———— ОБЗОРЫ ———

УДК 53.082.79

НЕЙТРОННАЯ РЕФЛЕКТОМЕТРИЯ В РОССИИ: ТЕКУЩЕЕ СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ

© 2022 г. В. И. Боднарчук^{1,2,*}, А. П. Булкин³, Е. А. Кравцов^{4,5}, Н. К. Плешанов³, В. Г. Сыромятников^{3,6}, В. А. Ульянов³

¹ Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия

² Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия

³ Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова

Национального исследовательского центра " Курчатовский институт", Гатчина, Россия

⁴ Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия

⁵ Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия

⁶ Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

*E-mail: bodnarch@nf.jinr.ru

Поступила в редакцию 29.05.2020 г. После доработки 01.08.2020 г. Принята к публикации 09.09.2020 г.

В обзоре дано описание текущего состояния дел и перспектив развития в области нейтронной рефлектометрии на действующих и будущих нейтронных источниках Российской Федерации. В результате ввода в эксплуатацию новых инструментов на реакторах ИР-8 и ПИК число нейтронных рефлектометров в РФ должно удвоиться. В результате должен появиться набор инструментов, нацеленных на решение широкого круга задач в области физики, химии, биологии слоистых систем в интересах научного сообщества, а также для подготовки специалистов для дальнейшего развития и совершенствования данной методики.

DOI: 10.31857/S0023476122010040

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение

1. Особенности и тенденции развития метода нейтронной рефлектометрии

2. Опыт развития метода нейтронной рефлектометрии в России

3. Перспективы развития метода нейтронной рефлектометрии на российских нейтронных источниках

4. Оборудование рефлектометров Заключение

ВВЕДЕНИЕ

В научных исследованиях, проводимых в России с использованием выведенных пучков тепловых и холодных нейтронов, наступает важный этап развития, который определит эту область исследований на многие годы вперед и сформирует национальное сообщество пользователей нейтронными инструментами. Проводимая модернизация существующих нейтронных источников, ожидаемый ввод в эксплуатацию самого мощного источника в стране — высокопоточного реактора ПИК, а также планирование новых будущих источников различной мощности открывает новые перспективы для развития экспериментальной базы. Совершенствование существующих установок и проектирование новых должны в полной мере учитывать особенности источника, на котором они будут работать, дополняя возможности друг друга, и иных, комплементарных методов исследования.

Основной парк экспериментальных установок любого нейтронного центра составляют установки нейтронно-дифракционного анализа для исследований в области физики конденсированного состояния. Для получения структурной информации об объекте исследований на разных масштабах используются различные экспериментальные методы. Широкоугольная дифракция (углы рассеяния ~10°–180°) помогает изучать структуру и динамику вещества в масштабе межатомных расстояний, с помощью малоугловой дифракции (углы рассеяния ~0°–20°) получают структурную информацию об объектах размером от десятых долей нанометров до нескольких сотен нанометров. В данном обзоре будут рассмотрены состояние и перспективы развития метода нейтронной рефлектометрии (**HP**) на действующих и будущих нейтронных источниках России. Нейтронная рефлектометрия на сегодня зарекомендовала себя мощным методом исследования поверхностей, тонких пленок и многослойных структур [1–10]. Уникальные возможности HP оказываются весьма востребованными в связи с большим интересом к наномасштабным структурам и явлениям при решении фундаментальных и технологических задач, актуальных для физики, химии, биологии и в областях, лежащих на стыке этих наук.

1. ОСОБЕННОСТИ И ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ МЕТОДА НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ

Нейтронная рефлектометрия является дифракционным методом исследования ядерной и магнитной плотности длины рассеяния (ПДР) с разрешением по глубине от десятых долей нанометра до сотен нанометров путем анализа зеркально отраженных и рассеянных низкоэнергетичных (тепловых или холодных) нейтронов с длиной волны порядка 0.1 нм и выше, падающих под малыми углами к плоскости границы (в действительности углы скольжения к поверхности могут составлять от нескольких угловых минут до десятков градусов). По своей сути метод НР относится к малоугловому рассеянию нейтронов (МУРН) с той разницей, что в классическом методе МУРН применяется аксиально симметричная относительно направления падающего пучка схема регистрации рассеянного излучения, а в методе НР рассеянное излучение регистрируется в одной из полусфер пространства, разделяемого надвое плоскостью изучаемого образца. Поэтому нейтронные рефлектометры выделяются в отдельную приборную группу.

Как и в общем случае, в исследованиях методом НР большое значение имеют особенности взаимодействия нейтронов с веществом, которые определяют уникальность метода, с одной стороны, и его комплементарность к светосильному методу рентгеновской рефлектометрии, с другой стороны. В отличие от рентгеновских лучей (и тем более электронов) нейтроны слабо поглощаются веществом. Кроме того, амплитуда рассеяния рентгеновских лучей пропорциональна атомному номеру элемента независимо от изотопного содержания, тогда как длина рассеяния нейтронов меняется немонотонно с атомным номером и может существенно отличаться для изотопов одного и того же элемента. Отсюда преимущества при исследовании слоев из элементов с близкими или, наоборот, с очень далекими номерами, а также возможность изотопного контрастирования и замещения. Нейтронная рефлектометрия часто

является единственной методикой, с помощью которой можно получать прямую и достаточно подробную информацию о состоянии границ жидкой фазы с твердым телом или другой жидкостью, а также слоистых структур на этих границах независимо от химического состава материалов.

Особенно это востребовано в рефлектометрических исследованиях биологических макромолекул на границах раздела. Рефлектометрия зеркального отражения позволяет изучать, в том числе в режиме in situ, осаждение на твердые и жидкие поверхности модельных липидных мембран из растворов, а также процессы, проходящие в мембранах и прилежащих к ним областях. Изучение модельных систем является существенным для понимания поведения клеточных биомембран. При этом эффективно используется вариация контраста посредством изотопного замещения водород-дейтерий как в жидких компонентах, так и в самих биологических макромолекулах. В результате по восстановленным из экспериментальных кривых отражения профилям ПДР определяют функции распределения различных химических групп по глубине перпендикулярно границе раздела и отслеживают их изменения при варьировании условий осаждения мембран. В качестве примера такого рода исследований можно привести работу [11], в которой изучались бислои на основе дипальмитоилфосфатидилхолина (ДПФХ) на рефлектометре D17 (ILL) с целью регулирования свойств модельных мембран. Особый интерес представляет адсорбция/проникновение компактных биологических макромолекул или наночастиц в биологические мембраны, включая адсорбцию вирусов [12], что также приводит к изменению профилей ПДР. Большой опыт при изучении свободных поверхностей в отношении адсорбции молекулярных мембран и биологических макромолекул (в частности белков) накоплен при применении рентгеновской рефлектометрии на синхротронных источниках, в том числе на "КИСИ-Курчатов" (станция "Ленгмюр") [13-15]. Применение нейтронной рефлектометрии для исследований свободных жидких поверхностей может быть реализовано только на рефлектометрах с горизонтальным размещением образца. В России первые эксперименты в этом направлении проводятся в настоящее время на рефлектометре ГРЭИНС (ОИЯИ).

Особое значение метод НР имеет при использовании пучков поляризованных нейтронов. К структурным характеристикам, определяемым пространственным распределением плотности ядер вещества (ядерная ПДР), добавляется возможность изучения распределения магнитной ПДР. В отличие от немагнитной НР, при которой профиль ПДР соответствует одной амплитуде отражения, в рефлектометрии с поляризованными нейтронами (**РПН**) амплитуда отражения представляет собой матрицу 2 × 2, компоненты которой определяют амплитуды отражения с переворотом или без переворота спина. Схема измерения, при которой возможны измерения всех четырех коэффициентов отражения, включает в себя поляризатор, два спин-флиппера и анализатор (напомним, что коэффициент отражения есть квадрат модуля соответствующей амплитуды). Это открывает возможности восстановления с помощью РПН структуры слоистых магнетиков и определения величины и ориентации векторов намагниченности в слоях [16, 17].

