

Времяпролётные нейтронные рефлектометры на компактных источниках нейтронов для промышленного применения

Н.А. Григорьева, Е.А. Кравцов, С.В. Григорьев

Рассмотрены три модели времяпролётных нейтронных рефлектометров, работающих на компактных ускорительных источниках нейтронов (КИН). КИН могут строиться на территории промышленных предприятий, а рефлектометры — становиться частью технологического процесса производства промышленных образцов для экологии, водородной энергетики, химической, строительной и электронной промышленности. Изложены научные и технологические основы уже разработанного в России КИН-проекта DARIA с плотностью потока до 10^{12} н с^{-1} см^{-2} , частотой и длительностью импульсов, оптимальными для исследований нейтронными методами. Представлен обзор широкого круга задач, решённых для промышленных применений.

Ключевые слова: компактный ускорительный источник нейтронов, многослойные структуры и тонкие плёнки, нейтронная рефлектометрия для промышленных приложений

PACS numbers: 07.60.Hv, 28.20.Cz, 29.25.Dz

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2026.08.040174>

Содержание

1. Введение (988).
 2. Метод нейтронной рефлектометрии (990).
 - 2.1. Нейтронная рефлектометрия для охраны окружающей среды.
 - 2.2. Нейтронная рефлектометрия для водородной энергетики.
 - 2.3. Нейтронная рефлектометрия для исследования антикоррозионной защиты материалов гражданского и промышленного строительства.
 - 2.4. Нейтронная рефлектометрия для нанoeлектроники и спинтроники
 3. Техника нейтронной рефлектометрии (996).
 - 3.1. Времяпролётный горизонтальный рефлектометр HERMES для компактного источника нейтронов JNP JULIC.
 - 3.2. Времяпролётный рефлектометр для компактного источника нейтронов DARIA
 - 3.3. Времяпролётный рефлектометр для компактного источника нейтронов HBS.
 4. Заключение (999).
- Список литературы (1000).

Н.А. Григорьева^(1,*), Е.А. Кравцов⁽¹⁾, С.В. Григорьев^(2,3)

⁽¹⁾ Институт физики металлов им. М.Н. Михеева
Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской 18, 620137 Екатеринбург,
Российская Федерация

⁽²⁾ Санкт-Петербургский государственный университет,
Университетская набережная 7-9, 199034 Санкт-Петербург,
Российская Федерация

⁽³⁾ Национальный исследовательский центр
"Курчатовский институт" ФГБУ Петербургский институт
ядерной физики им. Б.П. Константинова,
Орлова роща, 188300 Гатчина, Ленинградская обл.,
Российская Федерация

E-mail: (*) n.a.grigorieva@yandex.ru

Статья поступила 14 июля 2026 г.

1. Введение

Открытие эффекта гигантского магнитосопротивления (ГМС) в магнитно-немагнитных многослойных системах $(\text{Fe/Cr})_n$ [1–3] выявило два факта: 1) искусственно созданные наноразмерные многослойные системы обладают необычными и перспективными для применения физическими свойствами, и 2) аттестация самих многослойных систем должна стать частью технологического процесса их производства. Высокое научное значение открытия ГМС в многослойных системах было отмечено Нобелевской премией по физике за 2007 г., нобелевскими лауреатами стали А. Фер (A. Fert) и П. Грюнберг (P. Grünberg). Важность этого открытия для промышленности, подчёркивается растущим многомиллиардным рынком спинтроники. При этом идеальным инструментом для аттестации и исследования таких многослойных систем с эффектом ГМС служит нейтронная рефлектометрия (НР).

Исследование тонких плёнок или многослойных структур методом НР одновременно даёт информацию о пространственном распределении ядерной плотности вещества и о профиле намагниченности вдоль нормали к поверхности (зеркальное отражение) или в плоскости плёнки (незеркальное отражение). Из рефлектометрических экспериментов получают значения толщины слоёв, величину и пространственное распределение намагниченности в каждом слое, динамику изменения в структуре магнитных доменов, корреляцию шероховатости между слоями, флуктуации магнитной структуры вблизи интерфейсов, иными словами — характеристики плёнок, определяющие не только основы фундаментального знания, но и их возможные применения в промышленности. Обзор текущего состояния дел и перспектив

развития в области нейтронной рефлектометрии на действующих и будущих нейтронных источниках Российской Федерации представлен в работе [4], а также в обзоре [5].

