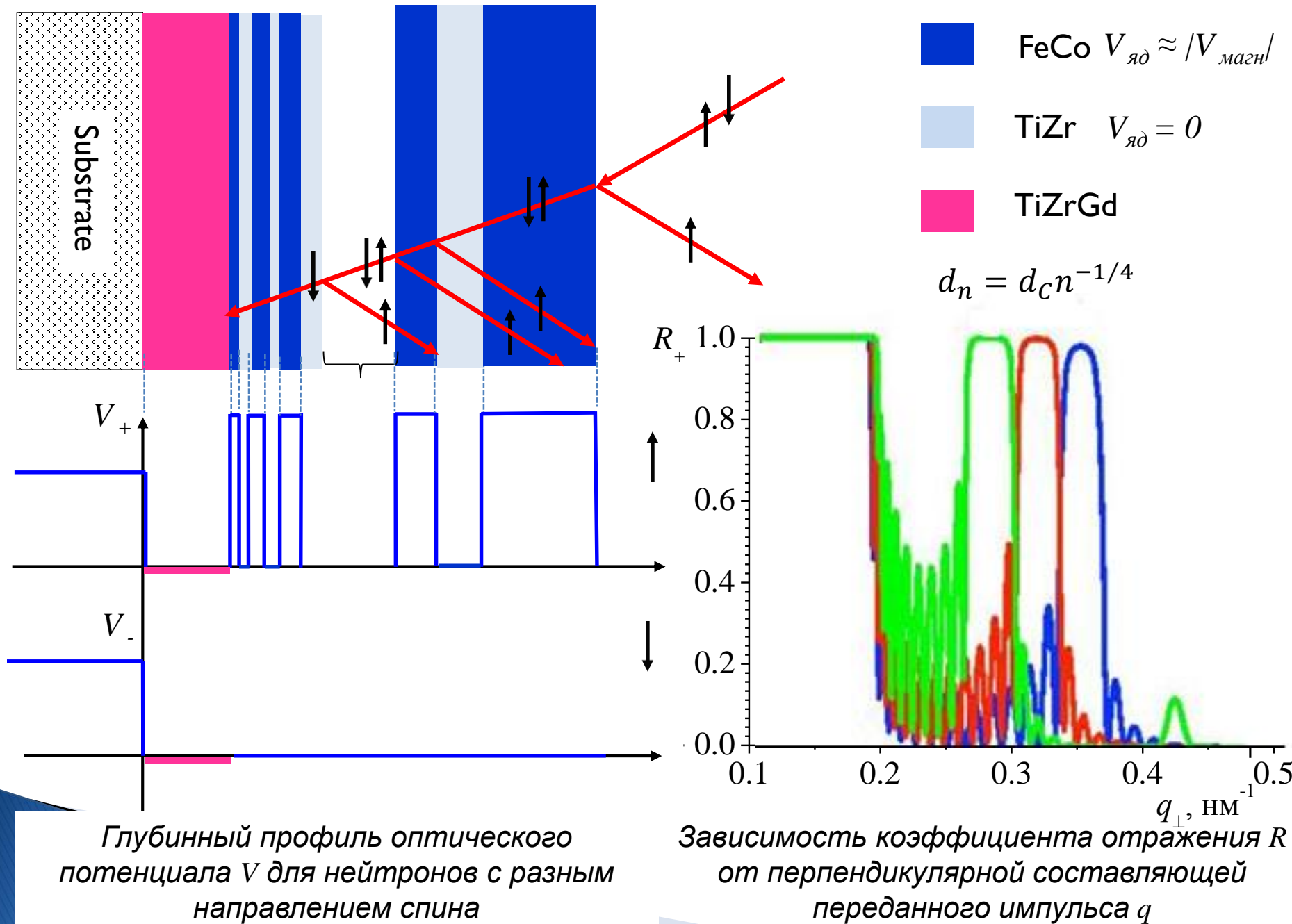


# Исследование возможности использования защитных антибарьерных слоев Ti и Co в поляризационной нейтронной оптике

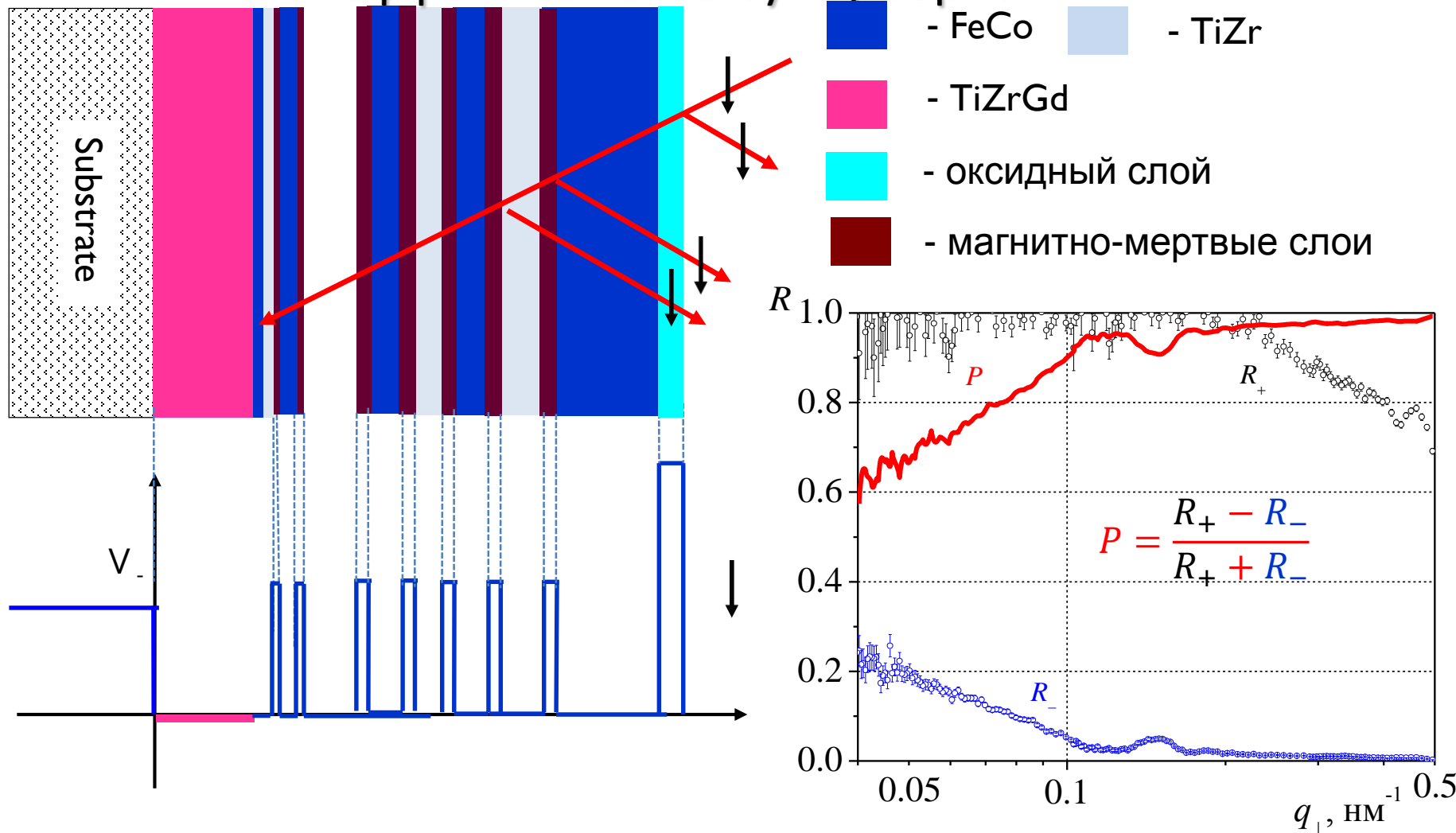
*Матвеев В.А., Плешанов Н.К.*

*Петербургский институт ядерной физики, Гатчина*

# Структура поляризующего суперзеркала



# Основные факторы снижающие поляризующую эффективность суперзеркал



Области с нулевой намагниченностью (магнитно-мертвые слои) и окисный слой формируют потенциальные барьеры от которых отражаются нейтроны обоих направлений спина. Это приводит к снижению поляризации отраженного от покрытия нейтронного пучка.

# Антибарьерные слои

В работе [1] было показано, что если рядом с барьером разместить яму толщиной :

$$a = -\frac{V_b}{V_a} b \quad \text{или} \quad \langle V \rangle = \frac{V_a a + V_b b}{a + b} = 0$$

то для  $bq_b \ll 1$  коэффициент отражения нейтронов с  $q \rightarrow 0$ :

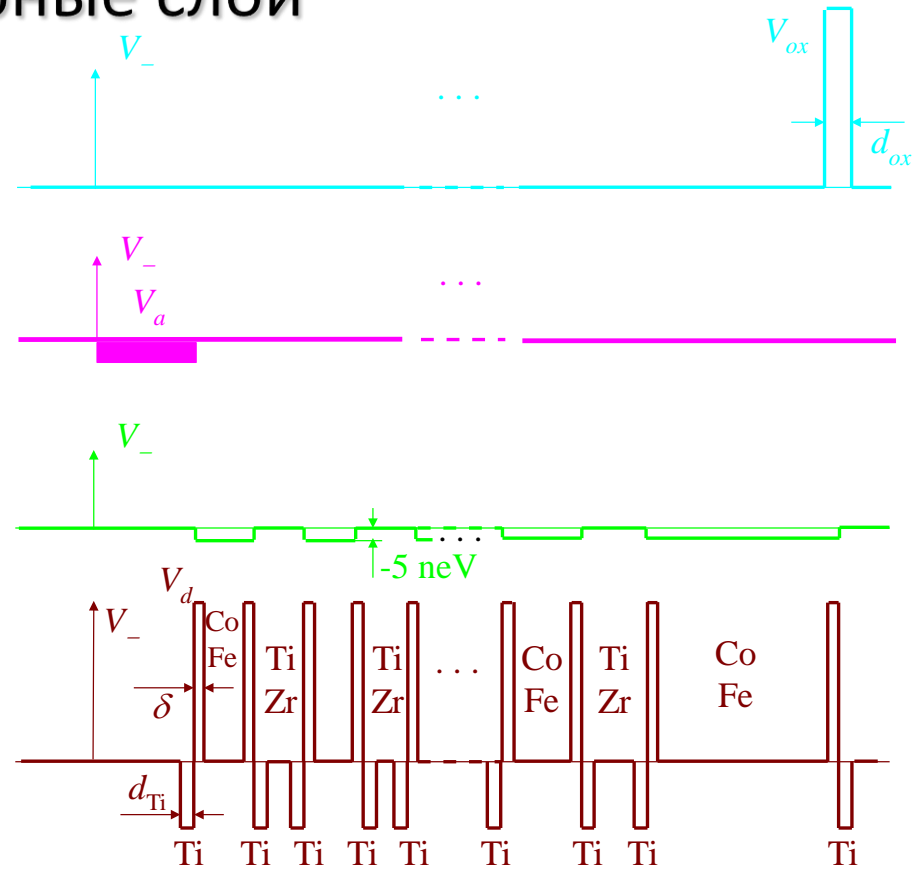
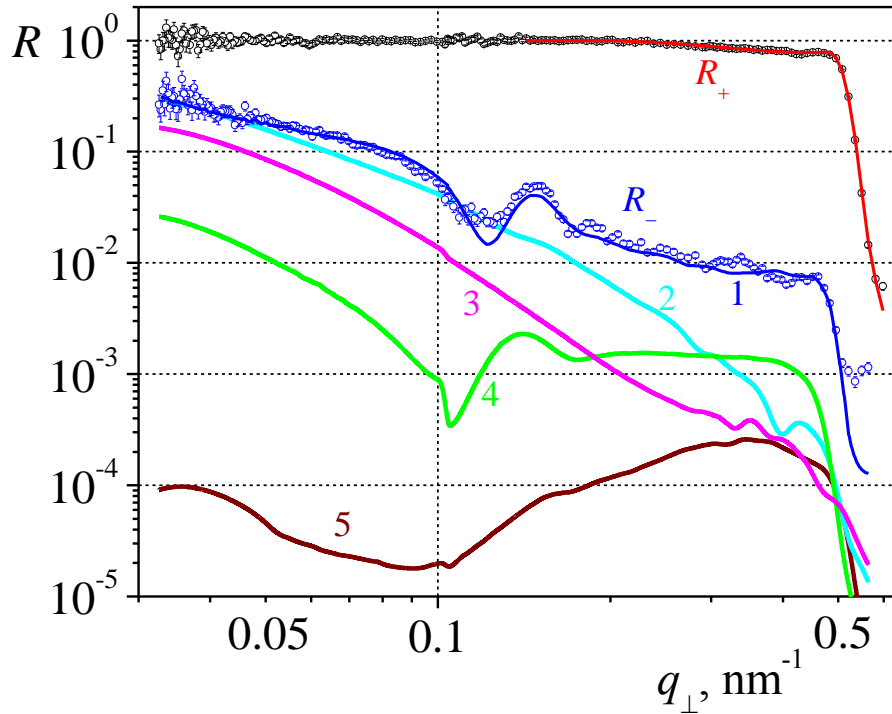
$$R \cong \frac{1}{64} \left[ bq_b \left( 1 + \left( \frac{q_b}{|q_a|} \right)^2 \right) \right]^2 \ll 1$$