Взаимодействие нейтронов с поверхностью образца в рефлектометрическом эксперименте приводит к их рассеянию по трем основным каналам (рис. 1): зеркальное отражение (угол падения равен углу отражения), незеркальное рассеяние (в плоскости зеркального отражения) и малоугловое рассеяние нейтронов при скользящем падении вне плоскости зеркального отражения (**МУРН-СП**, или GISANS в английской аббревиатуре).

Рефлектометрия зеркального отражения, как было отмечено выше, используется для восстановления профиля ПДР в направлении нормали к границам раздела сред и несет в себе информацию о химическом (и изотопном) составе отражающих слоев. Структурные неоднородности масштабов 1–10⁴ нм вдоль границы раздела сред (вариация ПДР), лежащие в плоскости зеркального отражения, могут быть разрешены при использовании щелевой коллимации при измерениях интенсивностей рассеяния в зависимости от q_x (рис. 1). МУРН-СП представляет собой измерение интенсивностей в зависимости как от q_x , так и от q_y , поэтому такой режим измерений требует точечной коллимации (в двух перпендикулярных друг другу направлениях) падающего пучка. В режиме МУРН-СП можно измерить латеральные неоднородности (вариации ПДР) в плоскости, перпендикулярной плоскости зеркального отражения масштабов $1-10^2$ нм.

Пространственное разрешение метода нейтронной рефлектометрии определяется областью обратного пространства (пространство переданных импульсов q), в котором проведено измерение сечений рассеяния, и приборным разрешением Δq . В любом измерении важно найти правильный баланс между этим параметрами для получения требуемой информации за приемлемое время измерений. С одной стороны, особенности поведения функции рассеяния в обратном пространстве существенны для извлечения деталей структуры. На рис. 2 показано, как разрешение влияет на коэффициенты отражения от слоев с толщинами 20, 50 и 100 нм. С другой стороны, улучшение разрешения ухудшает статистику,



Рис. 1. Возможные каналы рассеяния нейтронов в скользящей геометрии, используемой в методе нейтронной рефлектометрии: зеркальное отражение (измерение интенсивности в зависимости от проекции переданного импульса q_z), незеркальное рассеяние, лежащее в плоскости зеркального отражения (плоскость *xz*, измерение интенсивности в зависимости от проекции переданного импульса q_x); малоугловое рассеяние МУРН-СП (измерение интенсивности в зависимости и ларовсия q_x).

ограничивая доступную для измерений область обратного пространства, и увеличивает время измерений.

В [18] показано, что падающий поток в щелевой геометрии при оптимальной настройке измерений пропорционален $(\Delta q)^3$. Под оптимальной настройкой понимается учет размеров образца, функции разрешения установки и угла отражения, при котором проводится измерение. Это объясняет разделение рефлектометров на два класса: одни оптимизированы для высоких потоков и низкого разрешения, другие – для высокого разрешения с соответствующим уменьшением потоков. Отметим, что в двух измерениях с разрешением 2 и 12% потоки будут различаться в $6^3 =$ = 216 раз. Отметим, что в случае, представленном на рис. 2, разрешение 12% не подходит для измерения толстых слоев, но вполне достаточно для тонких. В качестве примера такого разделения можно привести два рефлектометра из европейских нейтронных центров: MARIA (реактор FRMII, Германия) [20] и GINA (BNC, Венгрия) [21]. Рефлектометр MARIA, расположенный на



Рис. 2. Расчетные коэффициенты отражения *R* на угле скольжения $\theta = 1^{\circ}$ в зависимости от *q* при разрешении $\Delta q/q = 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12\%$ для слоев с нейтронным потенциалом 100 нэВ и толщинами 20, 50 и 100 нм (шероховатость границ 1 нм) на кремниевых подложках [19].

высокопоточном источнике FRMII (20 MBT), ориентирован на исследования тонких магнитных пленок толщиной до 30 нм. Динамический диапазон этого инструмента составляет 0.02-32 нм⁻¹, разрешение $\Delta q/q \sim 15\%$. Возможность выполнять измерения при этих параметрах обеспечивается значительной плотностью потока Ф. поляризованного пучка на образце в диапазоне длин волн 0.45-1 нм ($\Phi = 5 \times 10^7$ н·см⁻²·с⁻¹ при коллимации пучка $\Delta \theta = 3 \times 10^{-3}$ рад). Что касается рефлектометра GINA, то при значительно меньшем линамическом лиапазоне 0.05-2.5 нм⁻¹ разрешение установки довольно высокое $\Delta q/q \sim 3\%$. При низкой плотности потока на образце Ф ~ $\sim 2.5 \times 10^3$ н см⁻² с⁻¹ при коллимации пучка 1 × $\times 10^{-3}$ рад на рефлектометре недоступны измерения в таком же широком диапазоне Δq и недостижимы значения коэффициентов отражения до 10^{-8} , как на MARIA. Тем не менее рефлектометр GINA успешно работает именно как рефлектометр с высоким разрешением. Хорошее оснащение и оптимальная конфигурация установки позволяют использовать доступный поток нейтронов максимально эффективно. Полный поляризационный анализ, фокусирующая оптика предоставляют оптимальные возможности для быстрой и точной характеризации многослойной магнитной структуры в широком диапазоне температур и магнитных полей. Исходя из этого. можно утверждать, что эти два прибора дополняют друг друга в получении информации об изучаемых объектах и занимают разные ниши в потребностях пользователей, занимающихся изучением магнетизма в тонких слоях.

Обозначим другие важные факторы, определяющие функциональные возможности рефлектометра на разных типах источников. Существуют два типа источников нейтронов: импульсные и постоянные. На импульсных источниках излучение происходит в течение определенных периодически повторяющихся временных интервалов, между которыми поток падает до фоновых значений. Такая временная структура пучка нейтронов характерна для испарительных (spallation) источников и реакторов периодического действия. В первом случае ускоренный пучок протонов выводится на мишень, в результате чего формируется импульс высокоэнергетических нейтронов, которые после замедления в среде замедлителя выводятся в экспериментальные каналы. В случае периодических реакторов реактивность источника модулируется механическим путем. В России в настоящее время существуют два импульсных источника нейтронов для проведения исследований в области физики конденсированных сред – ИН-06 [22] на основе протонного ускорителя в ИЯИ РАН (г. Троицк) и единственный в мире реактор периодического действия ИБР-2 в ОИЯИ (г. Дубна) [23]. Постоянные источники нейтронов представляют собой реакторы, в которых поддерживается цепная реакция на определенном уровне и излучение нейтронов происходит непрерывно во времени. На импульсных источниках используется техника измерений по времени пролета, на постоянных источниках с помощью монохроматоров можно выделить узкую спектральную линию и настроить экспериментальную установку на работу с ней или использовать времяпролетную технику, установив прерыватель пучка, который сформирует нейтронные импульсы. На постоянном источнике оба метода дают примерно одинаковую интенсивность и, следовательно, одинаковое время измерений. Например, времяпролетная техника более удобна для in situ-измерений в режиме реального времени, поэтому на стационарных источниках к ней часто прибегают на различных установках, в том числе на рефлектометрах. Однако необходимо отметить, что рефлектометр на импульсном источнике более эффективен, чем на стационарном, поскольку используется весь падающий поток, в то время как на стационарном реакторе только его часть. Например, рефлектометр на будущем источнике ESS будет превосходить по интенсивности установку на действующем стационарном реакторе в ILL более чем в 30 раз, хотя средняя мощность источников одинаковая. В настоящее время в мире функционирует около 30 нейтронных рефлектометров, из которых две трети — времяпролетные установки.