Нейтронная рефлектометрия — простой в использовании, прецизионный и неразрушающий метод исследования, что делает его привлекательным и востребованным в высокотехнологичных отраслях промышленности для анализа рабочих материалов в микро- и нанoeлектронике, спинтронике, в мембранных технологиях и фильтрах, для защитных и износостойких покрытий и так далее. Стоимость установки для рефлектометрического анализа невысока в сравнении с другими нейтронными методиками (дифракция, малоугловое рассеяние нейтронов), поэтому такой анализ мог бы стать рутинным в аттестации промышленной продукции. Между тем, производство зондирующего пучка нейтронов в стационарных или импульсных ядерных реакторах весьма дорогостоящее, времязатратное и наукоёмкое дело. Никакая отрасль промышленности или сектор (совокупность отраслей) реальной экономики не в состоянии позволить себе такие расходы. Нужны альтернативные подходы и решения.

В последние 10–15 лет активно разрабатываются и строятся сравнительно дешёвые источники нейтронов малой и средней мощности, работающие на базе импульсных ионных или электронных ускорителей и достигающие интенсивности нейтронного потока от мишени в импульсе до $10^{15} \text{ н} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$, что достаточно для проведения исследований нейтронными методами: SARAF (Soreq Applied Research Accelerator Facility) в Израиле [6, 7], HUNS (Hokkaido University Neutron Source) [8, 9], RIKEN (Accelerator-driven compact Neutron Source) [10–12], CANS AIST (Compact accelerator-based neutron facility at AIST) [13] и KUANS (Kyoto University Accelerator-driven Neutron Source) в Японии [14, 15], LENS (Low Energy Neutron Source) в Индиане (США) [16], HBS (High Brilliance neutron Source) в Германии [17, 18], CPHS (Compact Pulsed Hadron Source) в Китае [19–21], ICONe (French Neutron Source for materials science and industry) во Франции [22].

В России разработаны научные и технологические основы компактного источника тепловых нейтронов проекта DARIA (Dedicated for Academical Research and Industrial Application) на основе линейного протонного ускорителя [23–25]. Пучок протонов ускоряется до энергии 13 МэВ с током 100 мА в импульсном режиме с длительностью импульса 100 мкс и частотой следования импульсов 100 имп с^{-1} . При достижении бериллиевой мишени протоны выбивают нейтроны, которые, проходя через тепловой или криогенный замедлитель, становятся тепловыми (и холодными) и достигают средней плотности потока Φ порядка $10^{12} \text{ н} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$. Спектр нейтронов по длине волны представляет собой суперпозицию трёх максвелловских распределений с максимумом около 4 Å [26]. Такой диапазон длин волн полезен для исследований в нанометровом масштабе и ориентирован на использование методов нейтронного рассеяния в материаловедении, что предполагает строительство установок малоуглового рассеяния, дифракции и рефлектометрии нейтронов.

Исследования в области материаловедения, физики твёрдого тела, химии, биомедицины требуют создания нейтронных дифрактометров, рефлектометров и стан-

ций малоуглового рассеяния нейтронов с позиционно-чувствительными детекторами для регистрации взаимодействующих с веществом нейтронов. Приборное оснащение компактного источника нейтронов DARIA (КИН DARIA) в настоящее время находится на стадии моделирования и проектирования. Предполагается возможность одновременного использования различных последовательностей нейтронных импульсов за счёт использования прерывателей нейтронного пучка (с частотами 40, 80 или 160 Гц) и вариации геометрии замедлителя, специально оптимизированной для разных групп/типов приборов [27, 28]. Моделирование и оптимизация узлов нейтронных установок проводилась методом Монте-Карло в программном пакете McStas [29–31] с заранее заданным разрешением по переданному импульсу $\Delta Q/Q$. Результаты моделирования нейтронных установок и получаемые потоки нейтронов Φ в позиции образца представлены в статьях [32–34].

Нейтронные источники малой и средней мощности на основе импульсных ионных ускорителей обладают рядом очевидных преимуществ:

- как правило, они не требуют лицензирования в ядерной сфере;
- инвестиционные и эксплуатационные расходы ощутимо ниже, чем у сопоставимых установок на базе ядерных реакторов;
- интенсивности потока производимых нейтронов достаточно, чтобы конструировать и создавать на их основе исследовательские установки по аттестации и изучению материалов для химической, обрабатывающей, машиностроительной, электронной, энергетической промышленности;
- низкие требования безопасности позволяют строить и эксплуатировать такие источники непосредственно в промышленных компаниях (машино-, самолето-, станкостроения и т.п.), в медицинских центрах, в университетах;
- они масштабируемы: в зависимости от масштаба исследовательских задач можно переходить от небольших локальных источников до установок с высокой яркостью путём мультипликации узлов и замены мишени;
- они также устойчивы к внешним воздействиям и не требуют специальных природоохранных мероприятий.