$$q_a = \sqrt{8m_n |V_a|} / \hbar$$

$$q_b = \sqrt{8m_n V_b} / \hbar \quad \text{-критическое значение переданного импульса для материала барьера}$$

Слои с отрицательными потенциалом, позволяющие уменьшить отражение нейтронов от потенциальных барьеров, получили название антибарьерных. Размещая антибарьерные прослойки рядом с магнитно-мертвыми и оксидными слоями можно существенно снизить отражение нейтронов от данных структурных несовершенств. Основными претендентами на роль материала для антибарьерных слоев являются титан и кобальт.

# Антибарьерные слои



Экспериментальные (символы) и расчетные (линии) зависимости  $R(q)$  [1]: 1 – расчет отражения от суперзеркала с учетом всех ухудшающих факторов; 2 – расчет отражения от «идеального» суперзеркала с верхним оксидным слоем; 3 – расчет отражения от «идеального» суперзеркала с поглощающим подслоем; 4 – расчет отражения «идеального» суперзеркала с рассогласованными потенциалами соседних слоев; 5 – расчет отражения от суперзеркала с антибарьерными слоями Ti.

# Цель и задачи работы

Целью работы: является исследование окисления нанослоев Ti и Co при нормальных условиях, а также изучение возможности их использования для улучшения поляризующих нейтронных покрытий.

## Задачи:

1. Исследование структуры тонких слоев Ti и Co подвергнутых окислению на воздухе при н.у.
2. Исследование долговременной стабильности нанослоев Ti и Co.
3. Оценка оптимальных толщин слоев Ti и Co, необходимых для их использования в качестве антибарьерного покрытия
4. Экспериментальная проверка возможности использования нанослоев Ti и Co для улучшения поляризующей эффективности нейтронных зеркал.

# Образцы и методы исследования

## Образцы для исследований:

Тонкие слои Ti и Co толщиной 5-100 нм, нанесенные на стеклянные подложки. Образцы изготавливались методом магнетронного напыления на установке ЛУНА (ФГБУ “ПИЯФ”, Гатчина). Рабочее давление аргона при напылении составляло  $2.5 \cdot 10^{-3}$  мбар, а давление остаточных газов до напыления  $5 \cdot 10^{-5}$  мбар.

Материал мишени: технически чистый титан (ТГ-90) и кобальт; подложка – флоат-стекло толщиной 5 мм.

Основные методы исследования: нейтронная и рентгеновская рефлектометрия. Дополнительно образцы исследовались методами AFM, GiSAXS, стандартным четырехконтактным методом.

Результаты дополнительных исследований позволили установить, что нанослои Ti и Co, получаемые с помощью магнетронного напыления, являются достаточно однородными и сплошными [2,3].

2. Матвеев В.А., Плешанов Н.К., и др. // *Поверхность рент., синхр. и нейтр. исслед.* 2014. № 10. с. 34.

3. Геращенко О.В., Матвеев В.А., и др. // *ФТТ.* 2014. № 7. с. 1386.

# Нейтронная рефлектометрия

## *Рефлектометр НР-4М (ПИЯФ, Гатчина)*

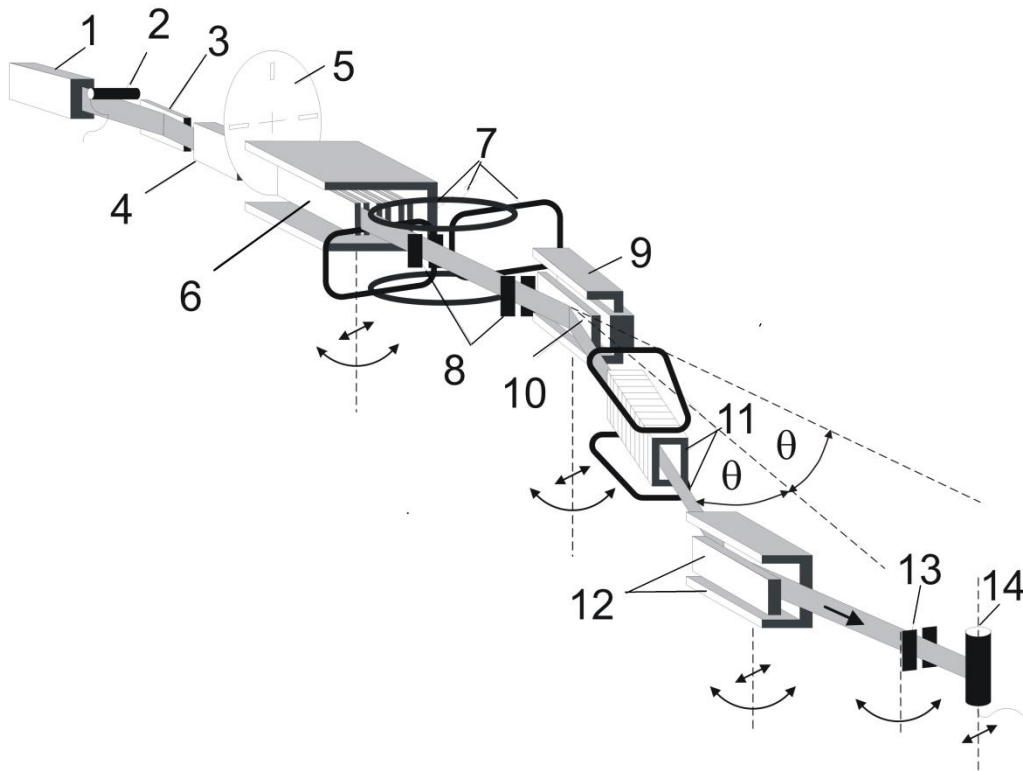


Схема рефлектометра НР-4М: (1) внутриканальный коллиматор, (2) монитор, (3) суперзеркальный отклонитель пучка, (4) коллиматор, (5) прерыватель пучка, (6) формирователь пучка в постоянном магните, (7) флиппер Корнеева, (8) Cd диафрагмы, (9) узел образца с постоянным магнитом, (10) образец, (11) радиочастотный адиабатический спин-флиппер, (12) суперзеркальный CoFeV/TiZr анализатор в постоянном магните, (13) диафрагма детектора, (14) He детектор.

Основные параметры рефлектометра НР-4М:

максимальный диапазон длин волн  $\lambda$ :  $0.5 \div 5 \text{ \AA}$

разрешение по длине волны  $\Delta\lambda/\lambda$ : 0.05

плотность потока нейтронов на образце:  $7.5 \cdot 10^4 \text{ имп} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$

интегр. поляризация нейтронного пучка: 99%



# Нейтронная рефлектометрия

## Рефлектометр РЕФЛЕКС (ОИЯИ, Дубна)

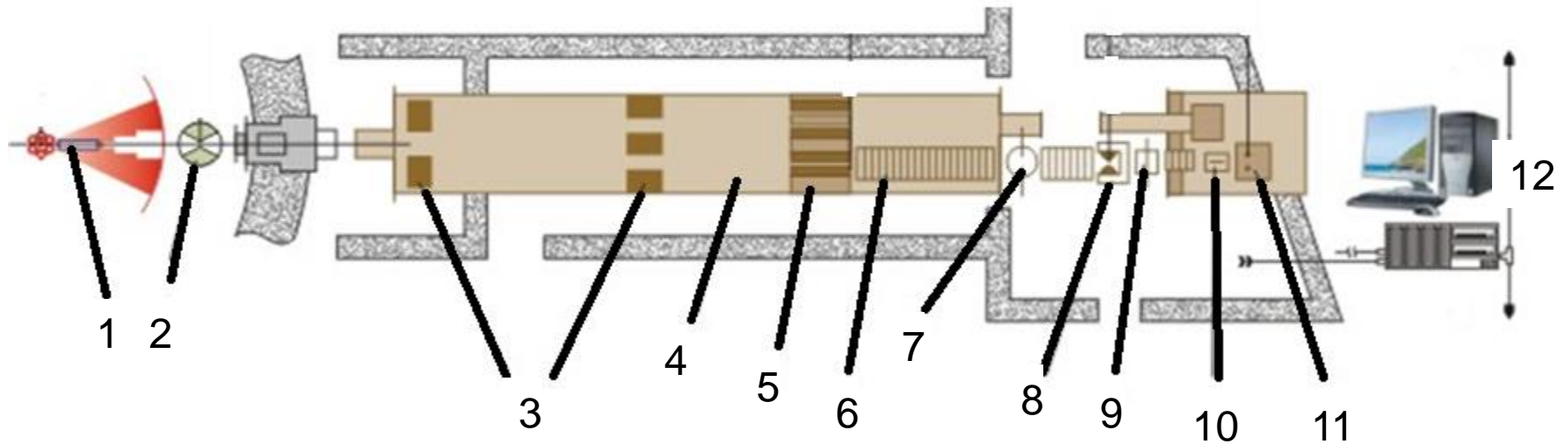


Схема рефлектометра РЕФЛЕКС: (1) замедлитель нейтронов, (2) прерыватель пучка, (3) коллиматоры, (4) вакуумированная труба, (5), суперзеркальный поляризатор, (6) постоянные магниты, (7) первый флиппер, (8) узел образца с электромагнитом, (9) второй флиппер, (10) анализатор, (11) ПЧД-детектор, (12) управляющий компьютер с блоком управляющей электроники.