Определенные каналы рассеяния в рефлектометрическом эксперименте несут разную информацию о структуре. Как правило, сечение незеркального рассеяния, содержащее информацию о латеральных неоднородностях в плоскости зеркального рассеяния, сушественно меньше сечений зеркального рассеяния, а рассеяние МУРН-СП значительно меньше незеркального [3, 24]. Учитывая, что метод МУРН-СП подразумевает точечную коллимацию, очевидно, что его реализация имеет смысл только на источниках с очень высоким потоком. На источниках со средним или слабым потоком нет смысла для реализации сложных и затратных методик, а достаточно иметь прибор с более простой схемой измерений. В последние годы в некоторых европейских центрах (LLB, GKSS, HZB, FZJ) были выведены из эксплуатации реакторы, которые относились к среднепоточным источникам нейтронов. На каждом из них вполне успешно функционировали рефлектометры, которые имели высокую научную эффективность в самых разных приложениях. Например, в [9, 10, 26, 27] исследовался эффект усиления квазибрэгговского диффузного рассеяния поляризованных нейтронов в магнитных многослойных наноструктурах Co/Ti и Fe/Al на рефлектометрах TOREMA II (GKSS) и EROS (LLB). В работе [25], основанной на результатах, полученных на рефлектометре HADAS в исследовательском центре Юлиха (Германия), проведено исследование магнитных корреляций вдоль границ раздела в многослойной структуре, состоящей из 100 бислоев Fe₅₀Co₄₈V₂/TiN. Большой вклад в изучение биологических слоистых структур был сделан на рефлектометрах V6 и V18 BioRef в Берлинском центре HZB (Германия) [28]. Узнать более подробно о действующих и уже закрытых рефлектометрах, а также о некоторых исследованиях, которые на них проводились, можно на специализированном сайте [29].

Важно отметить, что рефлектометры на источниках со средним и малым потоками идеально подходят для апробации новых методик и реализации программ обучения. Поэтому также представляет интерес проектирование рефлектометров на компактных источниках нейтронов на основе ускорителей.

В России на сегодня работают и планируются источники нейтронов, как с высоким, так и со

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 1 2022

средним потоком нейтронов. Это даст возможность оптимального распределения приборной базы нейтронной рефлектометрии по функциональным возможностям с обеспечением доступа к измерениям широкого круга пользователям.

2. ОПЫТ РАЗВИТИЯ МЕТОДА НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ В РОССИИ

Методы НР использовались для практических целей задолго до того, как они стали применяться для исследований в области конденсированного состояния вещества. В 1951 г. Юз и Берджи предложили способ получения поляризованных пучков отражением нейтронов со спинами одного из противоположных направлений от намагниченных зеркал [30].

Нейтронная рефлектометрия как метод исследования конденсированных сред сформировался в 80-х годах прошлого века для изучения поверхностного магнетизма (например, [31, 32]). С тех пор нейтронные рефлектометры стали появляться во всех крупных нейтронных центрах. Первый рефлектометр в СССР появился даже раньше этого времени. В 1977-1979 гг. в ПИЯФ был разработан первый в мире нейтронный рефлектометр с поляризованными нейтронами, работающий по методу времени пролета [33, 34]. Расположенная на канале № 13 (тепловая колонна) реактора BBP-M, эта установка неоднократно модернизировалась под вновь возникавшие задачи и успешно функционировала до остановки реактора в 2015 г. На этом рефлектометре был выполнен ряд работ по поляризационной нейтронной рефлектометрии [35, 36]. В [35] была исследована доменная структура тонких магнитных пленок Fe₃₆Co₆₄ и Co при их перемагничивании. В [36] исследованы особенности процесса намагничивания бислойной наноструктуры СоСи/Со, состоящей из обменно-связанных гранулированного ферромагнетика СоСи и ферромагнетика Со. Однако основными задачами этого рефлектометра (с 2005 г. получил название НР-4М [37]) были исследование и тестирование нейтрондля нейтронно-оптических ных покрытий устройств, разрабатываемых и производимых в ПИЯФ.

В установке была реализована возможность работы в четырех режимах: с неполяризованным/поляризованным пучком, по времени пролета и с постоянной длиной волны. Выбор режима работы HP-4M определялся требованиями конкретного эксперимента. Основными были времяпролетные режимы; использовались нейтроны с длинами волн от 0.09 до 0.5 нм при разрешении по длине волны 0.006 нм; в режиме с постоянной длиной волны — нейтроны с длиной волны и относительным разрешени-



Рис. 3. Восстановленная трехмерная картина распределения интенсивности, включающая в себя зеркальное отражение, незеркальное рассеяние и МУРН-СП от многослойной полимерной структуры PBMA-PS, выполненное на рефлектометре PEMУP [3].

ем по длине волны около 7%. Доступный диапазон по переданному импульсу: от 0.03 до 3 нм⁻¹. На рефлектометре HP-4M также была отлажена схема нейтронной рефлектометрии с векторным анализом поляризации для монохроматического пучка [38].

В настоящее время в России действуют три рефлектометра, установленные на импульсном реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ: времяпролетные рефлектометры РЕМУР, ГРЭИНС и РЕФЛЕКС, каждый из которых ориентирован на определенный круг задач. Установки включены в систему пользователей реактора ИБР-2 и на них активно проводятся эксперименты по широкому спектру направлений исследователями со всего мира. Реактор ИБР-2 – реактор периодического действия. Нейтронные импульсы следуют с частотой 5 Гц. В настоящее время средняя по времени тепловая мощность источника составляет 1.5 МВт, при этом очень высокая импульсная мощность около 1400 МВт обеспечивает плотность потока тепловых нейтронов на поверхности замедлителя порядка 10¹⁵ н см⁻² с⁻¹.

Рефлектометр поляризованных нейтронов с вертикальной плоскостью образца РЕМУР [39] введен в эксплуатацию в 2004 г. Установка была создана как результат масштабной модернизации рефлектометра СПН-1 [40], запущенного одновременно с началом работы импульсного реактора ИБР-2 в 1984 г. Установка СПН-1 создавалась в тесной кооперации с Лабораторией нейтронных исследований ПИЯФ (г. Гатчина), где техника работы с поляризованными нейтронами и технологии создания нейтронно-оптических систем были развиты до уровня мирового класса. На новом рефлектометре был выполнен ряд комплексных исследований, таких как изучение магнитного профиля ПДР керамических и металлических сверхпроводящих пленок во внешнем магнитном поле в широком диапазоне температур [41–44], изучение слоистых наноструктур в режиме стоячих волн [9] и другие.

С точки зрения реализации метода рефлектометрии поляризованных нейтронов РЕМУР является на сегодня самым оснащенным рефлектометром в РФ. Установка расположена на источнике холодных нейтронов (ИХН) реактора ИБР-2, который обеспечивает ее нейтронами в широком спектральном интервале 0.09-1.5 нм. Полный поляризационный анализ, широкоугольный веерный анализатор поляризации для работы с диффузно рассеянными нейтронами, возможность работы в широком диапазоне магнитных полей и температур делают эту установку уникальной в России [9]. На рефлектометре РЕМУР реализована схема полного рефлектометрического эксперимента [3], при котором измеряются все возможные каналы рассеяния: зеркальный, незеркальный и МУРН-СП (рис. 3).

Недавно рефлектометр РЕМУР приобрел новое качество, которое заключается в возможности определения пространственного распределения изотопов отдельных элементов в наноструктурах. Методика основана на регистрации вторичного гамма-излучения, которое может возникнуть при поглощении нейтрона определенным изотопом. Настраивая детектирующую аппаратуру на регистрацию гамма-излучения с определенной энергией, можно идентифицировать конкретный изотоп. А зная при этом распределение волновой функции нейтрона в изучаемой структуре, можно получить информацию о конкретном положении изотопа. Метод получил название изотопноидентифицирующей нейтронной рефлектометрии [45].

Нейтронный рефлектометр с горизонтальной плоскостью образца ГРЭИНС [46] на реакторе ИБР-2 введен в эксплуатацию в 2013 г. Установка расположена на ИХН и предназначена для исследований границ раздела, содержащих жидкие фазы. Образец для измерений устанавливается в положении, при котором плоскость падающего и рассеянного излучений ориентирована вертикально. Система формирования пучка может направлять падающий пучок (в настоящее время — неполяризованные нейтроны) как сверху вниз на исследуемую границу раздела, так и снизу вверх.