Поэтому КИН могут строиться на территории промышленных предприятий и эксплуатироваться в непосредственной близости к производственным линиям металлизации печатных плат, камерам фотолитографии, осаждения и травления и т.д., т.е. становиться частью технологического процесса производства промышленных образцов, применяемых в водородной энергетике, химической, строительной и электронной промышленности, а также при создании природно-охранных объектов.

В следующих разделах будет описан метод нейтронной рефлектометрии, приведены типичные примеры рефлектометрических исследований для индустриальных приложений, рассмотрены характеристики потенциальных исследовательских нейтронных рефлектометров, установленных на импульсных компактных источниках нейтронов, а также дана оценка реализации исследований методом нейтронной рефлектометрии на компактных ускорительных источниках.

2. Метод нейтронной рефлектометрии

Нейтронная рефлектометрия измеряет долю нейтронов, отражённых плоскими поверхностями и границами раздела, в зависимости от переданного импульса $Q = (4\pi/\lambda) \sin \theta$. Величина Q выражается в единицах обратной длины, λ — длина волны нейтрона, а θ — угол скольжения, т.е. угол между падающим нейтронным пучком и поверхностью [35]. Данные по отражательной способности R представляются в виде рефлектограммы (например, рис. 1 для отражения от немагнитных образцов и рис. 3 для магнитных образцов). Отражение пучка когерентных нейтронов от каждого из интерфейсов в многослойных образцах создаёт картину конструктивной и деструктивной интерференции на детекторе. Таким образом, расстояние между осцилляциями Киссига на рефлектограммах соответствует толщине слоя в образце, амплитуда осцилляций определяется шероховатостью, плотностью и изотопным составом слоя. Состав также можно определить по величине критического угла α_C , ниже которого происходит полное внешнее отражение нейтронного пучка:

$$\alpha_C = \lambda \sqrt{\frac{N_i b_i}{\pi}} \quad \text{— для немагнитных образцов,} \quad (1)$$

$$\alpha_C^\pm = \lambda \sqrt{\frac{N_i (b_i \pm p_m)}{\pi}} \quad \text{— для магнитных образцов,} \quad (2)$$

где N_i — атомная плотность, а b_i — длина когерентного ядерного рассеяния нейтронов изотопом i , p_m — длина когерентного магнитного рассеяния нейтронов изотопом i , $N_i b_i$ — плотность длины когерентного рассеяния немагнитным образцом, $N_i (b_i \pm p_m)$ — плотность длины когерентного рассеяния магнитным образцом. Из анализа рефлектометрических кривых получают профили плотности длины ядерного ρ_n или суммы ядерного и магнитного $\rho_{n,m}$ рассеяния нейтронов вглубь плёнки (вдоль Z):

$$\rho_n(Z) = \sum N_i(Z) b_i, \quad (3)$$

$$\rho_{n,m}^\pm(Z) = \sum N_i(Z) (b_i \pm p_m) = \sum N_i(Z) b_i \pm \sum N_i(Z) p_m = \rho_n(Z) \pm \rho_m(Z), \quad (4)$$

т.е. определяют магнитный профиль и структурный состав плёнки через скрытые интерфейсы вплоть до подложки.

Для определения магнитных свойств исследуемых плёнок нейтронный пучок необходимо поляризовать. Знаки (+) и (–) для магнитных образцов в уравнении (4) соответствуют параллельной (поляризация $+P$) и антипараллельной (поляризация $-P$) ориентации спина нейтрона по отношению к направлению внешнего магнитного поля, приложенного к образцу. Сравнивая профили плотности длины рассеяния нейтронов с ориентациями спина параллельно $\rho_{n,m}^+(Z) = \rho_n(Z) + \rho_m(Z)$ и антипараллельно внешнему полю $\rho_{n,m}^-(Z) = \rho_n(Z) - \rho_m(Z)$, можно получить значение намагниченности в каждом слое образца [30]:

$$M = \left(\frac{m_n \mu_n}{2\pi \hbar^2} \right)^{-1} \frac{\rho_m(Z)}{4\pi}.$$

Также, для разделения ядерного и магнитного рассеяния данные можно представить в виде отношения спиновой асимметрии (SA): $SA = (R^+(+P, Q) - R^-(-P, Q)) / (R^+(+P, Q) + R^-(-P, Q))$. Значение $SA = 0$ указывает на отсутствие магнитного момента в образце.