Основные параметры рефлектометра РЕФЛЕКС:

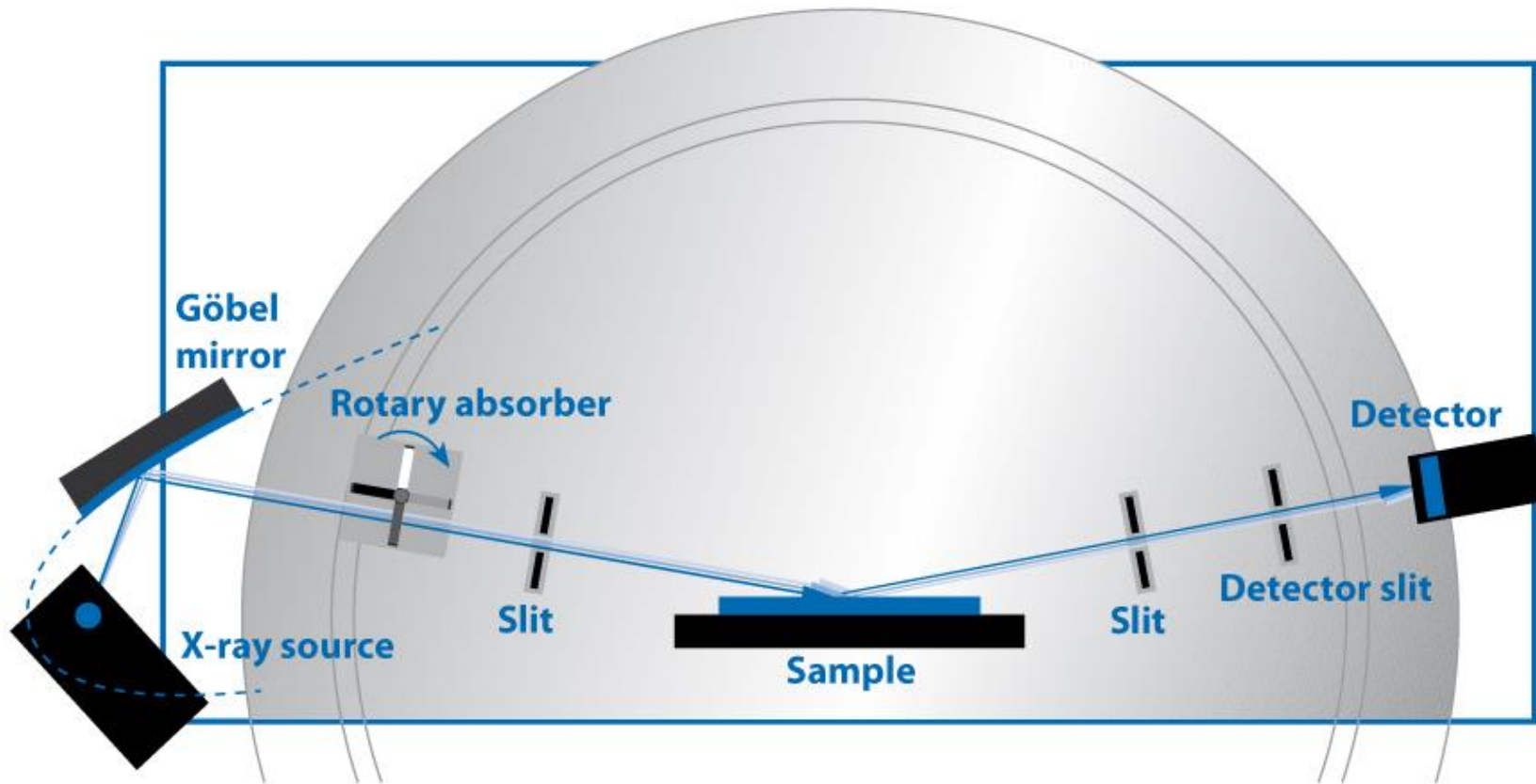
максимальный диапазон длин волн  $\lambda$ :  $0.5 \div 10 \text{ \AA}$

разрешение по длине волны  $\Delta\lambda/\lambda$ : 0.02

плотность потока нейтронов на образце:  $\sim 10^5 \text{ имп} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$

# Рентгеновская рефлектометрия

*Схема дифрактометрического комплекса Rigaku Smartlab (КИ, Москва) в рефлектометрической моде*



Основные параметры:

длина волны  $\lambda$ :

1.54 Å (CuK $\alpha$ )

разрешение по длине волны  $\Delta\lambda/\lambda$ :

0.01

интенсивность на образце:

$10^8$  имп·сек $^{-1}$ ·см $^{-2}$

угловая расходимость пучка  $\Delta\theta$ :

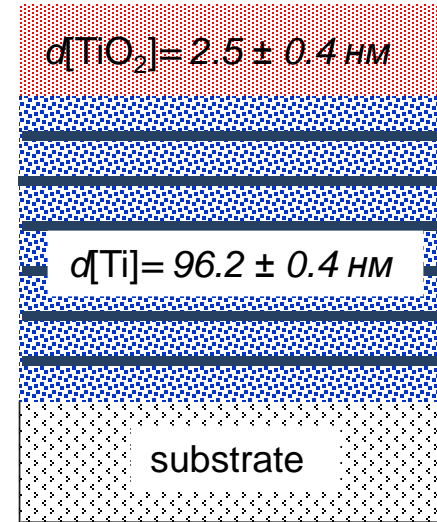
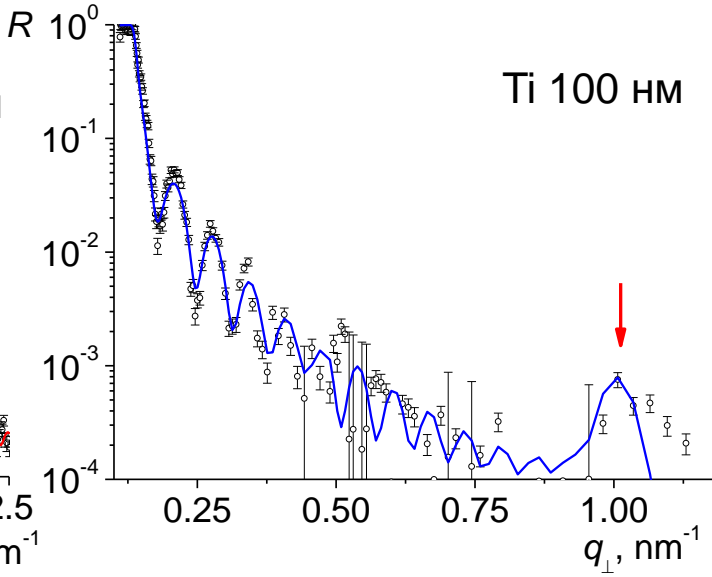
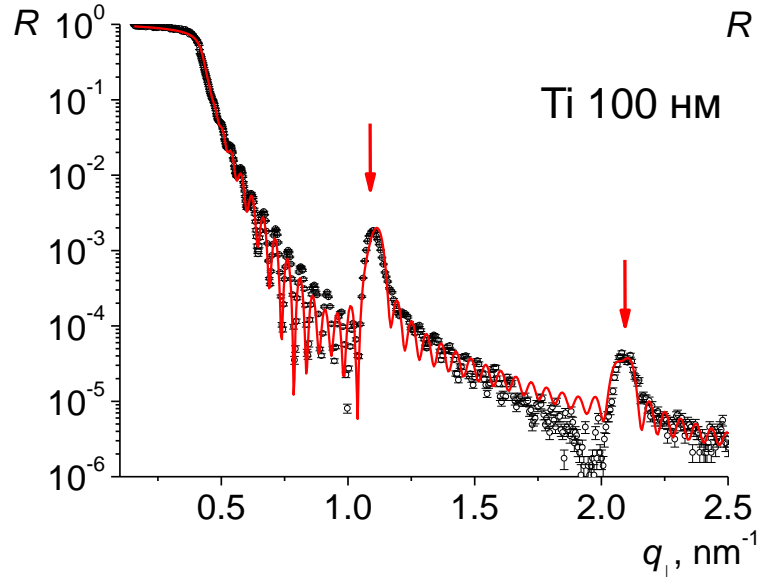
0.5 угл. мин.

# Исследование нанослоев Ti: XRR, NRR

*рентгеновское излучение*

*нейтроны*

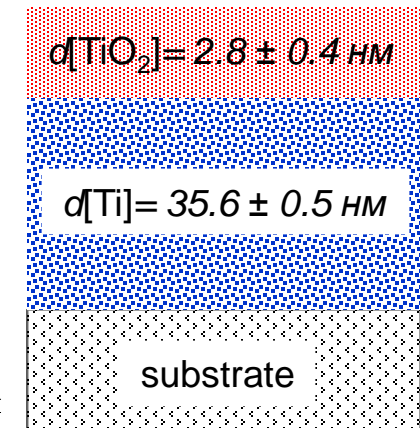
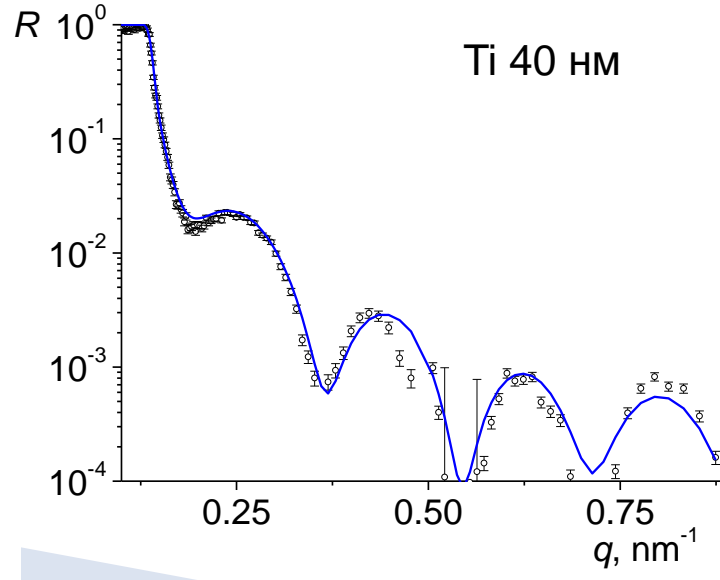
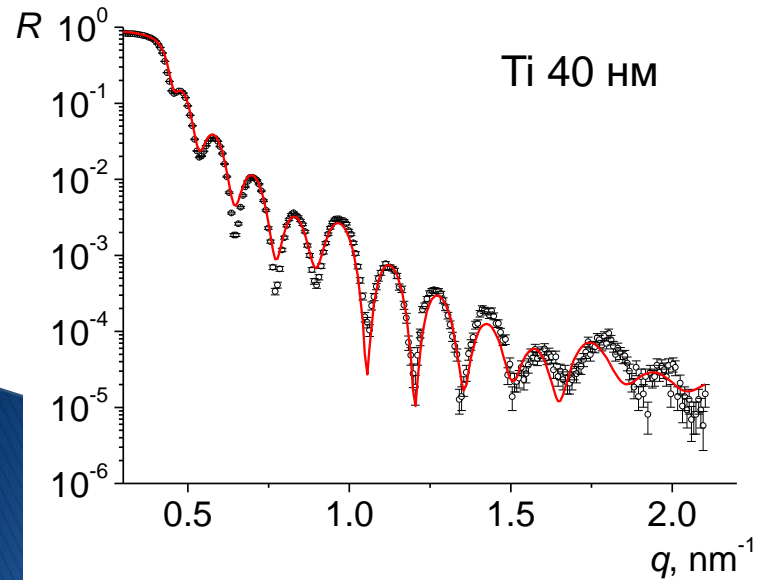
*модель*



