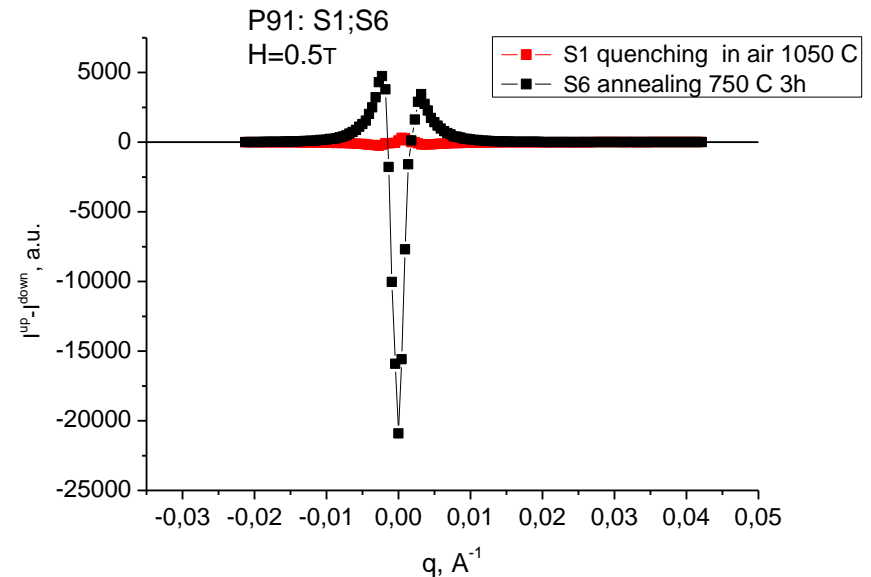
- P91: heat resistant steel of martensite type: (8-9%) Cr (Mo, Nb, V, C, (N), Si, Mn), remain Fe, must work up to  $T = 620$  C at a pressure of 300 atmospheres;
- Binary phase formed during operation : V(C), Nb(C), Me(C), which determine the mechanical properties alloy.

### Samples treatment:

- quenching at 1050 C - nanoscale phase of V(C); Nb(C) is formed end restrain creep dislocation. **Hardness is well!**
- annealing (imitation of operation) at  $T = 800 - 500$  C during different time – Laves phase of Me(C) is formed
- creep increased end - **steel loss hardness.**