2.1. Нейтронная рефлектометрия для охраны окружающей среды

Нейтронная рефлектометрия активно используется в решении задач обнаружения водорода в тонких плёнках. Приведём пример исследования рисков накопления водорода в материалах, используемых в критических условиях (высокая радиация, высокие температуры и т.п.)

Для утилизации отработанных пучков ТВЭЛов (ПТ) используют контейнеры (КПТ) из углеродистой стали, покрытые слоем меди толщиной 3 мм [36]. КПТ помещают в буферные боксы из бентонитовой глины и захоранивают в породе с подходящими химическими и геологическими характеристиками. Один из ключевых моментов такой технологии захоронения — адсорбция водорода стенками контейнера, которая может приводить к ухудшению пластичности и ползучести меди, её коррозионному растрескиванию, водородному охрупчиванию, образованию водородных пузырей и, как результат, отслоению медного покрытия. Влияние абсорбции водорода в слое меди изучали методом нейтронной рефлектометрии [37] на времяпролётном нейтронном рефлектометре ROG с горизонтальной геометрией рассеяния неполяризованных нейтронов [38] в Реакторном институте Дельфтского технического университета, Нидерланды. Разрешение рефлектометра по длине волны $\Delta\lambda/\lambda \approx 2,5\%$, спектральный диапазон $1,3 \text{ \AA} < \lambda < 13 \text{ \AA}$, диапазон переданных импульсов $0,014 \text{ \AA}^{-1} < Q < 0,12 \text{ \AA}^{-1}$. В качестве образца использовали двуслойную систему — слой меди (50 нм) и слой титана (4 нм) на кремниевой подложке (рис. 1). Образец изготовлен методом электроно-лучевого осаждения.

Стандартная трёхэлектродная электрохимическая ячейка использовалась для создания условий эксперимента максимально приближенных к реальным усло-

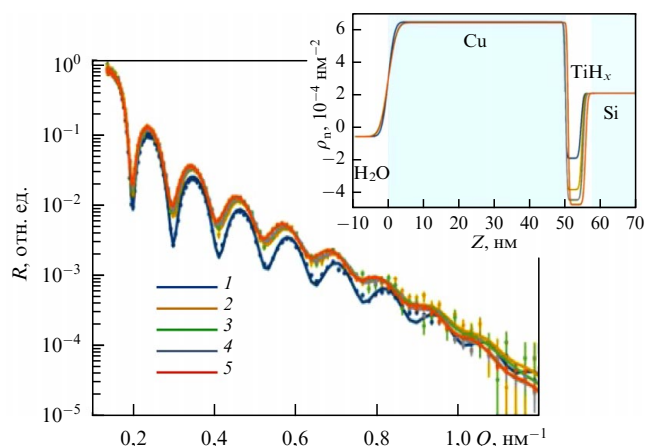


Рис. 1. Усреднённые рефлектометрические кривые от тонких плёнок медь/титан на кремниевой подложке при разности потенциалов 1 – 444 мВ, 2 – 1000 мВ, 3 – 1100 мВ, 4 – 1200 мВ и 5 – 1300 мВ. Точки — эксперимент, непрерывные линии — модельные кривые. На вставке профили плотности длины ядерного рассеяния ρ_n , соответствующие подобранной модели [37].

виям захоронения КПТ. Слой меди использовался как рабочий электрод. Между рабочим электродом и электродом сравнения Ag/AgCl прикладывалась разность потенциалов, которая менялась в эксперименте от -444 мВ до -1300 мВ, что влияло на скорость протекания реакции электрохимического восстановления и увеличивало диффузию водорода в образец. Измерения рефлектометрической кривой проводились до и каждый час после добавления электролита NaCl, барботированного аргоном. Усреднённые рефлектометрические кривые, полученные после 7 часов измерений при разных потенциалах, аппроксимация модельной кривой и соответствующие профили длины рассеяния показаны на рис. 1.