*рентгеновское излучение*

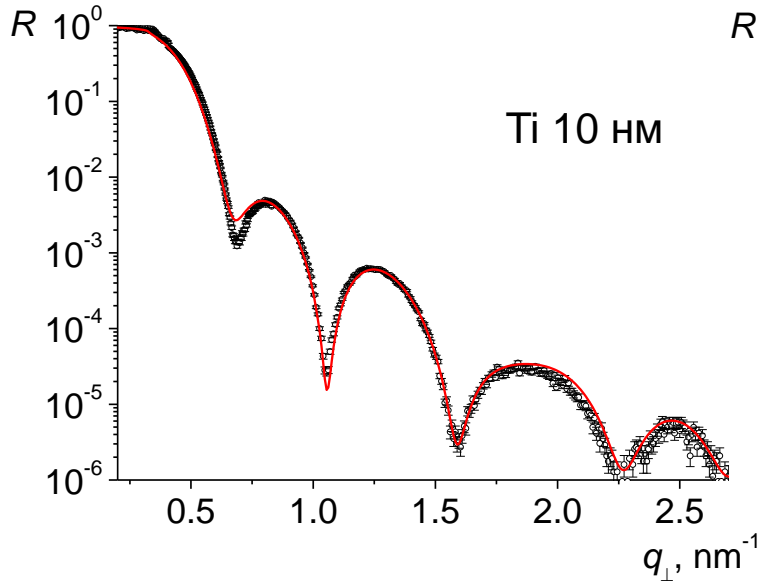
*нейтроны*

*модель*

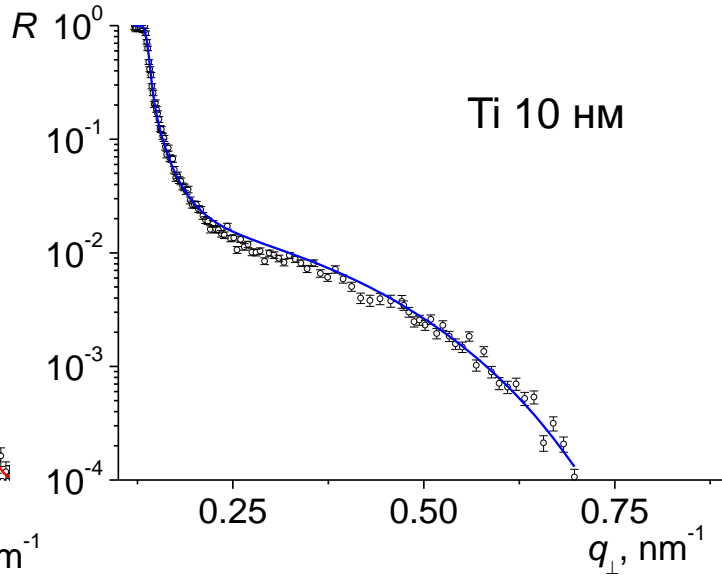


# Исследование нанослоев Ti: XRR, NRR

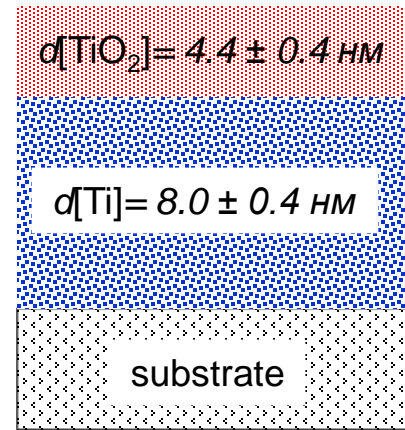
**рентгеновское излучение**



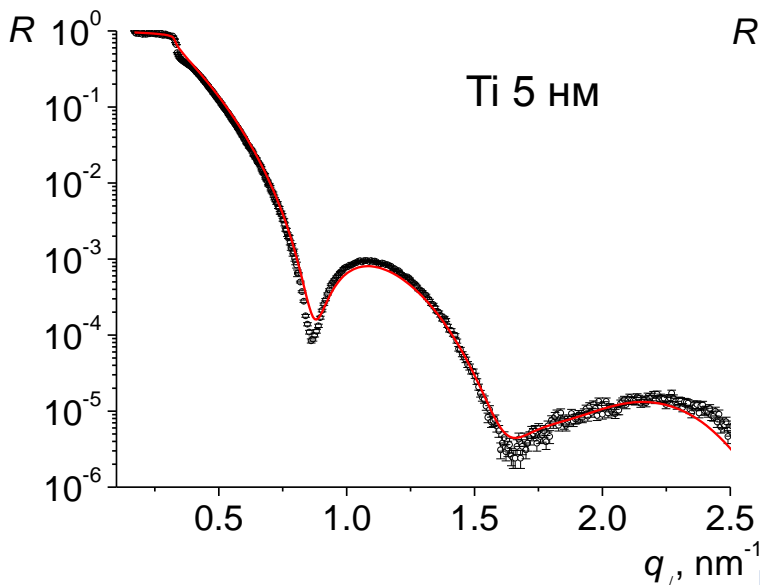
**нейтроны**



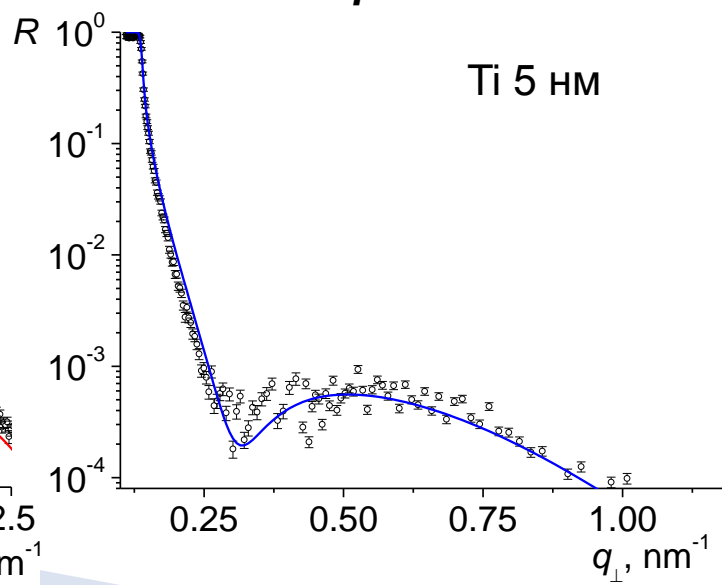
**модель**



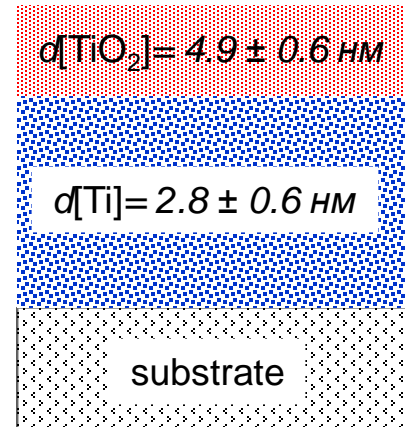
**рентгеновское излучение**



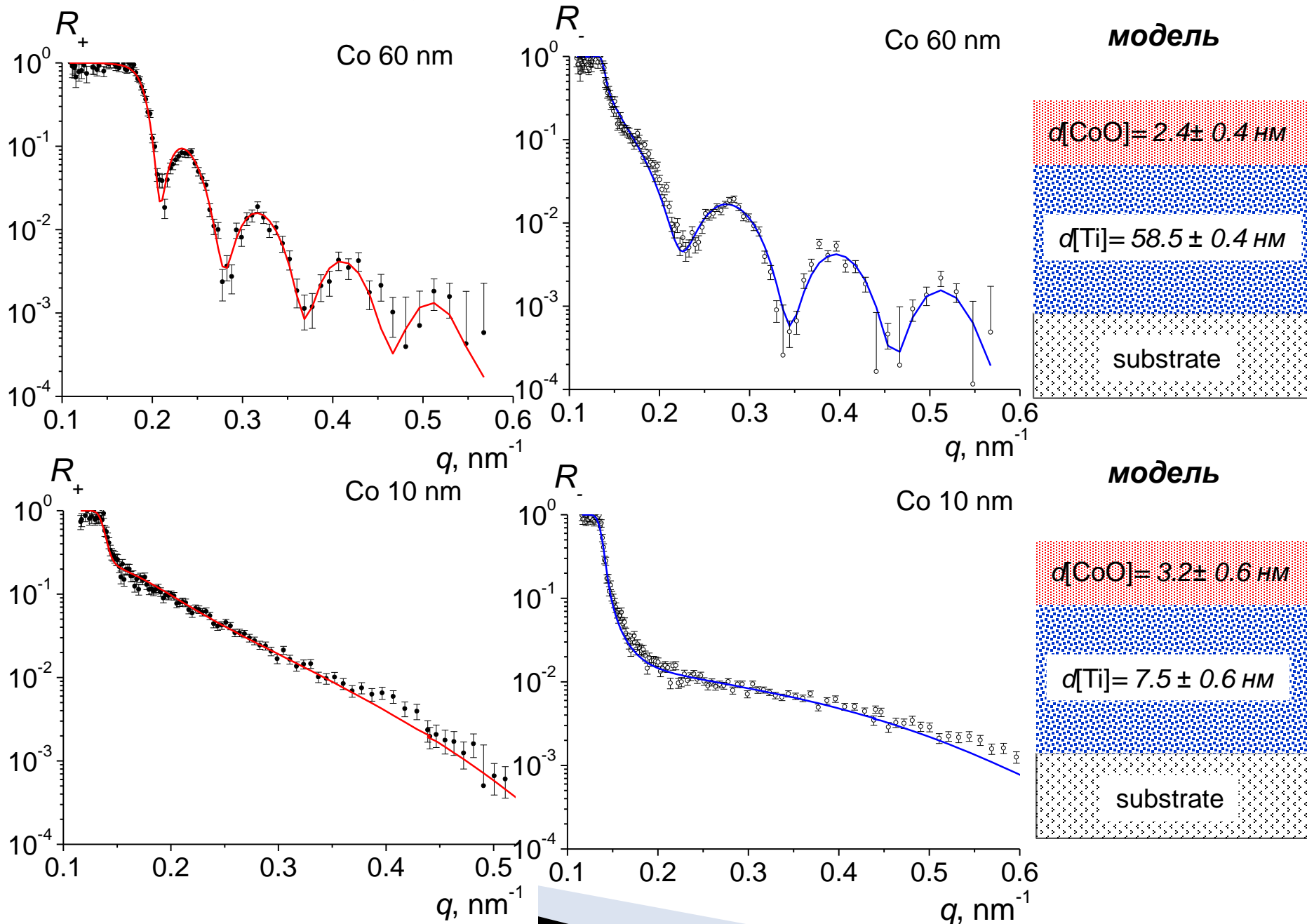
**нейтроны**



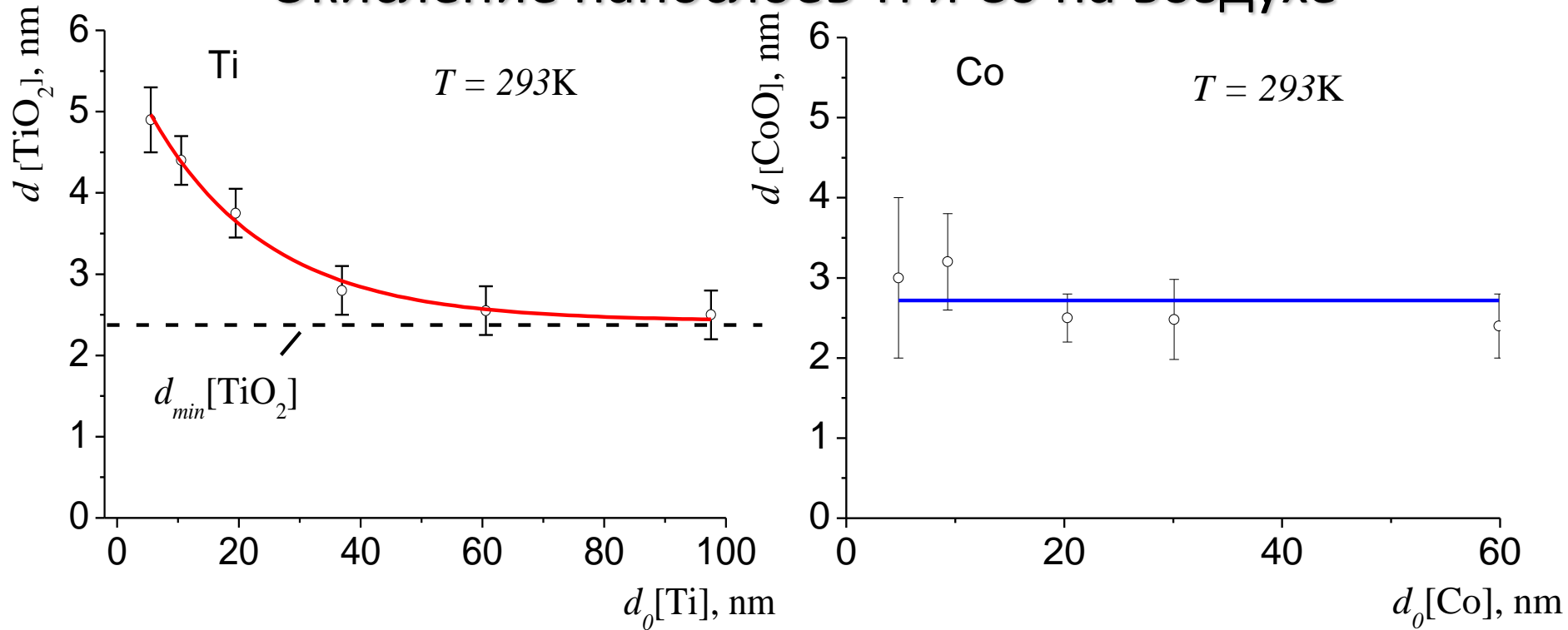
**модель**



# Исследование нанослоев Co: NRR



# Окисление нанослоев Ti и Co на воздухе

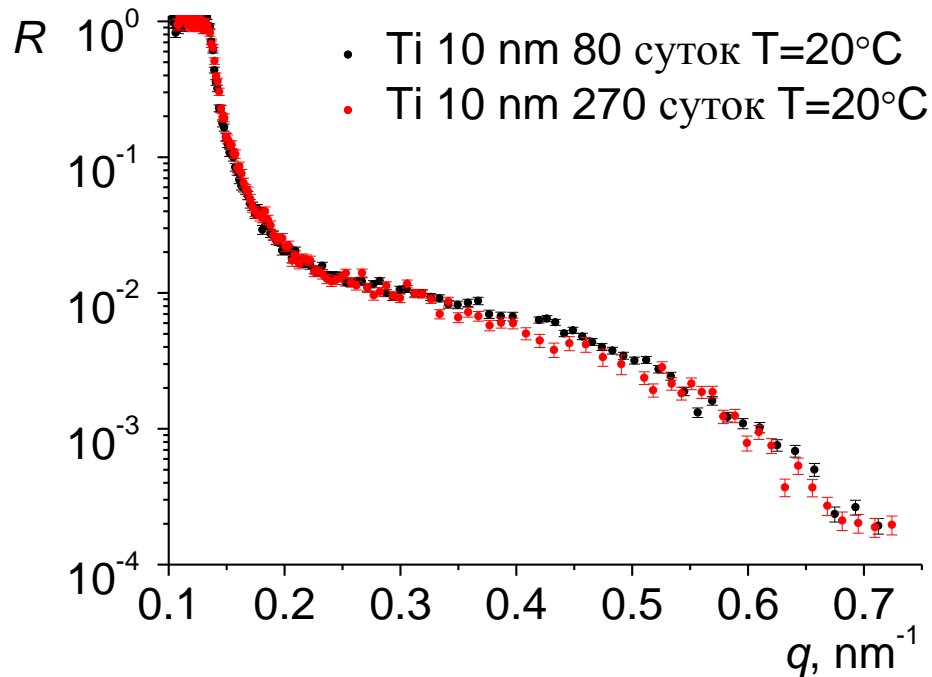


Экспериментально найденная зависимость толщины слоя оксида  $d[\text{TiO}_2]$  от исходной толщины титановой пленки  $d_0[\text{Ti}]$  может быть описана достаточно простой эмпирической функцией:

$$d[\text{TiO}_2] = d_{\min}[\text{TiO}_2] + \exp\left(-\frac{d_0[\text{Ti}] - 23.4}{19.2}\right) \quad \text{где } d_{\min}[\text{TiO}_2] = 2.4 \text{ нм}$$