Текущая научная программа рефлектометра преимущественно концентрируется на исследованиях границ раздела, содержащих сложные коллоидные растворы, такие как суспензии магнитных частиц (магнитные жидкости), полимерные расплавы, а также смешанные системы с биологическими макромолекулами. Также активно развиваются возможности изучения элек-



Рис. 4. Рефлектометрическое исследование возникновения переходного слоя твердого электролита SEI на электродной пленке, регулирующего диффузию лития, для литий-ионных аккумуляторов с металлическим анодом. Схема эксперимента представлена на вставке справа сверху [48].

трохимических границ раздела с жидкими электролитами [47, 48]. В качестве примера на рис. 4 представлена схема рефлектометрического эксперимента по контролю поверхности анода в процессе работы модели элемента питания. Пучок нейтронов проходит сквозь кремниевую пластину, отражается от анодного слоя, нанесенного на кремниевую пластину, на котором формируется слой SEI. Пространство между анодным слоем и катодной пластиной заполняет жидкий электролит (0.1 М перхлората лития LiClO₄ в пропиленкарбонате). Формирующийся слой SEI в процессе работы аккумулятора меняет профиль ПДР структуры (вставка внизу справа) кремниевая пластина-металлический анодный слой, что отражается на изменении коэффициента отражения от системы (вставка слева). Верхний график соответствует дейтерированному пропиленкарбонату, нижний – протонированному пропиленкарбонату. Эксперимент проводился in situ на специально сконструированной электрохимической ячейке.

Рефлектометр поляризованных нейтронов с вертикальной плоскостью образца РЕФЛЕКС предназначен преимущественно для методических разработок, связанных с использованием поляризованных нейтронов. На нем изучаются и отрабатываются перспективные подходы для

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 1 2022

дальнейшего применения в методах магнитной рефлектометрии. Данной цели рефлектометр служит с 2002 г. после масштабной модернизации его предшественника, рефлектометра РЕФЛЕКС-П [49], который был создан в 1992 г. Он расположен на тангенциальном канале реактора ИБР-2, т.е. пучок формируется потоком нейтронов с торцевой части замедлителя. Кроме этого, в районе шиберного отверстия располагаются технологические системы реактора и комплекса холодных замедлителей. Эти обстоятельства ограничивают возможности для оптимального размещения систем формирования пучка - нейтроноводов, прерывателей, коллиматоров. В результате установка несколько проигрывает двум другим рефлектометрам на реакторе ИБР-2 в величине плотности потока на образце. Из-за этого функциональность установки как рефлектометра с поляризованными нейтронами ограничена из-за отсутствия возможности низкотемпературных измерений. Однако рефлектометр РЕФЛЕКС занимает важную нишу методического инструмента. Все элементы рефлектометра установлены таким образом, что могут быть оперативно использованы для быстрого монтажа требуемой конфигурации той или иной измерительной методики. Данная особенность вместе с возможностью варьировать в больших диапазонах коллимацию пучка и расстояния между узлами делает рефлектометр РЕФЛЕКС крайне эффективной установкой для методических исследований.

В ИЯИ РАН на импульсном источнике медленных нейтронов ИН-06 на основе линейного ускорителя протонов действует рефлектометр с горизонтальным размещением образца ГОРИЗОНТ [50]. На установке реализована вертикальная плоскость рассеяния, т.е. на нем возможны исследования границ раздела с жидкостями. Рефлектометр был запущен в эксплуатацию в 2010 г. в сотрудничестве с НИЦ КИ ПИЯФ. По времени запуска в эксплуатацию это первый в России рефлектометр с вертикальной плоскостью рассеяния. Работа установки в настоящее время осуществляется в ограниченном режиме из-за особенностей работы источника нейтронов.

3. ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ МЕТОДА НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ НА РОССИЙСКИХ НЕЙТРОННЫХ ИСТОЧНИКАХ

Расширение парка нейтронных рефлектометров в России должно произойти в результате ввода в эксплуатацию двух новых источников — реакторов ИР-8 (Москва) и ПИК (Гатчина) в НИЦ КИ.

Стоит отметить, что комбинация расположенных рядом, на одной площадке НИЦ КИ, Курчатовского специализированного источника синхротронного излучения "КИСИ-Курчатов" и реактора ИР-8 с новым парком установок нейтронного рассеяния превратит это место в уникальный в РФ центр, где сосредоточены разные комплиментарные методы исследований конденсированных сред. Реактор ИР-8 относится к источникам со средним потоком нейтронов — средний поток нейтронов в горизонтальных каналах реактора составляет ~ 10^{10} н см⁻² с⁻¹.

Развитие метода НР на реакторе ИР-8 началось в 2011 г., когда была успешно проведена апробация рефлектометрической опции на тепловых нейтронах на дифрактометре МОНД [51]. В ближайшей перспективе ожидается ввод в эксплуатацию ИХН, что является важным событием с точки зрения развития НР на этом источнике. К запуску ИХН уже готова инфраструктура нейтроноводного зала с тремя нейтроноводами. Некоторые установки из тех, что должны быть установлены в нейтроноводном зале, уже изготовлены и доставлены на будущее место монтажа. Одной из таких установок является рефлектометр с поляризованными нейтронами РПН. Установка будет размещена на нейтроноводе № 3. Рефлектометр имеет стандартную для реакторов с непрерывным нейтронным потоком схему с использованием монохроматического пучка нейтронов (рис. 5). Блок монохроматора располагается в

разрыве нейтроновода. Он представляет собой набор из пяти пластинок пиролитического графита PG (002) (d = 3.355 Å) с мозаичностью 40 угловых минут, который формирует пучок с длиной волны 0.52 нм и степенью монохроматизации 1%. Каждую пластинку РС можно юстировать вращением вокруг вертикальной и горизонтальной осей для фокусировки нейтронного пучка на образец. Многоканальный зеркальный блок формирователя пучка позволяет быстро переключаться с неполяризованного пучка на поляризованный [52]. При измерениях на установке могут использоваться электромагнит на 0.2 Тл [53], узел для трехмерного анализа поляризации [38], многоканальный веерный анализатор с масками на входе для анализа поляризации при незеркальном рассеянии [54]. В компоновке рефлектометра пока отсутствует криостат, этот узел может быть установлен в дальнейшем.

Таким образом, на реакторе ИР-8 впервые заработает современный многофункциональный рефлектометр с поляризованными нейтронами, который существенно расширит спектр решаемых задач на этом источнике.

После запуска реактора ПИК в эксплуатацию должен быть введен целый парк разнообразных нейтронных рефлектометров. Некоторые из них находятся сейчас на стадии проектирования, некоторые приводятся в готовность для эксплуатации. В частности, планируется модернизировать переданный из GKSS (Геестхахт, Германия) в ПИЯФ НИЦ КИ после закрытия реактора FRG-1 рефлектометр высокого разрешения NERO [55] с вертикальным положением образца.

Основными исследовательскими задачами, которые планируется решать с помощью данного прибора, являются: изучение структуры (в том числе магнитной) тонких пленок и многослойных систем, исследование границ раздела и распределения неоднородностей внутри пленок вдоль их поверхности, например, распределения наночастиц в пленках.

Основные параметры рефлектометра NERO:

— разрешение в режиме высокого разрешения $\Delta\lambda/\lambda \sim 0.01;$ в режиме среднего разрешения $\Delta\lambda/\lambda \sim 0.04;$

возможность работы с неполяризованным и поляризованным пучками;

 диапазон углов регистрации рассеянных нейтронов: -20°-100°;

– поляризация нейтронного пучка: >98%;

 – анализ поляризации с помощью многоканального веерного анализатора;

 разрешение позиционно-чувствительного детектора не хуже 2 мм по горизонтальной и 5 мм по вертикальной координате.