Поскольку когерентная плотность длины рассеяния ρ_n водорода отрицательна ($b_H = -3,74 \times 10^{-4}$ нм⁻²), нейтронная рефлектометрия особенно чувствительна к присутствию водорода в слое, так как это приводит к заметному изменению ρ_n [39]. Наиболее значительное изменение ρ_n наблюдается для титанового слоя (вставка к рис. 4), что указывает на гидрирование титана. При росте разницы потенциалов от -444 до -1000 мВ концентрация водорода в титановом слое быстро растёт до соотношения с титаном 1:1 (TiH). Последующий рост разницы потенциалов до -1100 , -1200 и -1300 мВ приводит к дополнительному росту концентрации водорода до составов TiH_{1,3}, TiH_{1,4} и TiH_{1,5}, соответственно. Как только концентрация водорода в титановом слое достигает насыщения, диффузия водорода через медную плёнку прекращается. Таким образом, *in-situ* эксперименты по нейтронной рефлектометрии не выявили увеличения содержания водорода в медном слое тонкой медно-титановой плёнки после 55 часов реакции электрохимического восстановления при потенциалах от -444 мВ до -1300 мВ. Этот результат подтверждает, что абсорбция водорода не приводит к разрушению медного барьера в предлагаемой конструкции контейнера для утилизации отработанных пучков ТВЭЛов.

Предложенную выше методологию определения эксплуатационных характеристик металлгидридов методом нейтронной рефлектометрии можно использовать для исследования плотных металлических мембран на основе Nb, Zr, V, Ta, Ti, Hf, Pd и их двойных и тройных сплавов для очистки и разделения газообразного водорода [40–45]. Повышение степени очистки водорода влияет на производительность электромобилей и сокращение выбросов от продуктов сгорания.

Другой пример — исследование динамики диссоциативной адсорбции и ассоциативной десорбции молекул водорода в тонких плёнках трёхвалентных редкоземельных металлов для созданию переключаемых зеркал, или умных окон, работающих на изменении коэффициента пропускания оптического спектра в видимой области. Дигидриды редкоземельных металлов (YH₂, LaH₂) обладают свойствами металлических зеркал, тогда как тригидриды (YH₃, LaH₃) являются прозрачными полупроводниками [46–48]. За последние 25 лет в качестве материала активного слоя-плёнки в переключаемых зеркалах изучены сплавы магния с переходными (Ni, Co, Mn, Fe, Ti) [49–51] или щелочноземельными металлами (Ca, Ba и Sr) [52–54] и соединения магния с оксидами переходных металлов (TiO₂, Nb₂O₅) [55, 56]. Кроме газофазного способа гидрирования, стало возможно электрофазное гидрирование, т.е. с помощью транспорта ионов водорода из

жидкостного [57] или твердофазного электролита [58, 59]. При этом стекла покрываются не одним слоем активной плёнки, а несколькими слоями: стекло/Mg₄Ni/Ti/Pd/политетрафторэтилен [60, 61], стекло/Mg₄Y₆/Pd, стекло/Mg₄Y₆/Ta/Pd [62, 63], Mg₄Ni/Pd/Ta₂O₅/HxWO₃/ITO/стекло [64], Mg₄Ni/Pd/Al/Ta₂O₅/HxWO₃/ITO/стекло [65, 66]. Очевидно, что метод нейтронной рефлектометрии оказывается наиболее информативным при решении задачи доведения переключаемых зеркал до уровня их практической реализации и коммерциализации в качестве "умных" (энергосберегающих) окон.

2.2. Нейтронная рефлектометрия для водородной энергетики

Наиболее активно нейтронными методами, в том числе рефлектометрией нейтронов, исследуются электроды литий-ионных аккумуляторов, топливные элементы и материалы для хранения водорода [67–87]. В статье [79] изучалось каталитическое действие атомов Fe и Cr на поглощение водорода и дейтерия в тонких плёнках магния. MgH₂ — материал для водородной энергетики с высокой плотностью хранения водорода порядка 7,6 мас.% и относительно низкой стоимостью. Однако температуры, необходимые для улучшения кинетики адсорбции и десорбции водорода, слишком высоки для большинства практических применений. Исследования [79] показали, что уменьшение размера зерна и сплав Mg с 3d металлами (или их композитами MgFeTi, MgFeV, MgCrTi и оксидами [88–91]) увеличивают кинетику сорбции при комнатной температуре и давлении 8 мбар.