Для случая окисления тонких слоев Co, толщина оксидного слоя практически не зависит от исходной толщины Co слоя и составляет величину:

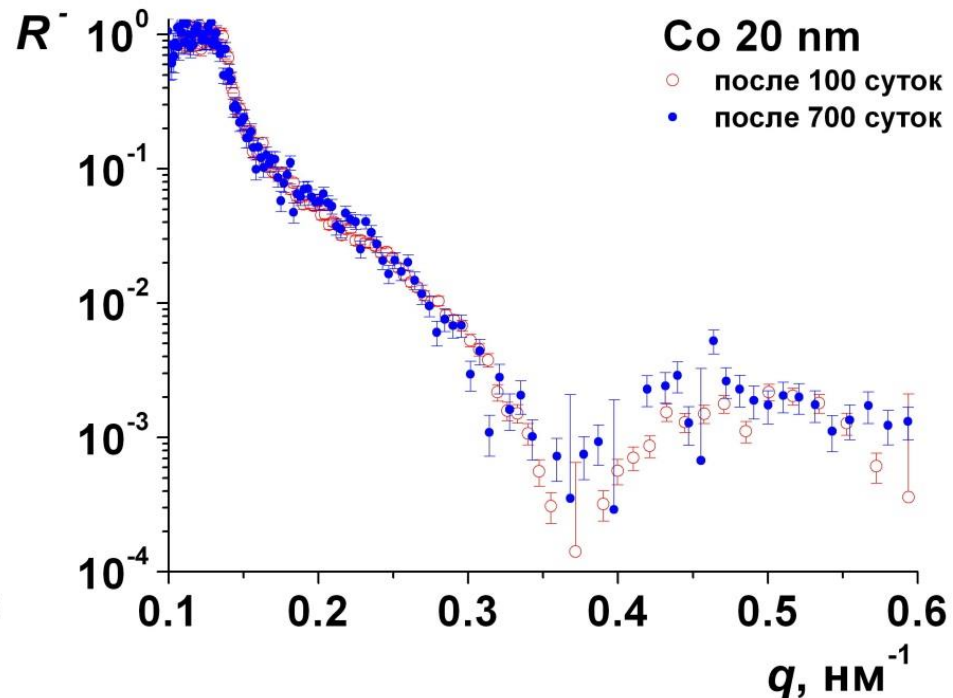
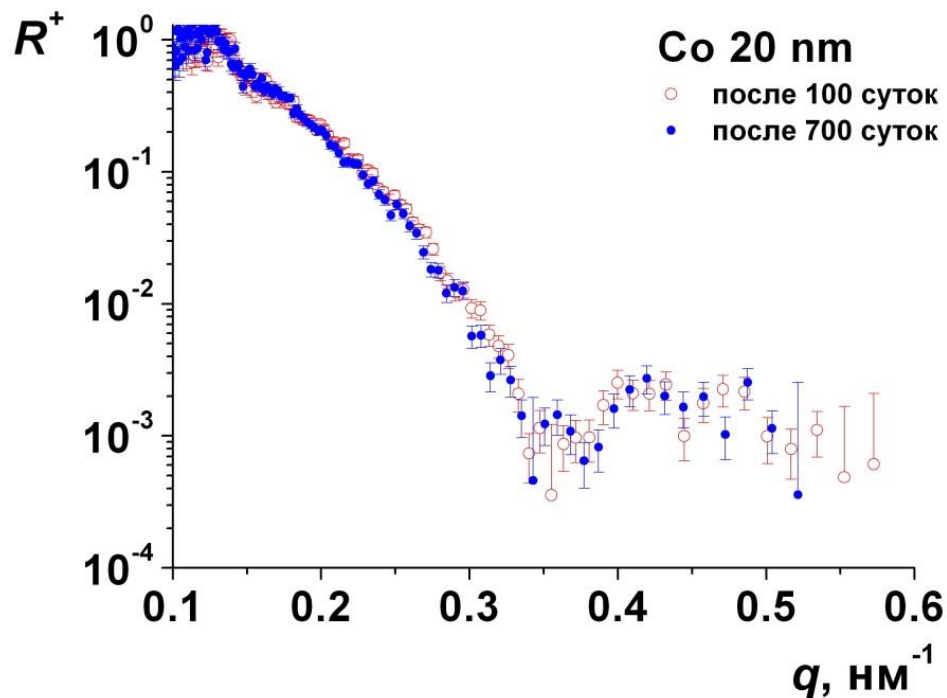
# Исследование стабильности нанослоя Ti



*Зависимости коэффициентов отражения нейтронов  $R$  от переданного волнового вектора  $q$  нанослоя Ti 10 нм, измеренные после окисления на воздухе за различные промежутки времени.*

Для исследования стабильности нанослой Ti выдерживался на воздухе, при комнатной температуре, в течении 80 и 270 дней. После каждого этапа выдержки образцы изучались методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Измерения показали высокую стабильность не окисленного слоя Ti, что важно для практического применения в поляризационной оптике.

# Исследование стабильности нанослоя Co

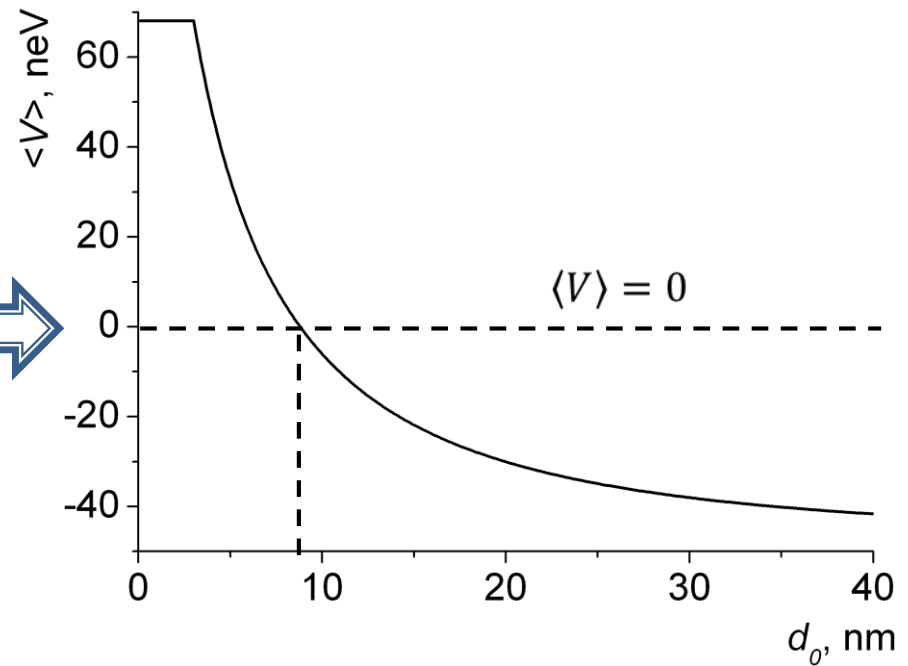
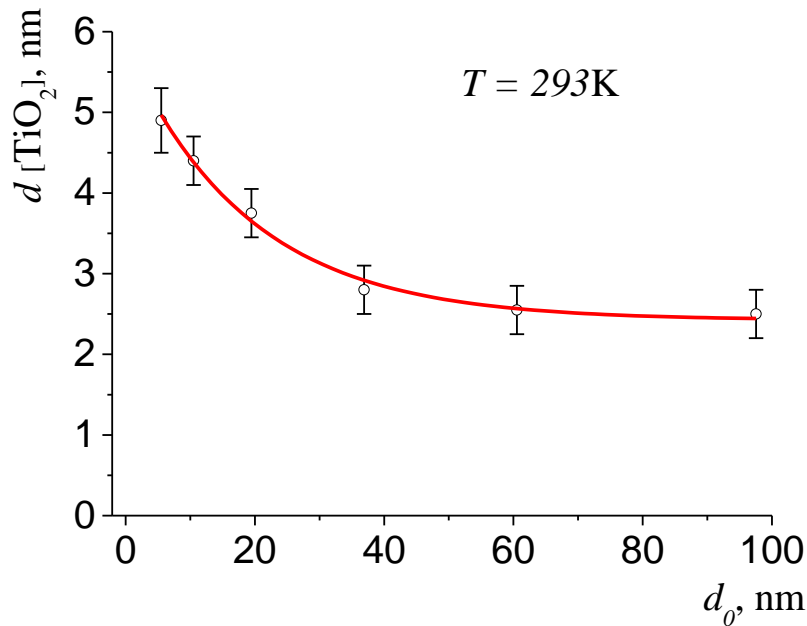