Рис. 5. Схема рефлектометра РПН. Основные узлы РПН: *1* – узел фокусирующего нейтронного кристалла-монохроматора; *2* – комбинированная (гамма-нейтрон) защита монохроматора и формирователя пучка; *3* – заслонка нейтронного пучка; *4* – монитор падающего нейтронного пучка; *5*, *7*, *10* – управляемые диафрагмы; *6* – узел формирователя нейтронного пучка; *8* – вакуумный тракт с ведущим магнитным полем и оптическим концентратором; *9*, *12* – радиочастотный спин-флиппер; *11* – узел образца с электромагнитом; *13* – базисная платформа детекторного плеча, платформа; *14* – вакуумный тракт с ведущим магнитным полем; *15* – многоканальный веерный анализатор с магнитной системой; *16* – двухкоординатный позиционно-чувствительный детектор; *17* – одиночный ³Не-детектор; *18* – фоновая защита детекторного плеча; *19* – вакуумная система; *20* – ловушка нейтронного пучка.

Новыми инструментами для проведения научных исследований на реакторе ПИК станут рефлектометры SONATA и HARMONY, схемы которых уже определены. Новые инструменты опираются на мировой и отечественный опыт, накопленный в области HP.

Высокопоточный нейтронный рефлектометр SONATA предназначен для исследования тонких и атомарно тонких пленок, слоистых и латерально упорядоченных структур, магнетизма в таких структурах и процессов на границах с быстрой кинетикой, в том числе на границе между твердой и жидкой фазами. Рефлектометр будет оптимизирован для исследования вертикальных образцов с малой площадью поверхности (~1 см²) с помощью измерения зеркального отражения с разрешением 8-15% с одновременным измерением незеркального рассеяния нейтронов и с возможностью реализации метода МУРН-СП. Наряду с классической схемой рефлектометрии поляризованных нейтронов будет осуществлена схема с векторным анализом поляризации. Таким образом, можно получать более детальную и надежную информацию о магнитном состоянии нанослоев, а также развивать элементы инновационной нейтронной спиновой (спин-манипуляционной) оптики [56].

Рефлектометр является конечной станцией на правом ответвлении нейтроновода H3-1, который направлен на ИХН. Основными режимами работы рефлектометра являются времяпролетные измерения с неполяризованным или поляризованным пучками. Также возможны измерения в режимах с монохроматическим, неполяризованным и поляризованным пучками, с одномерным и векторным анализом поляризации рассеянного пучка [38].

Схема рефлектометра представлена на рис. 6. В концепции нейтронного рефлектометра SONATA заложены широкие экспериментальные возможности:

 варьирование в широком диапазоне разрешения по длине волны в режиме времяпролетных измерений с отсечением нежелательных медленных нейтронов чоппером с ограниченной полосой пропускания [57];

 варьирование в широком диапазоне рабочей длины волны и разрешения в режиме измерений с постоянной длиной волны;

 – анализ поляризации в широком диапазоне углов с помощью веерного анализатора;

 измерения с векторным анализом поляризации отраженного пучка;

 быстрое переключение между режимами измерений: геометрия щелевая/точечная; тех-



Рис. 6. Схема рефлектометра SONATA для реактора ПИК. После выходного окна транспортного нейтроновода (НВ) располагаются три коллимационные щели, элементы трехдискового чоппера оригинальной конструкции [57], трансмиссионный фильтр, пучковый комбинатор, два флиппера, монитор, узел образца, веерный анализатор и двухкоординатный ПЧД.

ника времяпролетная/с постоянной длиной волны; режим с неполяризованным/поляризованным пучком.

Для работы с поляризованным пучком предусмотрены суперзеркальный и монохроматический поляризаторы, два флиппера и веерный анализатор. Для увеличения светосилы падающий на образец пучок формируется фокусирующим нейтроноводом. Основные физические параметры рефлектометра SONATA:

— измерения по времени пролета: рабочий спектр от 0.2 до 2.5 нм; варьируемый диапазон λ и разрешение $\Delta\lambda/\lambda$;

– измерения с постоянной длиной волны: рабочие длины волн от 0.2 до 2.5 нм; разрешение $\Delta\lambda/\lambda \sim 3-10\%$;

диапазон переданных импульсов: 0.01–
 10 нм⁻¹ (зеркальное рассеяние), 0.01–0.5 нм⁻¹ (незеркальное рассеяние);

– поляризация пучка >98%.

Нейтронный рефлектометр HARMONY предназначен как для исследования в области физики мягкой материи (в том числе жидкостей, жидких кристаллов, мембран, полимеров, сложных растворов и т.д.), так и для исследования магнитных и немагнитных твердотельных наноструктур. Нейтронный рефлектометр HARMONY – времяпролетный прибор с вертикальной плоскостью рассеяния. Для данного рефлектометра основными направлениями исследования являются: границы разделов воздух/жидкость, жидкость/твердое тело и твердое тело/воздух, динамические системы, диффузное (незеркальное) рассеяние, магнитные тонкие пленки. Для решения поставленных задач предусмотрены режимы работы установки со спектральными интервалами разной ширины, включая узкие линии со степенью монохроматизации $\Delta\lambda/\lambda \sim 0.01-0.03$, как с поляризованными, так и с неполяризованными нейтронами с регистрацией зеркального и диффузно рассеянных пучков.

Проведение исследований измерений на рефлектометре возможно как при отражении от поверхности образца сверху, так и при отражении от поверхности образца снизу.

Характерные разрешаемые размеры по глубине образца составляют 1–100 нм.

Основные параметры рефлектометра НАRMONY:

– рабочий диапазон длин волн 0.2–2 нм;

— диапазон по перпендикулярной компоненте переданного импульса к поверхности образца $Q_z \sim 0.05 - 5 \text{ нм}^{-1};$

 – поляризация нейтронного пучка в поляризационной моде до *P* ~ 96%;

- сечение пучка нейтронов на позиции образца: 0.1 × 10 мм²-4.0 × 100 мм².

Схема нейтронного рефлектометра HARMONY показана на рис. 7.

В схеме рефлектометра будут использованы инновационные элементы, разработанные в ПИЯФ: прерыватель пучка [58], компактный трансмиссионный суперзеркальный нейтронный поляризатор на кремниевых подложках [59], широкоапертурный веерный анализатор поляризации рассеянного на образце пучка с масками на входе [54].

Многие годы ПИЯФ является одним из основных центров производства нейтронно-оптических покрытий. Неотъемлемой частью этой технологии является проведение контрольных измерений производимой продукции и опытных образцов. Как упоминалось выше, ранее этой цели служил рефлектометр HP-4M, многие годы проработавший на реакторе ВВР-М. На новом источнике преемником этого рефлектометра должен стать новый инструмент Тестовый нейтронный рефлектометр (ТНР), основное назначение которого будет заключаться в тестировании нейтронных поляризующих и неполяризующих зеркал для создания нейтроноводов и других нейтронно-оптических устройств как для реактора ПИК, так и для других нейтронных центров в РФ и за рубежом. Прибор создается на основе упоминавшегося рефлектометра НР-4М (разд. 2) и так же, как предшественник, предполагает возможность работы в режимах измерений с "белым",

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 1 2022

НЕЙТРОННАЯ РЕФЛЕКТОМЕТРИЯ В РОССИИ



Рис. 7. Схема нейтронного рефлектометра HARMONY для двух режимов измерения образца: отражение от поверхности образца сверху и отражение от поверхности образца снизу. *А*, *B*, *B'*, *C*, *C'*, *D*, *D'* – отклоняющие суперзеркала; *1* – заслонка пучка, *2* – монитор, *3* – диафрагма, *4* – прерыватель нейтронного пучка, *5* – компактный трансмиссионный суперзеркальный нейтронный поляризатор, *6* – спин-флиппер, *7* – фокусирующий нейтроновод, *8* – суперзеркальный отклонитель пучка, *9* – ловушка прямого пучка, *10* – узел образца, *11* – широкоапертурный веерный анализатор поляризации, рассеянного на образце пучка, *12* – позиционно-чувствительный двухкоординатный детектор.

неполяризованным/поляризованным пучками и с монохроматическим, неполяризованным/поляризованным пучками. Выбор режима измерений определяется решаемой физической задачей. Основные параметры рефлектометра THP:

 спектральный диапазон (в режиме измерений по времени пролета): от 0.09 до 0.5 нм;

– разрешение по длине волны в режиме измерений по времени пролета: Δλ – 0.006 нм;

 – относительное разрешение по длине волны в режиме измерений с постоянной длиной волны ~6%;

– поляризация нейтронного пучка >99%;

– доступный диапазон переданных импульсов
 0.03–3 нм⁻¹.