Для экспериментов нейтронной рефлектометрии [79] на пластину Si наносился буферный слой Ta толщиной 10 нм, затем слой сплава Mg_{0,8}Fe_{0,1}Cr_{0,1} толщиной 50 нм и двойной слой катализатора (5 нм FeCr/5 нм Pd). Измерения проводились на рефлектометре D3 нейтронного исследовательского реактора NRU (Chalk River, Canada) с пиковым потоком тепловых нейтронов 3×10^{14} н·(с⁻¹·см⁻²). Разрешение рефлектометра по длине волны $\Delta\lambda/\lambda \approx 10\%$, $\lambda = 2,37$ Å, диапазон переданных импульсов $0,014 \text{ Å}^{-1} < Q < 0,12 \text{ Å}^{-1}$. В экспериментах использовался дейтерий из-за его большой длины когерентного рассеяния ($b_D = 6,671$ фм). Адсорбция (или десорбция) дейтерия в плёнке Mg_{0,8}Fe_{0,1}Cr_{0,1} приводит к резкому увеличению (или уменьшению) поверхностного рассеяния поглощающего слоя и к изменению показателя преломления, т.е. к изменению вида рефлектометрической кривой (рис. 2).

Профиль плотности длины ядерного рассеяния нейтронов многослойной системы Pd(50 Å)/FeCr(50 Å)/Mg_{0,8}Fe_{0,1}Cr_{0,1}(550 Å)/Ta(100 Å)/Si-substrate для начального времени дейтерирования $t = 20$ минут (вставка к рис. 2а) состоит из: $\rho_{Pd} \approx 4,1 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$, $\rho_{FeCr} \approx 5,9 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$, $\rho_{Mg_{0,8}Fe_{0,1}Cr_{0,1}} \approx 3,1 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$, $\rho_{Ta} \approx 4,2 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$, $\rho_{Si} \approx 1,9 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$. Плотность длины ядерного рассеяния для Ta оказалась выше теоретического значения ($\rho_{Ta} \approx 3,83 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$), что указывает на изначальное окисление тантала. Однако в процессе дейтерирования происходит восстановление танталового слоя. Дальнейшее дейтерирование образца приводит к увеличению $\rho_{Mg_{0,8}Fe_{0,1}Cr_{0,1}}$ от $2,7 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$ ($t = 0$ мин) до $6,5 \times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$ ($t = 222$ мин) с более высокой концентрацией дейтерия возле слоя катализатора FeCr. Из значений плотности длины ядерного рассеяния нейтронов