*Зависимости коэффициентов отражения нейтронов с спином «вверх»  $R^+$  и «вниз»  $R^-$  от переданного волнового вектора  $q$  нанослоев Ti и Co, измеренных после окисления на воздухе за различные промежутки времени.*

Для исследования стабильности нанослои Co выдерживались на воздухе, при комнатной температуре, в течении 100 и 700 суток. После каждого этапа выдержки образцы изучались методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Измерения показали высокую стабильность не окисленного слоя Co.



# Оценка оптимальной толщины нанослоя Ti



*Зависимость толщины оксидного слоя от исходной толщины слоя Ti.*

*Зависимость величины среднего оптического потенциала от исходной толщины слоя Ti.*

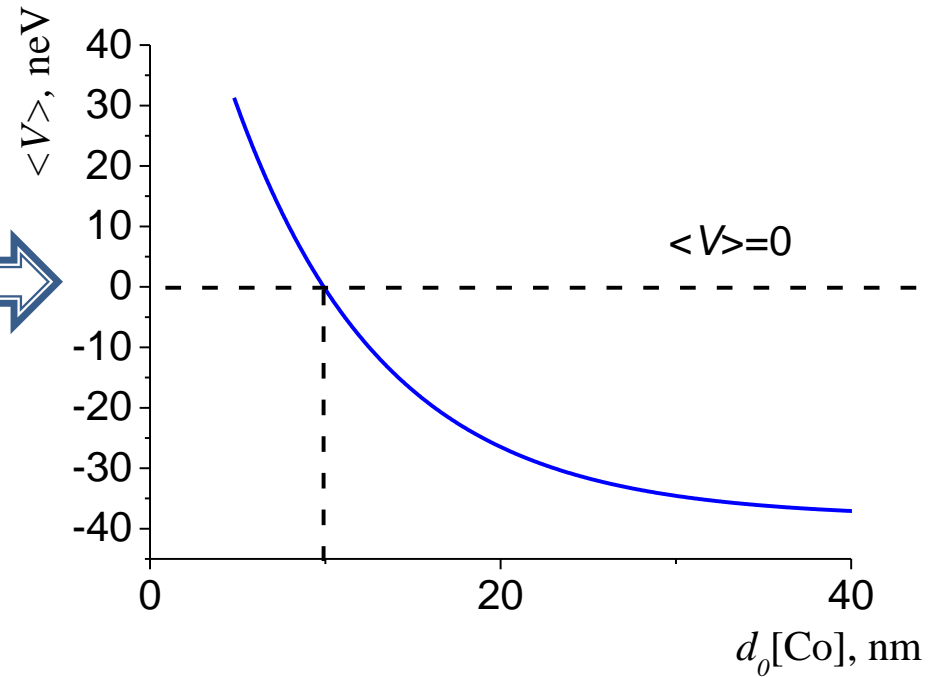
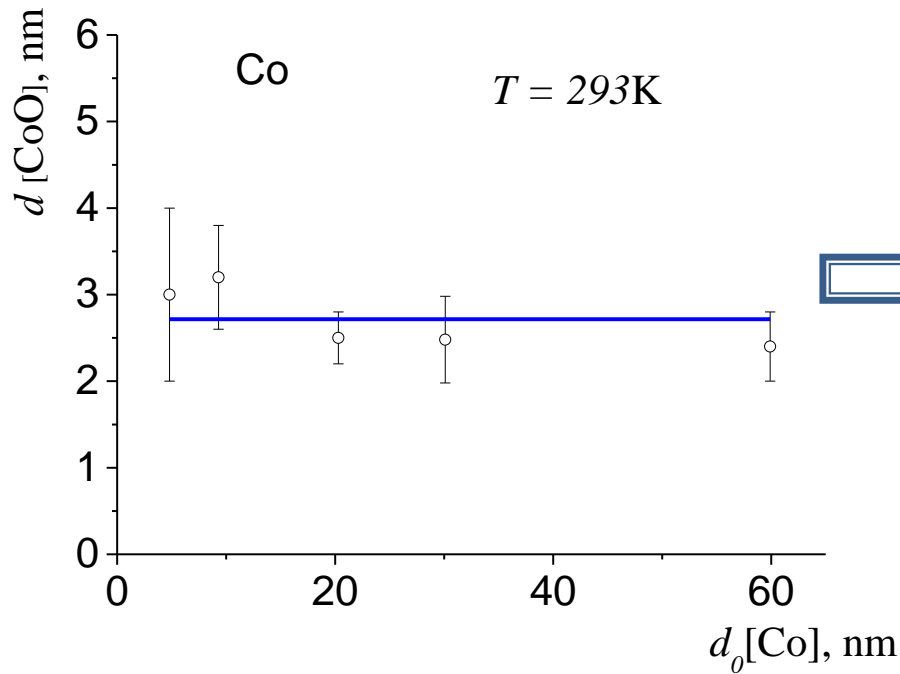
Необходимая исходная толщина слоя Ti может быть найдена из условия равенства нулю среднего потенциала системы «яма-барьер»:

$$\langle V \rangle = \frac{V[\text{Ti}]d[\text{Ti}] + V[\text{TiO}_2]d[\text{TiO}_2]}{d[\text{Ti}] + d[\text{TiO}_2]} = 0$$



$$d_0[\text{Ti}] = 8.8 \text{ нм}$$

# Оценка оптимальной толщины нанослоя Co



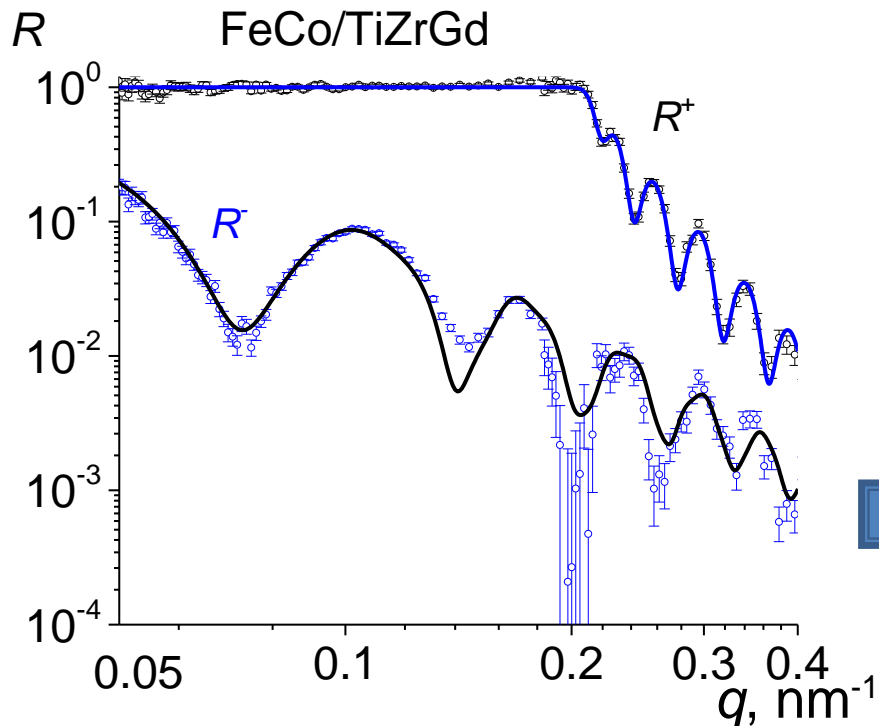
**Зависимость толщины оксидного слоя от исходной толщины слоя Ti.**

**Зависимость величины среднего оптического потенциала от исходной толщины слоя Ti.**

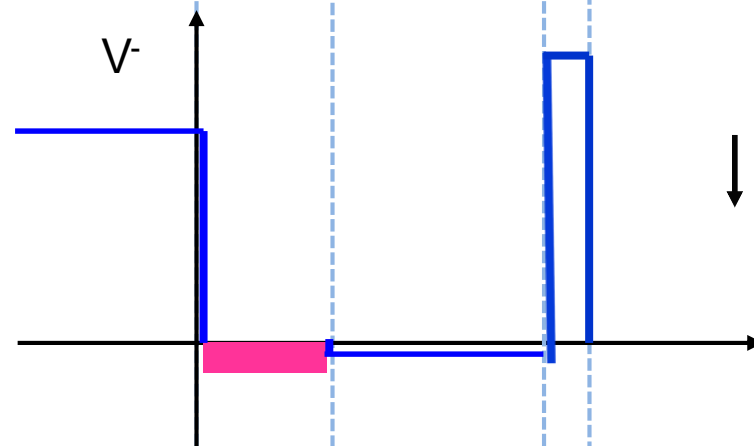
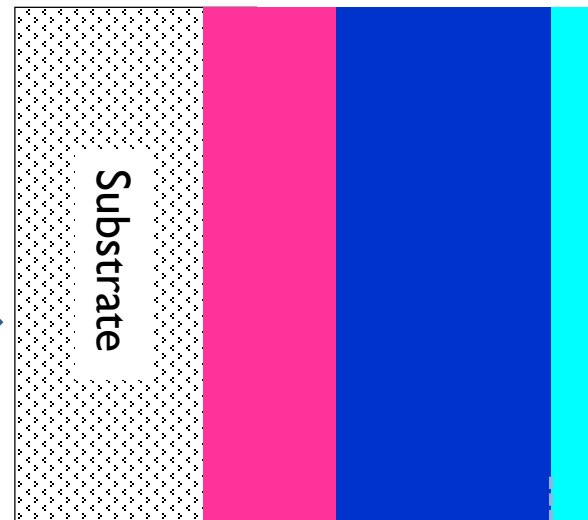
Необходимую исходную толщину слоя Co также можно оценить из условия :

$$\langle V \rangle = \frac{V[\text{Co}]d[\text{Co}] + V[\text{CoO}]d[\text{CoO}]}{d[\text{Co}] + d[\text{CoO}]} = 0 \quad \Rightarrow \quad d_0[\text{Co}] = 9.9 \text{ нм}$$