Таким образом, при реализации всех планов парк рефлектометров на нейтронных источниках в РФ пополнится на четыре инструмента, которые перекроют весь диапазон потребностей потенциальных пользователей по разрешению, интенсивности и технике измерений. Импульсные и стационарные источники будут взаимодополнять друг друга в получении более надежной и разносторонней информации об изучаемом объекте.

4. ОБОРУДОВАНИЕ РЕФЛЕКТОМЕТРОВ

Существенной частью исследований в области конденсированного состояния является создание определенных условий на изучаемом объекте или воздействии на него определенным способом для выявления тех или иных характеристик. Например, магнитные свойства могут проявляться только в определенном интервале температур, газовые свойства окружающей среды могут влиять на структурные особенности полимеров, некоторые материалы подвергаются сильному окислению на воздухе и их изучение предпочтительно проводить в вакууме и т.д. Добиться требуемых условий экспериментов помогает специальное оборудование, которое адаптируют под определенную исследовательскую установку или проектируют установку с учетом размещения специализированного оборудования.

Если говорить о методе НР, то наличие того или иного дополнительного оборудования определяет широту возможностей установки и таким образом способствует ее максимально эффективной эксплуатации. Определенный набор устройств, размещаемых на большинстве рефлектометров во всем мире, превратился в стандартные атрибуты, которые должны обязательно иметься на установке по умолчанию. Прежде всего это устройства, обеспечивающие поляризацию пучка нейтронов и управление ею, а также магнитная система, обеспечивающая магнитное поле на образце требуемой величины и направления. Реализация этих устройств может отличаться от установки к установке, но их наличие в настоящее время стало обязательным. Это легко объясняется значительными возможностями метода РПН для изучения магнетизма наноструктурированных систем, что является одной из областей, где нейтронные методы исследования имеют возможности, недоступные методам, основанным на рассеянии синхротронного излучения.

Необходимо отметить, что подавляющее количество экспериментов по исследованию магнетизма наноструктур методами НР требует низкотемпературных измерений в магнитных полях. Такая возможность на сегодня реализована в России только на рефлектометре РЕМУР, где есть Orange (ILL) криостат, совмещенный с криомагнитом. Этот криостат в значительной мере устарел (эксплуатация в течение 20 лет), требует большого расхода гелия, поэтому представляется необходимым переход на криостаты замкнутого цикла, удобные и экономичные в эксплуатации. Установка подобного оборудования предусматривается на всех действующих и будущих рефлектометрах, на которых планируется изучение магнетизма.

Изучение некоторых особенностей магнитного поведения в наноструктурированных объектах требует создания нестандартной поляризации нейтронов. Наиболее перспективными материалами для следующего поколения устройств наноспинтроники считаются наноструктуры, в которых наблюдаются топологически стабильные спиновые конфигурации, например скирмионы [60-62]. Для того чтобы детектировать такие структуры методами нейтронной рефлектометрии, необходимо реализовать возможность нестандартной поляризации нейтронов, аналогичной циркулярной поляризации рентгеновского излучения, т.е. поляризация нейтронного пучка должна прецессировать в зависимости от времени. Теоретическая основа рефлектометрии с ларморовской прецессией спина нейтрона хорошо разработана [63], но пока не реализована как постоянно действующая опция ни на одном рефлектометре.

Отметим, что методы исследования с использованием ларморовской прецессии спина нейтрона активно развиваются в Российских центрах. В [64, 65] опробован и реализован метод нейтронного спинового эха для малоуглового рассеяния, в котором в качестве прецессионного плеча используется пара резонансных адиабатических спин-флипперов. Другая подобная методика, в которой прецессионное плечо представляет собой пару прямоугольных катушек, в которых магнитное поле нарастает по линейному закону во времени. в настоящее время активно разрабатывается на установке РЕФЛЕКС [66]. Особенностью этих методов является то, что они могут применяться в скользящей геометрии рассеяния и работать по методу времени пролета в широком спектральном интервале, позволяя достигать высоких значений углового разрешения при умеренной интенсивности падающего пучка.

Одной из важных характеристик модулированных магнитных структур является киральность, характеризующая направление поворота магнитных моментов при переходе от одного монослоя к другому. Киральность является новым параметром порядка, позволяющим контролируемым образом изменять свойства наноструктур. При классической схеме реализации поляризационного анализа в нейтронной рефлектометрии, когда нейтроны поляризованы вдоль направления ведущего магнитного поля в плоскости образца, определить киральность невозможно, однако это возможно в случае, когда поляризация нейтронного пучка ориентирована вдоль нормали к поверхности образца. Такая возможность реализована на многих зарубежных рефлектометрах и чрезвычайно желательно иметь такую возможность на отечественных.

Одно из важных современных направлений в области создания новых материалов – модификация свойств наноструктур путем насыщения их водородом или оксидации. Нейтронная рефлектометрия – один из наиболее мощных методов для исследования этих процессов [67–73]. Для эффективного использования необходимо создание специализированных камер для исследования процессов окисления и гидрогенизации наноструктур *in situ*, в том числе при повышенных температурах. Подобная техника вполне может быть развита на российских рефлектометрах, особенно учитывая богатый опыт в *in situ*-рефлектометрии, накопленный на установке ГРЭИНС, о чем шла речь в предыдущей главе.

В современной наноспинтронике ведущим направлением является управление магнитным состоянием наноструктур без использования магнитных полей, в частности пропусканием в них электрических токов. Кроме того, наиболее часто для записи и считывания информации в магнитных наноструктурах используется измерение электросопротивления, которое зависит от магнитной микроструктуры образца. Определение влияния магнитной микроструктуры на электросопротивление – важная задача при прикладных и фундаментальных исследованиях магнитных наноструктур. Такие возможности также должны быть реализованы на отечественных рефлектометрах. Было бы важным иметь возможность одновременного проведения нейтронных и электрических измерений, что позволило бы напрямую связать информацию о микроскопической магнитной структуре образцов и об их электрических свойствах.

Нельзя не упомянуть такое перспективное направление, пока не развитое на отечественных установках, как исследование поверхностной дифракции на атомных плоскостях в геометрии скользящего падения. Такие измерения не только дают возможность исследовать поверхностные слои с регулируемой глубиной проникновения нейтронного пучка, но и позволяют получать информацию о магнитных моментах, ориентированных перпендикулярно поверхности, так как вектор рассеяния лежит в плоскости образца [74, 75]. Это комплементарная к нейтронной рефлектометрии методика, которая может значительно повысить эффективность любой установки. Возможность измерения поверхностной дифракции реализована на ряде зарубежных рефлектометров [76]. В России такие возможности пока отсутствуют. При проектировании новых рефлектометров на реакторе ПИК было бы желательно реализовать такую методику на одном из рефлектометров.

В отличие от рентгеновской рефлектометрии, в которой активно используется резонансное (аномальное) рассеяние рентгеновского излучения вблизи краев поглощения, содержащихся в наноструктуре элементов, в нейтронной рефлектометрии традиционно не используются резонансные эффекты. Это связано с тем, что для большинства изотопов длины рассеяния медленных нейтронов практически не зависят от их энергии. Тем не менее есть изотопы, для которых такие зависимости существенны в данной области энергий, например ¹¹³Cd, ¹⁵⁵Gd, ¹⁵⁷Gd, ¹⁴⁹Sm и другие. Использование резонансного рассеяния медленных нейтронов на ядрах таких изотопов позволит значительно расширить возможности нейтронной рефлектометрии и будет способствовать решению ряда задач, неразрешимых в рамках традиционной нерезонансной нейтронной рефлектометрии. Недавно был предложен метод опорного слоя нейтронной рефлектометрии для определения фазы отраженного пучка [77], предполагающий использование зависимости длины рассеяния гадолиния от энергии [78]. Наиболее эффективно метод можно реализовать, проводя измерения на трех длинах волн не более 0.4 нм.