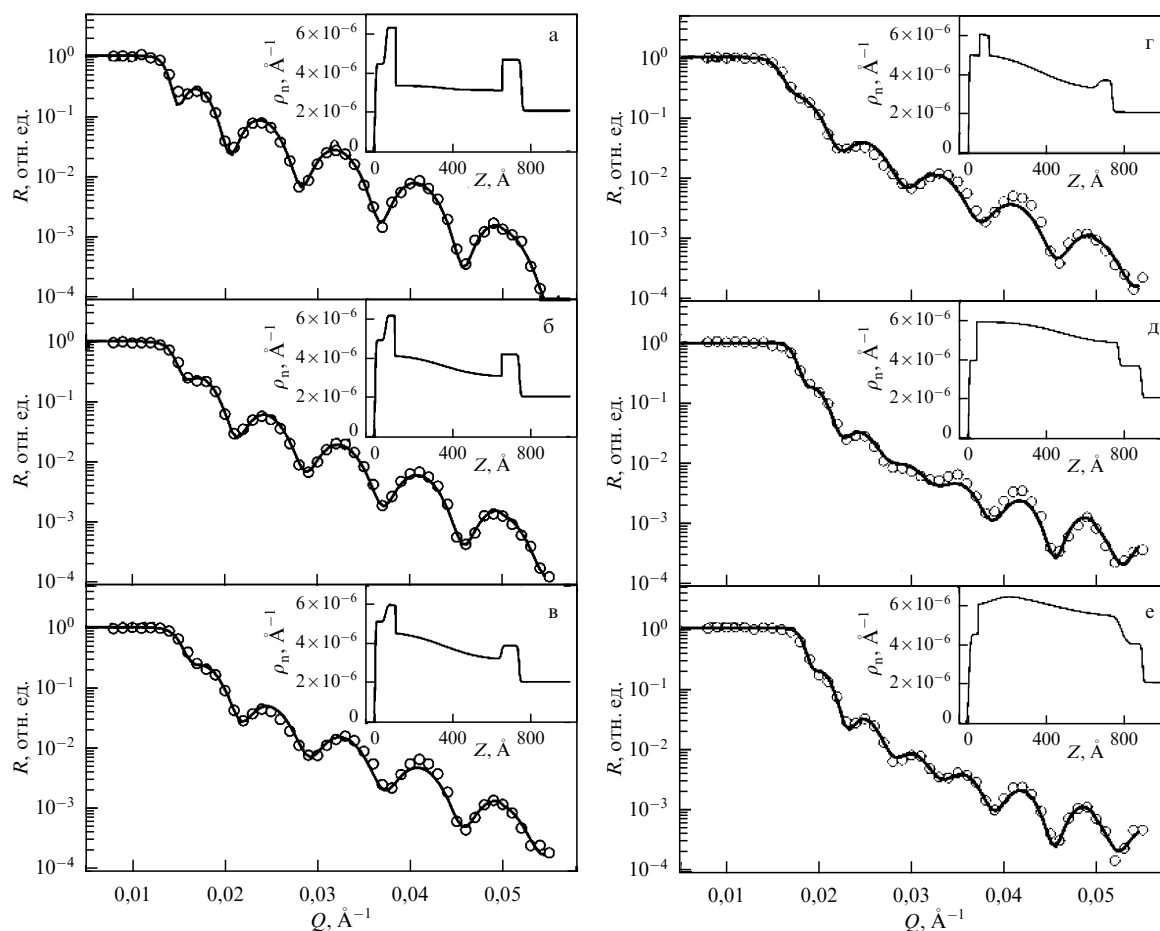


Рис. 2. Кривые нейтронного отражения (кружки) для плёнки $\text{Mg}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Cr}_{0.1}$ (55 нм), покрытой бислоем FeCr/Pd (10 нм), при давлении дейтерия 8 мбар с временами дейтерирования: (а) 20 мин, (б) 57 мин, (в) 84 мин, (г) 110 мин, (д) 170 мин и (е) 222 мин. Соответствующие профили плотности длины ядерного рассеяния нейтронов (ρ_n) многослойной системы $\text{Pd}(50 \text{ \AA})/\text{FeCr}(50 \text{ \AA})/\text{Mg}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Cr}_{0.1}(550 \text{ \AA})/\text{Ta}(100 \text{ \AA})/\text{Si}$ -substrate показаны на вставках [79].

рассчитывается концентрация дейтерия C_D в металле используя выражение [92]:

$$C_D = \left(\frac{\rho_{f+D}}{\rho_f} \frac{d_{f+D}}{d_f} - 1 \right) \frac{b_f}{b_D},$$

где ρ_f и ρ_{f+D} — плотность длины ядерного рассеяния плёнки без и с адсорбированным дейтерием, d_f и d_{f+D} — толщина плёнки без и с адсорбированным дейтерием, b_f — длина когерентного ядерного рассеяния плёнки и b_D — длина когерентного ядерного рассеяния дейтерия. Авторы в [78] показали, что в слое $\text{Mg}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Cr}_{0.1}$ концентрация дейтерия линейно растёт вплоть до соотношения дейтерия к металлу (D/M) равному 0,45, при этом толщина слоя не меняется. Скорость адсорбции дейтерия существенно увеличивается в диапазоне $0,45 < D/M < 1,2$, где толщина слоя $\text{Mg}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Cr}_{0.1}$ начинает увеличиваться, т.е. начинает образовываться фаза MgD_2 . Таким образом, данные нейтронной рефлектометрии показывают, что каталитический эффект сплава $\text{Fe}-\text{Cr}$, основанный на предотвращении образования блокирующего слоя MgD_2 на поверхности плёнки на ранних стадиях процесса поглощения дейтерия, оказывает воздействие, что приводит к быстрой кинетике поглощения водорода.

Кинетика гидрирования плёнки Mg и количество поглощённого водорода в зависимости от легирования,

а также определение профиля концентрации водорода в направлении, перпендикулярном поверхности плёнки и изменение структуры самой плёнки изучались в работах [80–85]. Например, в работе [80] изменение кинетики поглощения после первоначального воздействия водорода объясняется образованием пористой структуры плёнки Mg в процессе десорбции. В работах [81–83] взаимодополняющими методами нейтронной рефлектометрии и оптического пропускания изучалось увеличение кинетики дейтерирования плёнки Mg , зажатой между двумя слоями титана и покрытой палладием, при фазовом переходе из $\alpha\text{-MgD}_x$ в $\beta\text{-MgD}_{2-x}$. Показано, что переход регулируется механизмом зародышеобразования и ростом структурных доменов до миллиметровых размеров за счёт повышенной растворимости дейтерия в $\alpha\text{-MgD}_x$ и $\beta\text{-MgD}_{2-x}$ во время фазового превращения в сравнении с объёмным магнием.