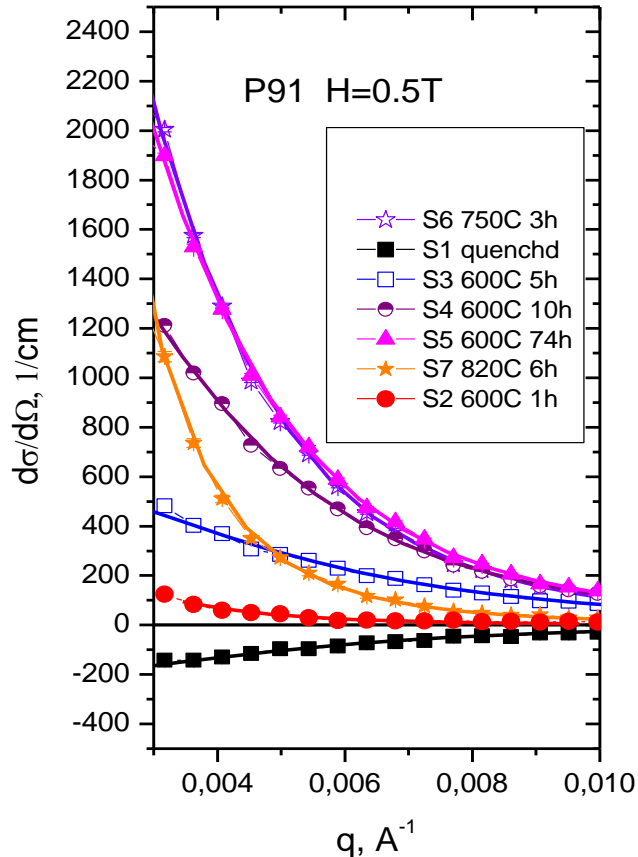


q-dependence of interference scattering in the quenched sample

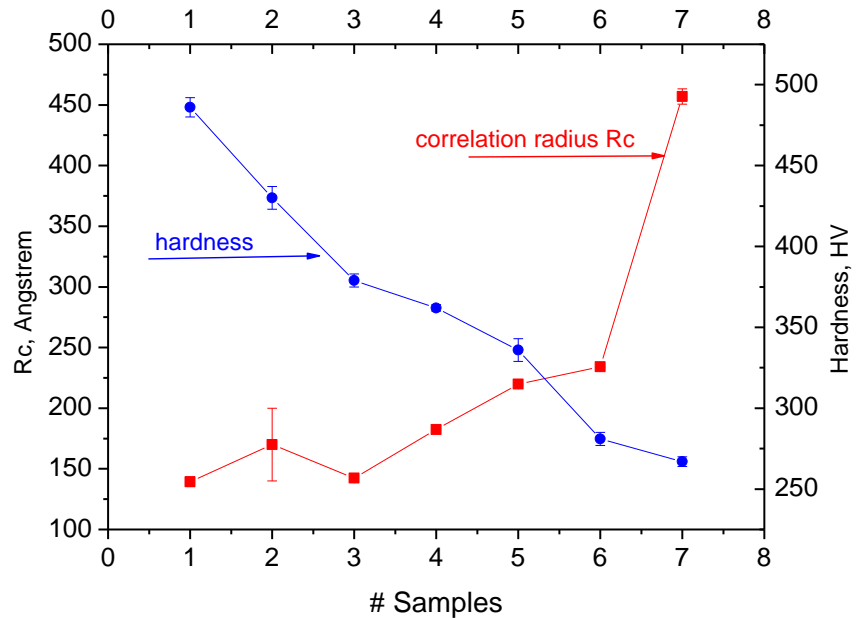


q-dependence of interference scattering in the annealed sample 750 C 3h

# Magnetic-nuclear scattering in the magnetic alloy P91 during the heat treatment



Cross-section of nuclear-magnetic scattering on samples S1 - S7. Solid lines - fitting results

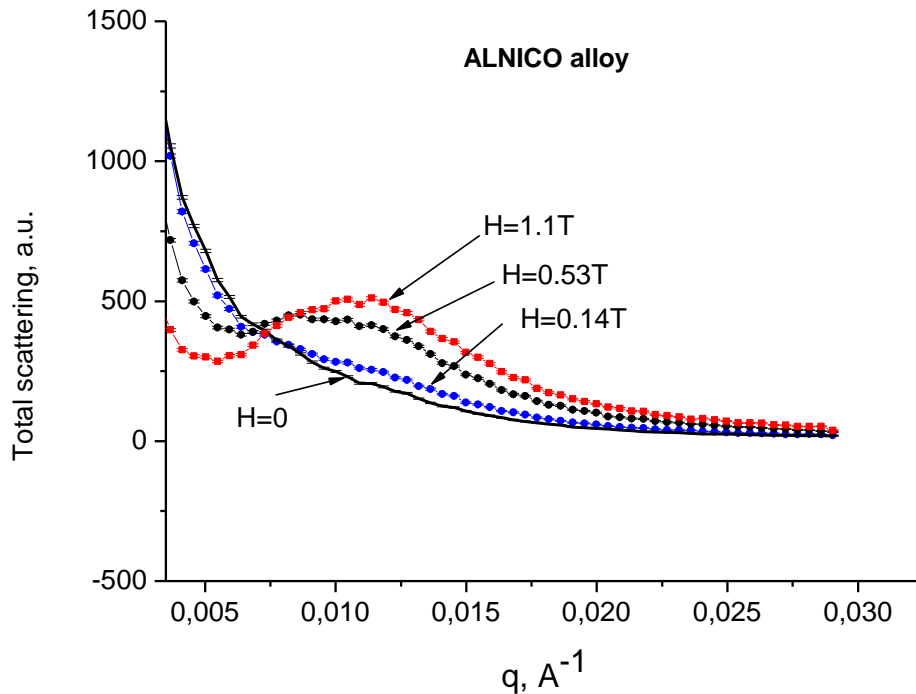


Growth phase during annealing at 600 C and above is consistent with the decrease in the hardness of the alloy that is expected according to literature data.