# Поляризующее зеркало



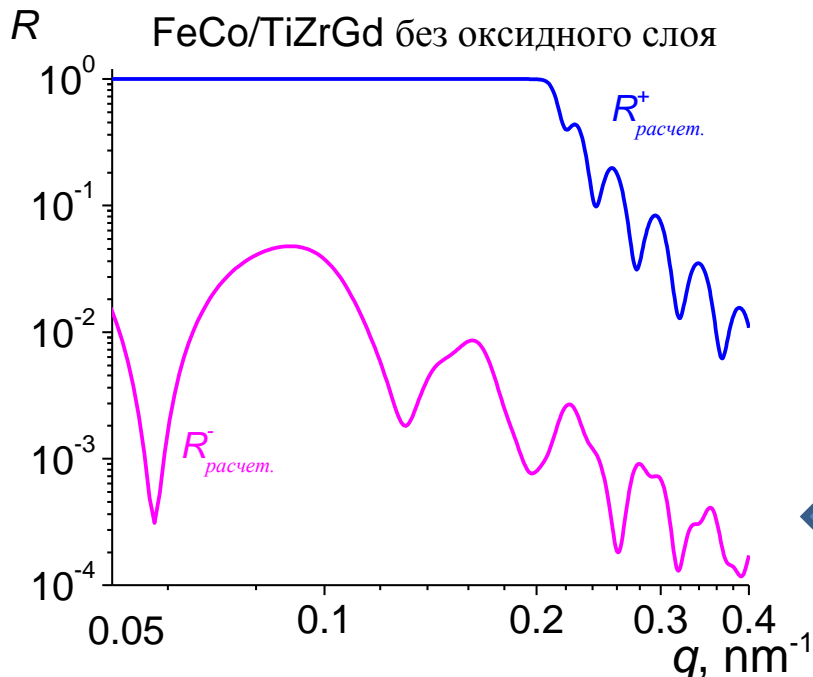
■ - FeCo   
 ■ - TiZrGd   
 ■ - oxide



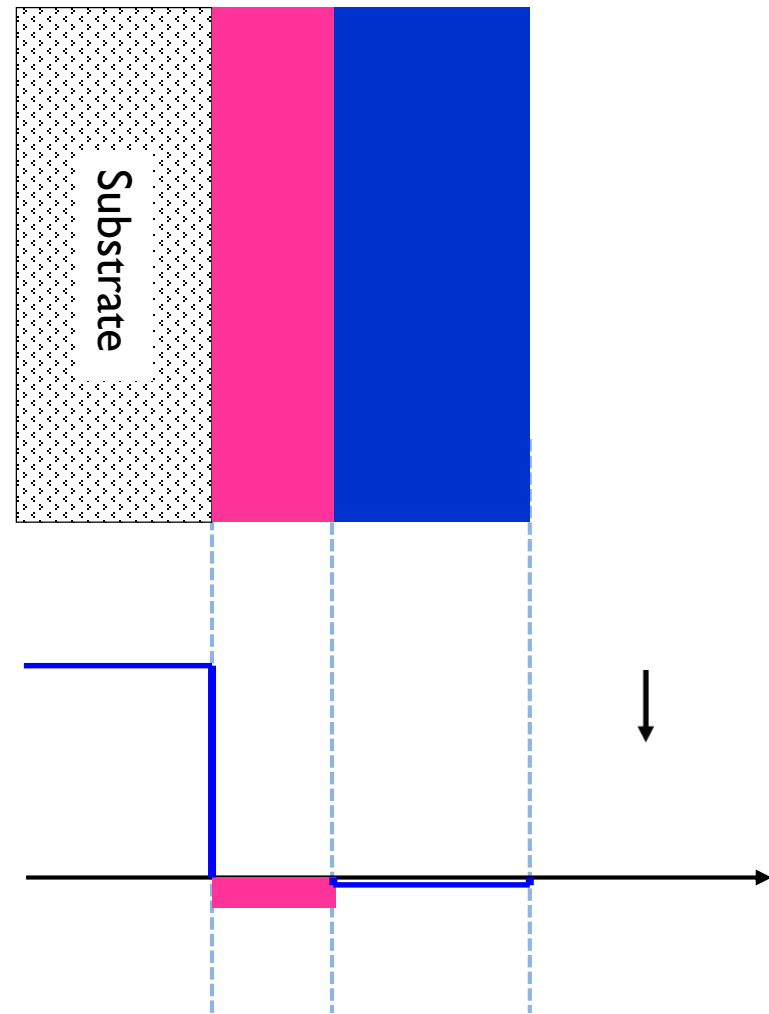
$d$ [оксида], нм	$3.1 \pm 0.5$
$\sigma$ [оксида], нм	$2.5 \pm 0.8$
$V$ [оксида], нЭВ	$126 \pm 3$
$d$ [FeCo], нм	$103.3 \pm 0.6$
$\sigma$ [FeCo], нм	$2.0 \pm 0.5$
$V_+$ [FeCo], нЭВ	$232 \pm 3$
$V_-$ [FeCo], нЭВ	$-3 \pm 3$
$d$ [TiZrGd], нм	$250$
$\sigma$ [TiZrGd], нм	$1.5 \pm 0.4$
$V$ [TiZrGd], нЭВ	$-47 \pm 8$

Глубинный профиль оптического потенциала для нейтронов со спином «вниз»

# Поляризующее зеркало без оксидного слоя



■ - FeCo ■ - TiZrGd



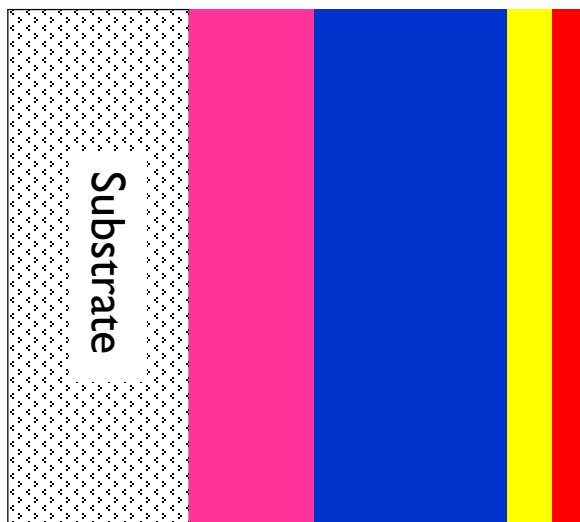
$d$ [FeCo], нм	$103.3 \pm 0.6$
$\sigma$ [FeCo], нм	$2.0 \pm 0.5$
$V_+$ [FeCo], нЭВ	$232 \pm 3$
$V_-$ [FeCo], нЭВ	$-3 \pm 3$
$d$ [TiZrGd], нм	$250$
$\sigma$ [TiZrGd], нм	$1.5 \pm 0.4$
$V$ [TiZrGd], нЭВ	$-47 \pm 8$





Расчетный глубинный профиль оптического потенциала для нейтронов со спином «вниз»

# Экспериментальная проверка возможности использования нанослоев Ti и Co для улучшения поляризующих нейтронных зеркал.

Образцы для исследований:

Поляризующие зеркала FeCo/TiZrGd с нанесенными верхними нанослоями Ti и Co.



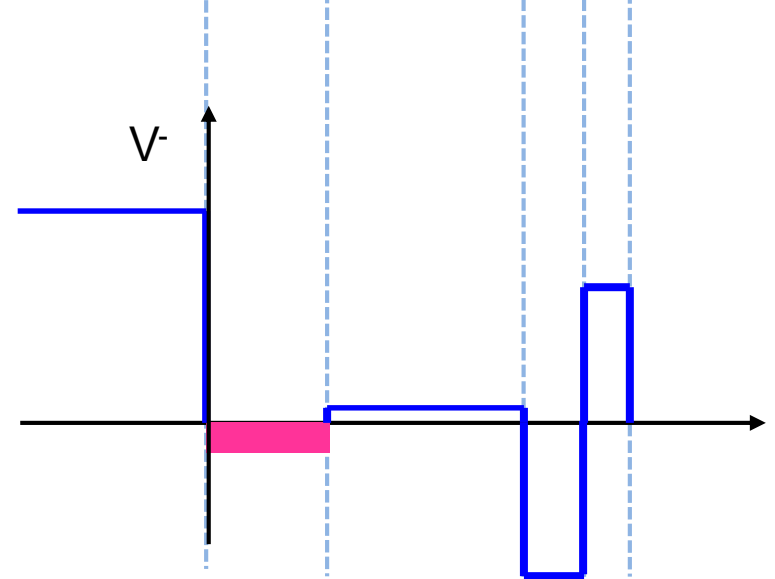
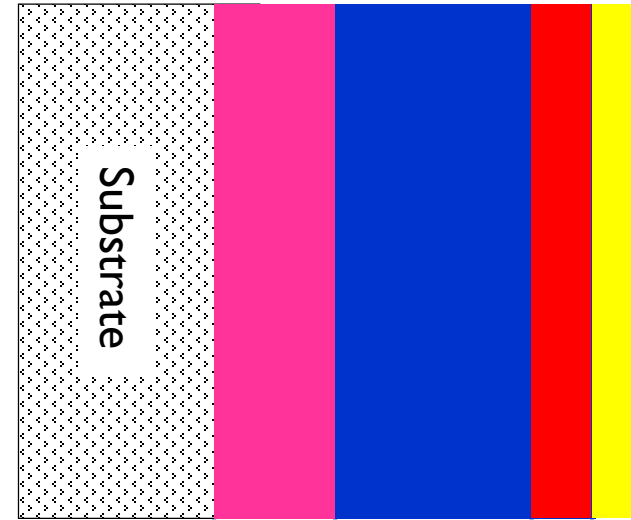
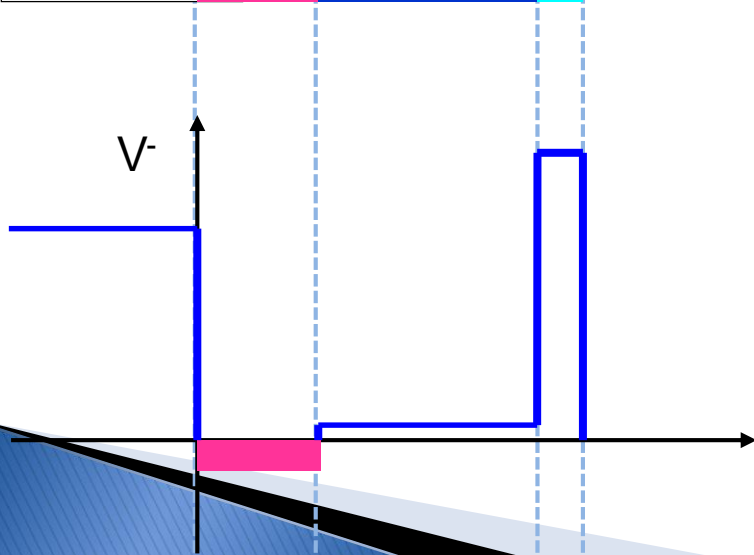
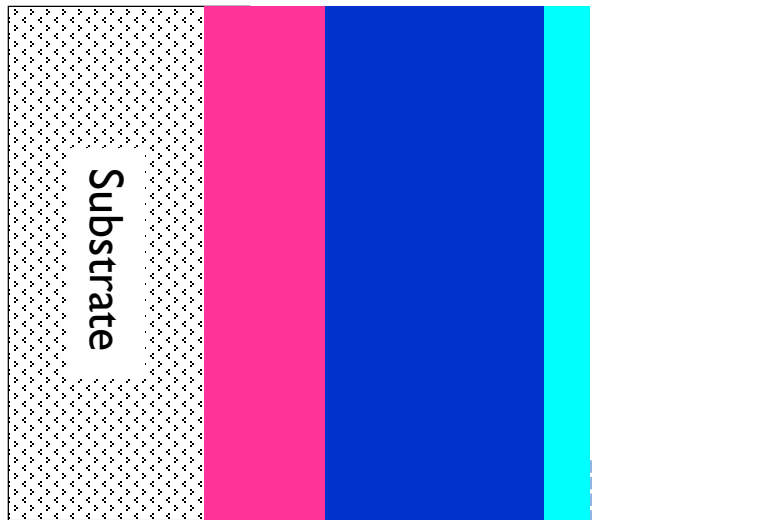
-   $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CoO}$  - слой оксида (барьер)
-  Ti, Co - антибарьерный слой (яма)
-  FeCo - ферромагнитный слой
-  TiZrGd - поглощающий подслой