Расширение возможностей магнитной рефлектометрии рассмотрено в [79]. Рассмотренные там схемы позволят получать более полную информацию о магнетизме слоев. Показано, что полная нейтронная рефлектометрия сводится к измерению в общем случае четырех модулей и трех разностей фаз, трех модулей и двух разностей фаз для компланарных, двух модулей и одной разности фаз – для коллинеарных магнитных систем. Подход с измерением модулей элементов матрицы отражения в двух представлениях решает задачу нахождения разностей фаз (для любого из двух представлений). В случае структур с компланарными полями для полной рефлектометрии достаточно дополнить стандартные измерения отражением нейтронов со спином, неколлинеарным ведушему полю (метод перекрестной интерференции). В случае структур с коллинеарными полями достаточно провести дополнительное измерение с образцом, повернутым вокруг нормали к поверхности (например, на 90°). Для решения задачи прямого восстановления глубинной зависимости величины и направления вектора намагниченности (векторная магнитометрия) следует комбинировать полную нейтронную рефлектометрию с модифицированными методами [77, 78].

Схемы магнитной нейтронной рефлектометрии, комплементарные к стандартной, будут тестированы на рефлектометре SONATA с использованием платформы векторного анализа. Съемки с векторным анализом поляризации также являются прямым методом изучения поляризационных эффектов при отражении и представляют особый интерес для развития нового направления поляризационной нейтронной оптики — нейтронной спиновой оптики [80].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для специалистов в области нейтронного рассеяния, а также для сообщества пользователей нейтронными инструментами в России наступает довольно благоприятный момент, связанный с вводом в эксплуатацию новых источников. Причем этот импульс развития не ограничивается ближайшей перспективой, связанной с реакторами ИР-8 и ПИК. В настоящее время идет активная проработка проектов булуших нейтронных источников: нового импульсного источника ИБР-3 в ОИЯИ (г. Дубна), который разрабатывается как самый интенсивный источник нейтронов в мире, и компактного низкопоточного источника нейтронов "Дарья" (ПИЯФ НИЦ КИ), который будет достаточно простым и дешевым и поэтому доступным для университетов по всей стране. Внедрение компактных источников в структуру крупных образовательных центров упростит подготовку кадров для работы на современных установках. Все это внушает оптимизм в отношении того, что применение структурных методов исследований физики конденсированного состояния будет развиваться и совершенствоваться.

Несмотря на внушительный накопленный опыт создания установок по нейтронному рассеянию в России идет постоянное активное взаимодействие в этой области на международном уровне. Например, модернизация установок на реакторе ИБР-2 идет в кооперации с научными центрами Германии, Польши, Румынии и других стран. Претворение в жизнь намеченных планов существенно увеличит потенциал России в области создания современных и конкурентоспособных установок по нейтронной рефлектометрии.

Исследования в ИФМ УрО РАН им. М.Н. Михеева и Уральском федеральном университете (г. Екатеринбург) выполнены в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема "Спин" № АААА-А18-118020290104-2) при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 20-42-660024 и 19-02-00674).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Zabel H., Theis-Bröhl K., Toperverg B.P. // The Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials. V. 3. Novel Techniques / Eds. Kronmüller H., Parkin S.P.S. New York: Wiley, 2007. P. 1237.
- Fitzsimmons M.R., Schuller I.K. // J. Magn. Magn. Mater. 2014. V. 350. P. 199. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.09.028
- Lauter H.-J., Lauter V., Toperverg B.P. // Polymer Sci. A: Comprehensive Reference 2012. V. 2. P. 411. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53349-4.00033-9
- 4. *Cubitt R., Fragneto G. //* Appl. Phys. A. 2002. V. 74. P. S329.
- https://doi.org/10.1007/s003390201611
- James M., Nelson A., Holt. S.A. et al. // Nucl. Instrum. Methods. A. 2011. V. 632. P. 112. https://doi.org/10.1016/j.nima.2010.12.075
- Campbella R.A., Wacklin H.P., Sutton I. et al. // Eur. Phys. J. Plus 2011. V. 126. P. 107. : https://doi.org/10.1140/epip/i2011-11107-8doi
- Saerbeck Th., Cubitt R., Wildes A. et al. // J. Appl. Cryst. 2018. V. 51. P. 249. https://doi.org/10.1107/S160057671800239X
- Mattauch S., Koutsioubas A., Rücker U. et al. // J. Appl. Cryst. 2018. V. 51. P. 646. https://doi.org/10.1107/S1600576718006994
- 9. Никитенко Ю.В., Сыромятников В.Г. // Рефлектометрия поляризованных нейтронов. 2013. М.: Физматлит, 224 с.
- 10. Syromyatnikov V., Toperverg B., Schebetov A. et al. // Preprint PNPI № 2006. 1994. P. 37.
- Belicka M., Gerelli Yu., Kucerka N. et al. // Soft Matter. 2015. V. 11. P. 6275. https://doi.org/10.1039/C5SM00274E
- Eells R., Barrps M., Scott K.M. et al. // Biointerphases. 2017. V. 12(2) P. 02D408. https://doi.org/10.1116/1.4983155
- 13. *Marchenkova M.A., Dyakova Y.A., Tereschenko E.Y. et al.* // Langmuir. 2015. V. 31. № 45. P. 12426. https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.5b03155
- Ковальчук М.В., Бойкова А.С., Дьякова Ю.А. и др. // Кристаллография. 2017. Т. 62. № 4. С. 650. https://doi.org/10.7868/S0023476117040129
- 15. *Kovalchuk M.V., Boikova A.S., Dyakova Y.A. et al.* // Thin Solid Films. 2019. V. 677. P. 13. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2019.02.051
- 16. *Zabel H.* // Materials Today. 2006. V. 9. № 1–2. P. 42. https://doi.org/10.1016/S1369-7021(05)71337-7
- Ankner J.F., Felcher G.P. // J. Magn. Magn. Mater. 1999. V. 200. P. 741.
- Pleshanov N.K. // Nucl. Instrum. Methods A. 2016. V. 820. P. 146. https://doi.org/10.1016/j.nima.2016.03.017
- Pleshanov N.K. // Nucl. Instrum. Methods A. 2017. V. 866. P. 213. https://doi.org/10.1016/j.nima.2017.06.011