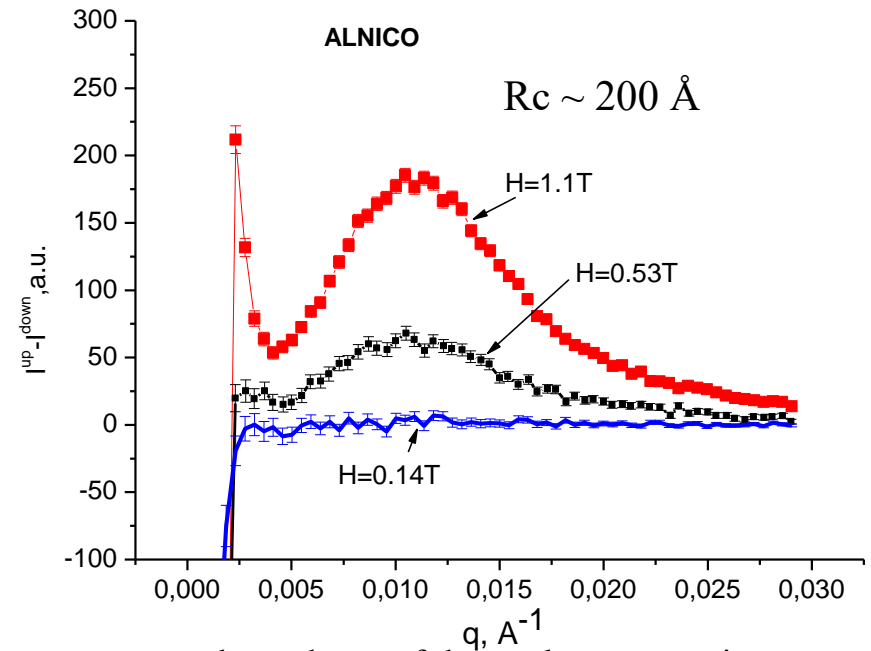
**The scale of contrasting phases was found.**

# Magnetic-nuclear interference in spinodal phase of ALNICO alloy

- Alloy: Al(7), Ni(14-15), Cu(3-4), Co(35), Si(<0.6), Nb(up to 1.1), Ti(5), Fe(36-31) mass%
- It is alloy for permanent magnets.
- It is possible to form in the alloy spinodal phase, under certain annealing in field
- Spinodal phase essentially defines the properties of a permanent magnet



$q$  - dependence of total scattering



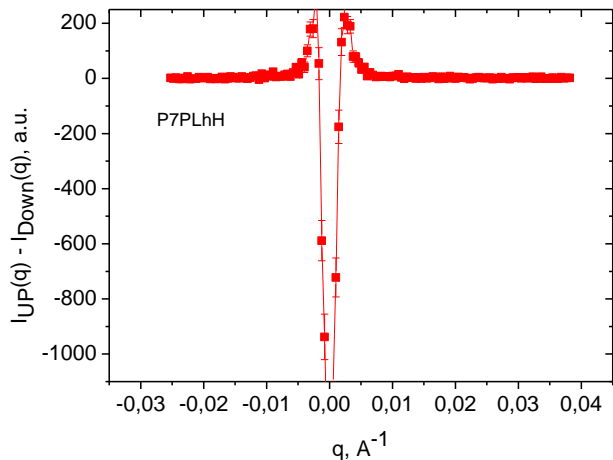
$q$  - dependence of the nuclear-magnetic interference

**It is shown that spinodal phase formed from the nuclear and magnetic subsystems and interference scattering is the method for its study**

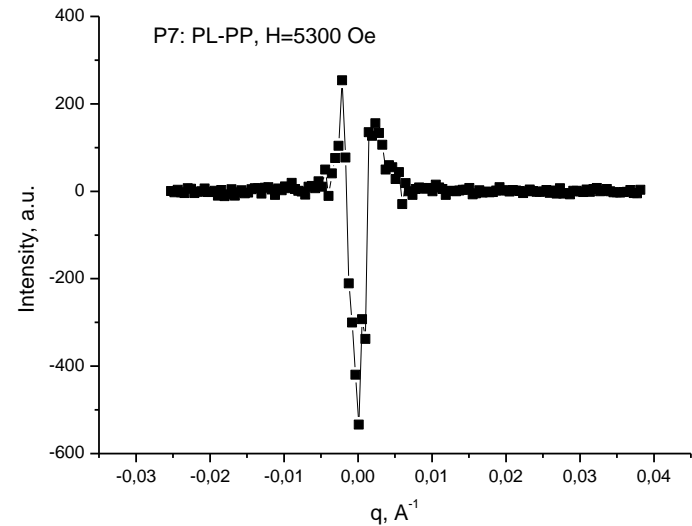
## A few more examples of the interference method sensitivity