Метод исследования:

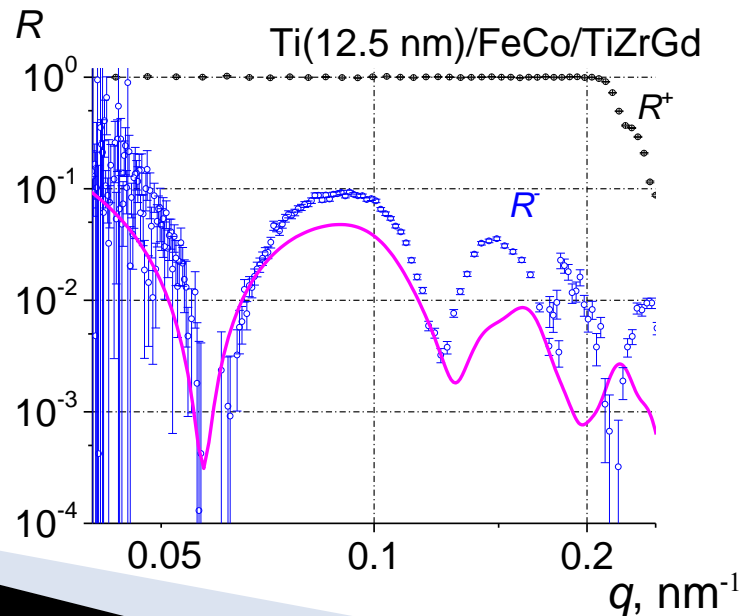
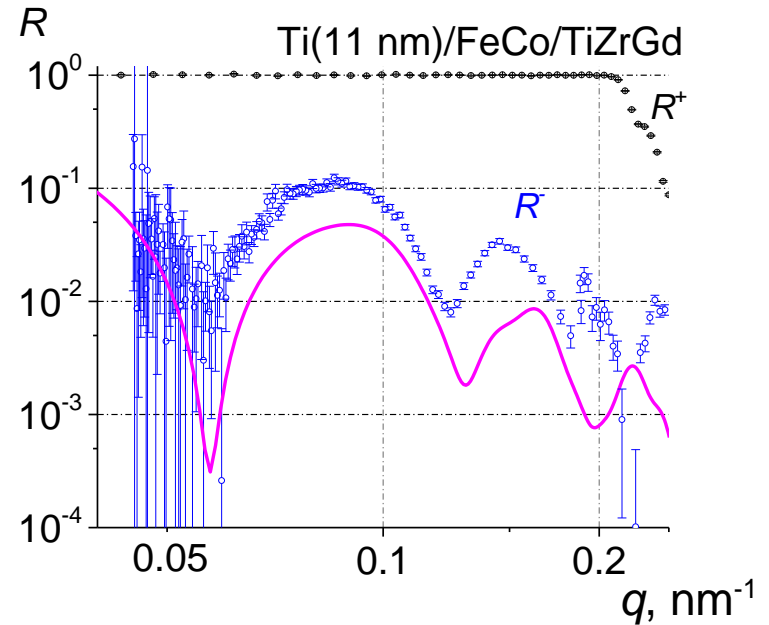
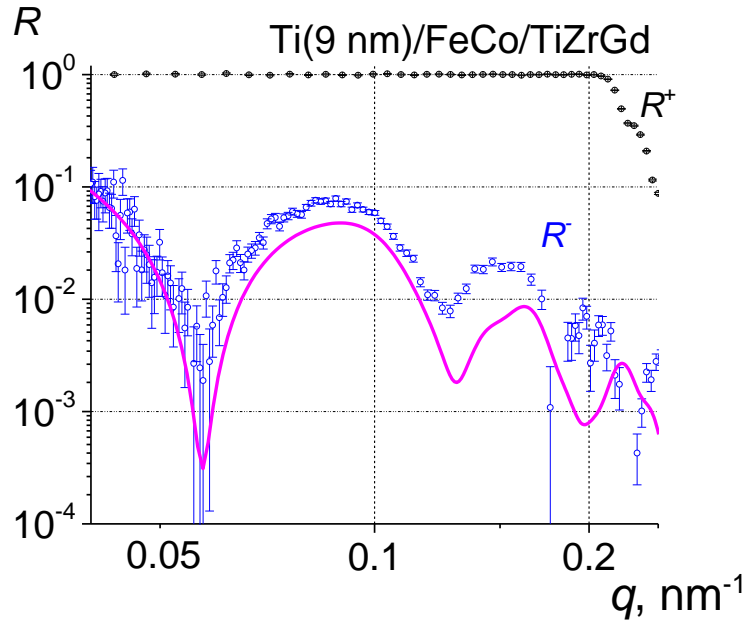
Рефлектометрия поляризованных нейтронов (НР-4М, ПИЯФ и V6, НМИ).

# Поляризующее зеркало с антибарьерным слоем

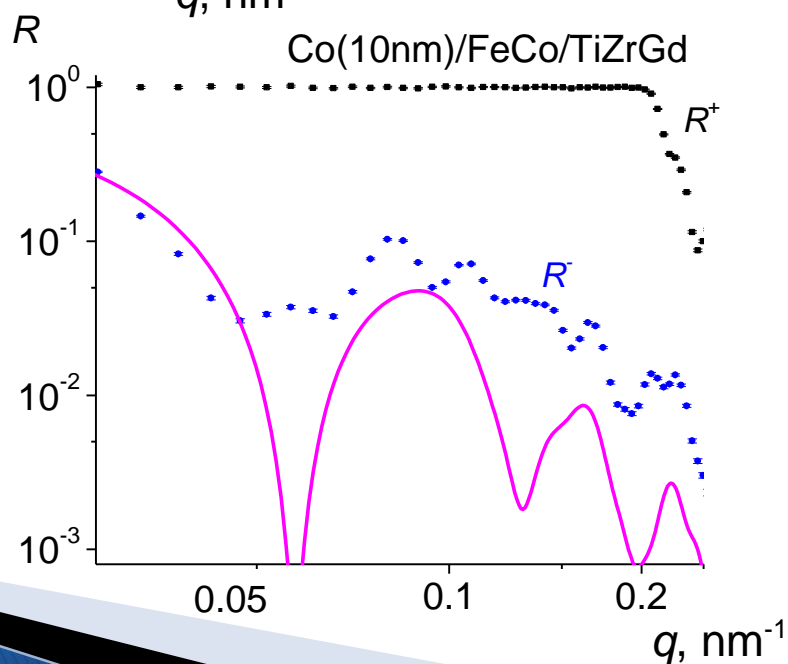
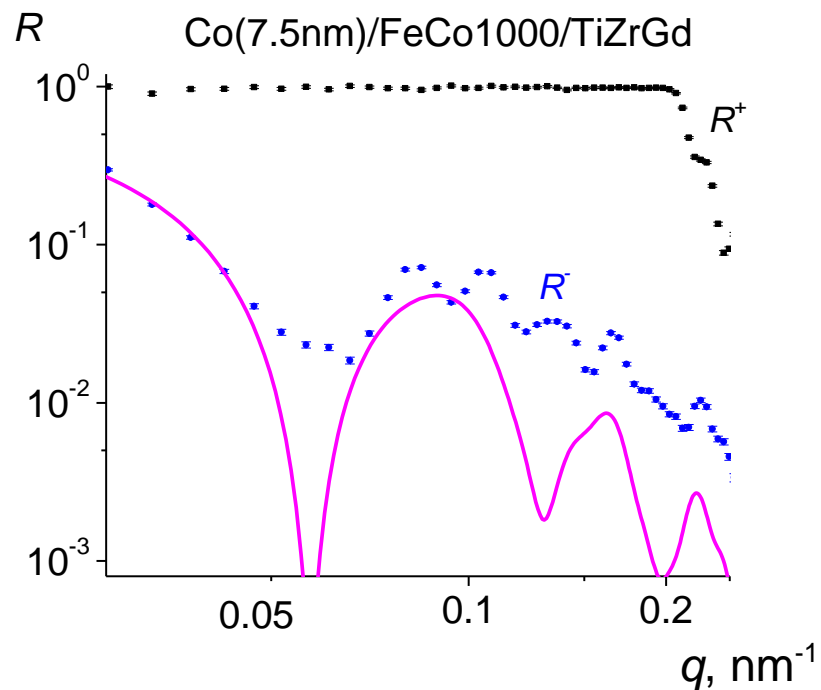
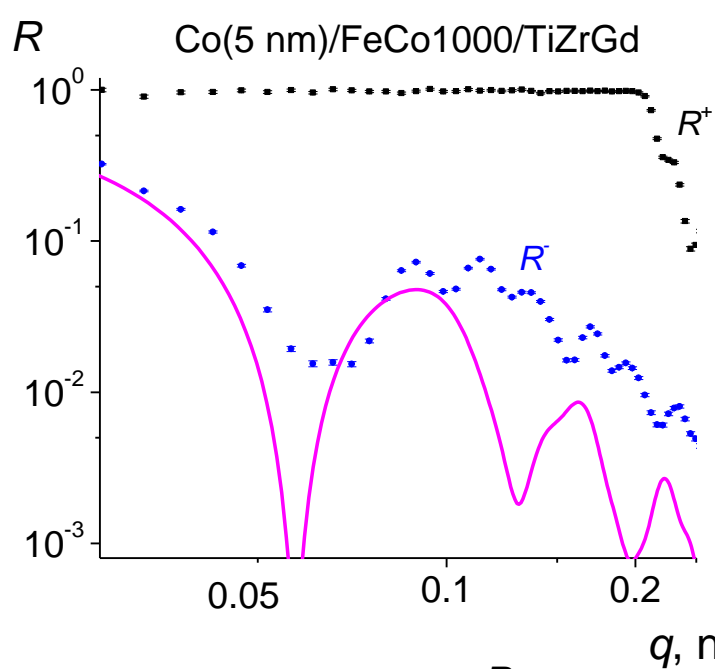
■ - TiZrGd   ■ - FeCo   ■ - оксид FeCo   ■ - Ti, Co   ■ - TiO<sub>2</sub>, CoO



# Поляризующие зеркала с антибарьерными Ti слоями



# Поляризующие зеркала с антибарьерными Co слоями





## Основные результаты

- Установлено, что при комнатных температурах толщина оксида, формирующегося на поверхности слоев Ti толщиной от 5 до 100 нм, получаемых методом магнетронного напыления, зависит от исходной толщины титана. В тоже время толщина окисной пленки, образующейся на слоях Co при тех же условиях окисления практически не зависит от исходной толщины кобальта и составляет величину ~2.8 нм.
- В процессе длительного окисления на воздухе металлический слой сохраняется даже у самых тонких слоев Ti и Co (с исходными толщинами ~5 нм), что свидетельствует о возможности их использования в качестве антибарьерных слоев.
- Установлено, что формируемый слой оксида, стабилен при комнатных температурах в течение довольно продолжительного времени.
- Из данных об окислении получены оценки оптимальных исходных толщин верхних антибарьерных слоев Ti (8.8 нм) и Co (9.9 нм) необходимых для улучшения поляризующих покрытий.
- Впервые экспериментально проверен эффект подавления отражения нейтронов верхним антибарьерным слоем.

***Благодарю за внимание!***