- Mattauch S., Koutsioubas A., Pütter S. // Journal of large-scale research facilities 2015. A8. https://doi.org/10.17815/jlsrf-1-29
- 21. *Bottyán L., Merkel D.G., Nagy B. et al.* // Rev. Sci. Instrum. 2013. V. 84. P. 015112.
- 22. Коптелов Э.А. // www.inr.ru/rus/mmf/sodruj.html.
- Ananiev V.D., Vinogradov A.V., Dolgikh A.V. et al. // Proceedings of the European Research Reactor Conference, Saint-Petersburg, Russia. 2013. 21–25 April. P. 4.
- 24. *Mueller-Buschbaum P.* // Polymer Journal. 2013. V. 45. P. 34.
- Kentzinger E., Rücker U., Toperverg B. et al. // Phys. Rev. B. 2008. V. 77. P. 104435. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.77.104435
- 26. Syromyatnikov V.G., Menelle A., Toperverg B.P. et al. // Physica B. 1999. V. 267–268. P. 190. https://doi.org/10.1016/S0921-4526(99)00016-2
- 27. Syromyatnikov V., Toperverg B., Deriglazov V. et al. // Physica B. 1997. V. 234–236. P. 475. https://doi.org/10.1016/S0921-4526(96)01015-0
- 28. *Steitz R., Dahint R.* // Adv. Eng. Mats. 2011. V. 13. № 8. P. 773.
- https://doi.org/10.1002/adem.201100008
- 29. http://www.reflectometry.net/reflect.htm
- 30. Hughes D.J., Burgy M.T. // Phys. Rev. 1951. V. 81. P. 498. https://doi.org/10.1103/PhysRev.81.498
- 31. *Felcher G.P.* // Phys. Rev. B. 1981. V. 24. P. 1595. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.24.1595
- 32. Felcher G.P., Hilleke R.O., Crawford R.K. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1981. V. 58. P. 4.
- Гукасов А.Г., Дериглазов В.В., Кезерашвили В.Я. и др. // ЖЭТФ. 1979. Т. 77. С. 1720.
- 34. Щебетов А.Ф., Кудряшов В.А., Харченков В.П. и др. // ЖЭТФ. 1978. Т. 74. Вып. 3. С. 862.
- Pusenkov V.M., Pleshanov N.K., Syromyatnikov V.G. et al. // J. Magn. Magn. Mater. 1997. V. 175. P. 237. https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)00247-3
- 36. Pleshanov N.K., Aksenov V.L., Bulkin A.P. et al. // J. Phys.: Conf. Se. 2012. V. 340. P. 012085. https://doi.org/10.1088/1742-6596/340/1/012085
- 37. Syromyatnikov V.G., Pleshanov N.K., Pusenkov V.M. et al. // Preprint PNPI 2005. № 2619. Gatchina. P. 47.
- Плешанов Н.К., Аксельрод Л.А., Забенкин В.Н. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2008. Т. 11. С. 3.
- 39. Aksenov V.L., Jernenkov K.N., Kozhevnikov S.V. et al. // JINR Commun. 2004. D13-2004-47.
- Korneev D.A., Pasyuk V.V., Petrenko A.V. et al. // Springer Proceedings in Physics. 1992. V. 61 Surface X-Ray and Neutron Scattering Eds. Zabel H., Robinson IK. Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, P. 213. https://doi.org/10.1007/978-3-642-77144-6_40
- 41. *Корнеев Д.А.* // Поверхность. Физика, химия, механика. 1989. Т. 2 С. 13.
- 42. Корнеев Д.А., Гапонов С.В., Докукин Е.Б. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1989. Т. 49. Вып. 5. С. 277.
- Korneev D.A., Dokukin E.B., Petrenko A.V. // J. Magn. Magn. Mater. 1990. V. 90–91. P. 637. https://doi.org/10.1016/S0304-8853(10)80231-8

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 1 2022

- 44. Korneev D.A., Chernenko L.P., Petrenko A.V. et al. // Springer Proceedings in Physics. 1992. V. 61 Surface X-Ray and Neutron Scattering Eds.: Zabel H., Robinson IK. Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, P. 209.
- 45. Жакетов В.Д., Петренко А.В., Вдовичев С.Н. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2019. Т. 6. С. 20. https://doi.org/10.1134/S0207352819060155
- 46. Авдеев М.В., Боднарчук В.И., Петренко В.И. и др. // Кристаллография. 2017. Т. 62. № 6. С. 1014. https://doi.org/10.7868/S0023476117060029
- 47. Avdeev M.V., Rulev A.A., Bodnarchuk V.I. et al. // Applied Surface Science. 2017. V. 424. P. 378. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.01.290
- 48. Avdeev M.V., Rulev A.A., Ushakova E.E. et al. // Appl. Surf. Sci. 2019. V. 486. P. 287. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.04.241
- 49. Korneev D.A., Aksenov V.L., Chernenko L.P. // SPIE Proceedings Series, 1992. V. 1738. P. 335.
- 50. Литвин В.С., Трунов В.А., Булкин А.П. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2010. Т. 11. С. 3.
- Рубцов А.Б., Мирон Н.Ф., Соменков В.А. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2011. Т. 2. С. 5.
- 52. *Сыромятников В.Г.* // Патент РФ на изобретение № 2590922. Приоритет изобретения 16.06.2015.
- 53. Гилев А.Г., Ульянов В.А., Калинин С.И. и др. // Научное приборостроение. 2019. Т. 29. № 2. С. 54. https://doi.org/10.18358/np-29-2-i5463
- 54. Syromyatnikov V.G., Ulyanov V.A., Lauter V. et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 2014. V. 528 P. 012021. https://doi.org/10.1088/1742-6596/528/1/012021
- Solina D., Lott D., Tietze U. et al. // Physica B. 2006.
 V. 385–386. P. 1167. https://doi.org/10.1016/j.physb.2006.05.401
- Pleshanov N.K. // Nucl. Instrum. Methods. A. 2017. V. 853. P. 61.
- https://doi.org/10.1016/j.nima.2017.02.018
- Pleshanov N.K. // Nucl. Instrum. Methods. A. 2017. V. 872. P. 139. https://doi.org/10.1016/j.nima.2017.08.019
- Syromyatnikov V.G. // Proc. Int. Conf. Neutron Optics (NOP2017) JPS Conf. Proc. 2018. P. 011005. https://doi.org/10.7566/JPSCP.22.011005
- 59. Syromyatnikov V.G., Pusenkov V.M. // J. Phys.: Conf. Ser. 2017. V. 862. P. 012028. https://doi.org/10.1088/1742-6596/862/1/012028
- Muhlbauer S., Binz B., Jonietz F. et al. // Science. 2009. V. 323. P. 915. https://doi.org/10.1126/science.1166767
- Yu X.-Z., Onoze Y., Kanazawa N. et al. // Nature. 2010. V. 65. P. 901. https://doi.org/10.1038/nature09124

- Seki S., Yu X.Z., Ishiwata S. et al. // Science. 2012.
 V. 336. P. 198. https://doi.org/10.1126/science.1214143
- 63. Плешанов Н.К. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2019. Т. 12. С. 8. https://doi.org/10.1134/S1027451019050112
- 64. *Kraan W.H., Grigoriev S.V., Rekveldt M.Th. et al.* // Nucl. Instrum. Methods. A. 203. V. 510. Issue 3. P. 334. https://doi.org/10.1016/S0168-9002(03)01812-6
- 65. *Rekveldt M.Th., Plomp J., Bouwman W.G. et al.* // Rev. Scientific Instruments. 2005. V. 76. P. 033901.
- 66. Bodnarchuk V., Sadilov V., Manoshin S. et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 2017. V. 862. P. 012003. https://doi.org/10.1088/1742-6596/862/1/012003
- Klose F., Rehm C., Nagengast D. et al. // Phys. Rev. Lett. 1997. V. 78. P. 1150. https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.78.1150
- 68. *Hjörvarsson B., Dura J.A., Isberg P. et al.* // Phys. Rev. Lett. 1997. V. 79. P. 901.
- https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.79.901 69. *Munter A.E., Heuser B.J.* // Phys. Rev. B. 1998. V. 58.
- P. 678. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.55.14035
- 70. Rehm C., Fritzsche H., Maletta H. et al. // Phys. Rev. B. 1999. V. 59. P. 3142. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.59.3142
- Neutron Scattering and Other Nuclear Techniques for Hydrogen in Materials / Eds. Fritzsche H. et al. 2005. Springer International Publishing Switzerland. 413 p.
- Wiesler D.G., Majkrzak C.F. // Physica B. 1994. V. 198. P. 181.
- 73. Clarke S., Wood M.H. // Metals. 2017. V. 7. P. 304. https://doi.org/10.3390/met7080304
- Surface X-Ray and Neutron Scattering / Eds. Zabel H., Robinson K. Springer, 2002. 256 p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-77144-6
- 75. Zeilinger A., Beatty T.J. // Phys. Rev. B. 1983. V. 27. P. 7239. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.27.7239
- 76. Dosch H., Al Usta K., Lied A. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1992. V. 63. P. 5533. https://doi.org/10.1063/1.1143841
- 77. Саламатов Ю.А., Кравцов Е.А. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2016. Т. 11. С. 62. https://doi.org/10.7868/S0207352816110160
- 78. Никова Е.С., Саламатов Ю.А., Кравцов Е.А. и др. // Физика металлов и металловедение. 2019. Т. 120. С. 913. https://doi.org/10.1134/S0015323019090109
- 79. *Pleshanov N.K.* // Physica B. 1999. V. 269. P. 79. https://doi.org/10.1016/S0921-4526(99)00048-4
- Pleshanov N.K. // Neutron Spin Optics: Concepts, Verification and Prospects, in: Advances in Neutron Optics / Eds. Calvo M.L., Alvarez-Estrada R.F. CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton. 2019. P. 205.