- A lot of experiments was done on the scattering of magnetic nanoparticles in different nonmagnetic matrices
- As usual, in such systems depolarization (D) is zero ( $< 10^{-3}$ ) for mass concentration nanoparticles  $< 3\%$

## Polymer with the $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (< 2% mass concen.) nanoparticles (magnetoplastic)



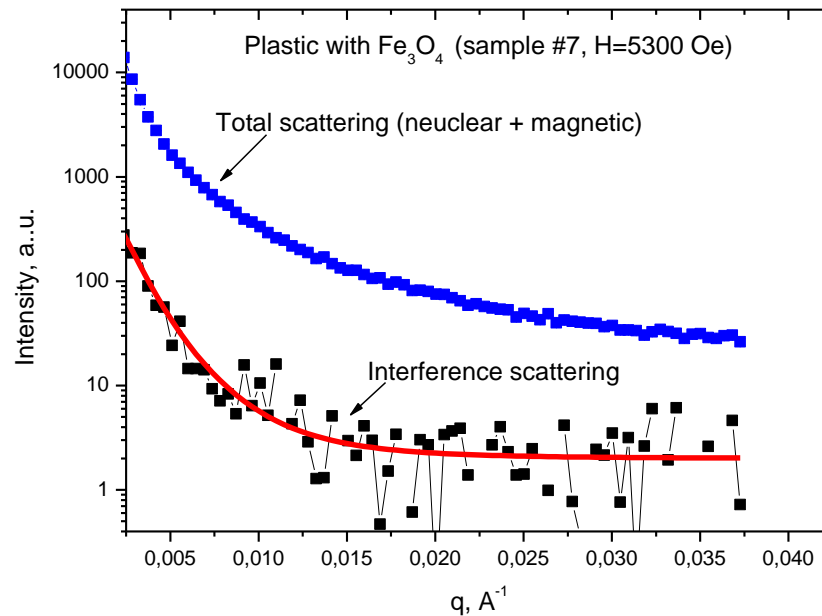
$q$  - dependence of the nuclear-magnetic interference [ $\Delta(q) = I^+(q) - I^-(q)$ ] on sample #7 in the  $H \approx 0.5$  T. The magnetic field orientation was parallel field texture ( $H_{\text{tex}} = 0.44$  T).



The difference in the interference scattering for sample №7 for parallel and perpendicular orientation relative to the field of texturing.

- Since this series of samples was prepared in the magnetic field parallel to the surface, it was possible to observe the anisotropy of interference scattering, caused by treating in the applied field.

## Polymer with the $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (< 2% mass concen.) nanoparticles (magnetoplastic)



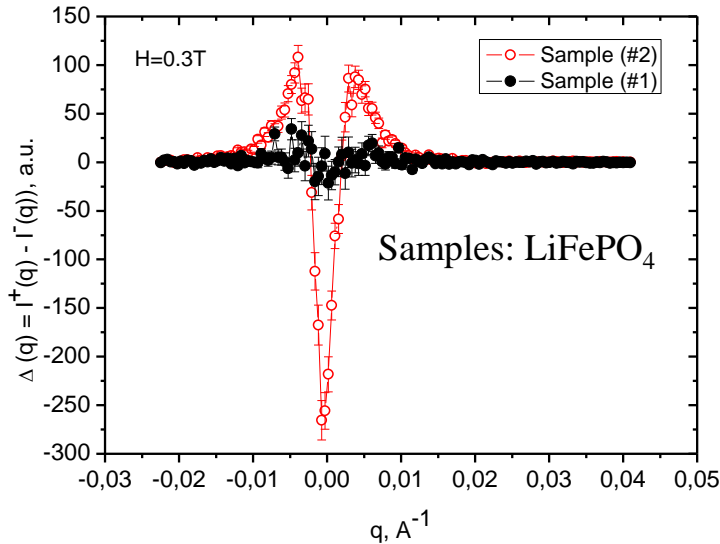
Solid line – fitting:  $y=a/(q^2+(1/R)^2)^2 +d$ ,  $R \approx 400 \text{ \AA}$

- **Interference scattering < 1% from total!**
- **Magnetic a lot less.**
- **If you want to have information about scale of magnetic correlations, it is difficult to find another method, or perhaps impossible**



# Comparison of the interference method and SQUID measurements

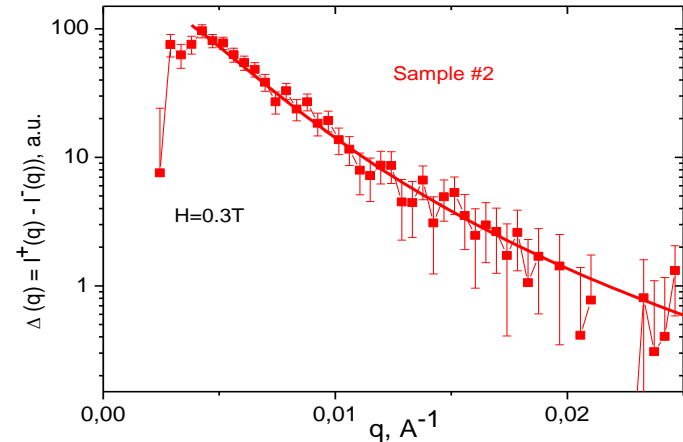
- We were offered to study two samples  $\text{LiFePO}_4$  with different functional properties, obtained by slightly different technology.
- Colleagues have some difficulties in the interpretation of their data



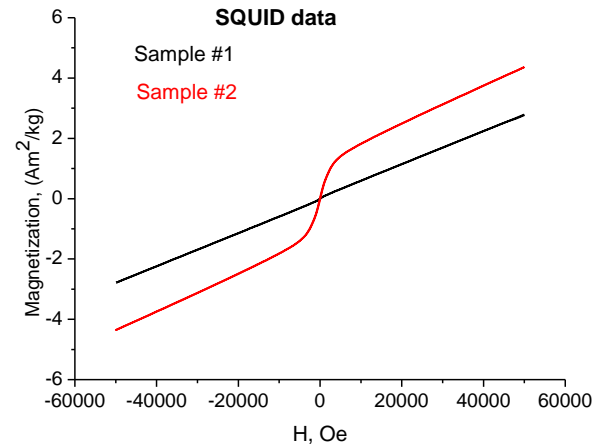
$q$  - dependence of the nuclear-magnetic interference in  $\text{LiFePO}_4$  samples at  $H \approx 0.3 \text{ T}$

## Summary:

At last, it was found magnetic phase  $\text{Fe}_3\text{P}$  in one of the sample  $\text{LiFePO}_4$  with character scale  $\sim 170 \text{ \AA}$  from neutron interference and x-diffraction data and electrochemical properties were measured



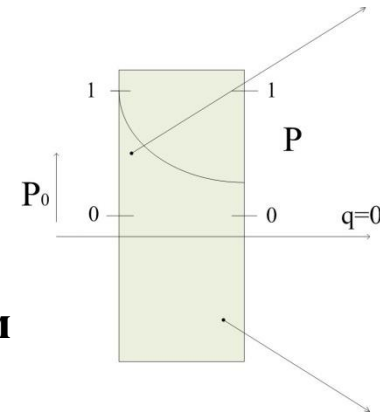
Solid line – fitting:  $y=a/(q^2+(1/R)^2)^2$ ,  $R \approx 170 \text{ \AA}$



## Заключение: недостатки и достоинства метода анализа интерференционного рассеяния

### Недостатки:

- Нужны поляризованные нейтроны и соответствующая техника.
- Измерения проводятся в магнитном поле.
- Нужен контроль поляризации.
- Измеряется произведение ядерной и магнитной амплитуд, **получаем информацию о масштабе магнитно-ядерно контрастирующих областей**, а если хочется выделить ядерное или магнитное рассеяние то ????



### Достоинства:

- Получаем информацию о масштабе магнитно-ядерно контрастирующих областей с высокой чувствительностью, которая обусловлена:
  - линейной зависимостью к изменению любой амплитуды;
  - возможностью работать на физически нулевом фоне.
  - Для определенного класса качественных экспериментов это экспрессный метод.

Спасибо за внимание