В статьях [86, 87] с использованием метода нейтронной рефлектометрии исследуются проблемы деградации анода в литий-ионных аккумуляторах. В процессе работы батареи, продукты восстановления электролита образуют на поверхности анода межфазные слои — твёрдый электролит. На начальной стадии работы батареи тонкий межфазный слой выполняет защитную функцию и предотвращает анод от деградации. Однако впоследствии, его продолжающийся рост приводит к снижению

ёмкости, снижению скорости перезарядки и сокращению срока службы аккумулятора. В работе [88] с помощью нейтронной рефлектометрии получены химический состав и толщина межфазного слоя в зависимости от циклов перезарядки и напряжения на аноде. В частности установлено, что на аноде образуется двухслойная структура на границе с электролитом — внутренний слой, плотный и тонкий с меньшей плотностью длины ядерного рассеяния нейтрона ρ_n (композит из Li, LiOH и Li₂O) и внешний слой, пористый и толстый с высокой ρ_n (композит из этилендикарбоната, этиленкарбоната и карбоната лития). При этом рост толщины межфазного двойного слоя имеет тенденцию к замедлению с увеличением циклов перезарядки. Таким образом, нейтронная рефлектометрия даёт всеобъемлющий количественный анализ механизмов образования и эволюции межфазного слоя на аноде в зависимости от электрического потенциала, состава электролита и добавок, состава анода и продолжительности циклирования.

2.3. Нейтронная рефлектометрия для исследования антикоррозионной защиты материалов гражданского и промышленного строительства

Коррозия — химическая реакция металла с электроотрицательными элементами в окружающей среде с образованием оксида, гидроксида, хлорида, гидрида и т.д. Продукты коррозии могут откладываться как на поверхности, так и внутри материала. Коррозионные плёнки на поверхности металла могут достигать нескольких нанометров и затем резко снижать скорость коррозии, т.е. выполнять защитную функцию. Такие плёнки называют пассивирующими. С помощью нейтронной рефлектометрии можно проводить *in-situ* эксперименты, подвергая материалы исследования электрохимической коррозии прямо под нейтронным пучком в химически контролируемой среде. Это выгодно отличает рефлектометрию от других методов постанализа — сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, атомно-зондовая томография, оже-электронная спектроскопия, инфракрасная и рамановская спектроскопия, вторичная масс-спектрометрия.

Углеродистая сталь является широко используемым конструкционным материалом в архитектуре и инженерии. Для получения долговечной в эксплуатации нержавеющей стали в углеродную сталь добавляется хром от 12 до 20 %. Состав, структура и рост пассивирующих плёнок на сплавах Fe—Cr сильно зависят от внешних условий, которым подвергаются сплавы. Растворение металла и рост пассивирующей плёнки в сплаве Fe—20Cr в щелочной среде исследовались с помощью *in-situ* нейтронной рефлектометрии поляризованных нейтронов в работе [93], где показано, что пассивирующая плёнка состоит из двух слоёв: внутренний оксидный (композит Cr₂O₃ и/или FeCr₂O₄) и внешний гидроксидный Cr(OH)₃, причём внешний слой имеет поры, заполненные водой. Были количественно оценены толщина и шероховатость поверхности отдельных слоёв пассивирующей плёнки, а также эффективность образования оксида и плотность слоя при различных приложенных потенциалах.

В судостроении или на морских сооружениях используются крупногабаритные детали из углеродистой стали. На такие объекты невозможно нанести антикорро-

зионные покрытия методом электролитического осаждения или путём реакции контактного обмена при погружении в раствор (иммерсионный метод). Поэтому широко используется технология поверхностной обработки, например, поверхностное фосфатирование диалкилдитиофосфатом цинка или бис(2-этилгексил)фосфатом (C₁₆H₃₅O₄P), которые активируются трибологически (т.е. путём нанесения кисточкой), образуя на поверхности самоорганизующуюся плёнку фосфатного стекла. Фосфатное стекло останавливает коррозию в водных условиях и повышает износостойкость механических деталей. В работе [94] методом рефлектометрии поляризованных нейтронов исследовалось взаимодействие C₁₆H₃₅O₄P со сталью на границе раздела алифатический растворитель — сталь. На поверхность конструкционной стали марки S355 наносился раствор бис(2-этилгексил)фосфата в додекане-d₂₆. Рефлектометрические кривые были получены под тремя углами падения нейтронов на плёнку 0,25°, 1,00° и 2,3° в диапазоне переданных импульсов Q до 0,2 Å⁻¹. Диапазон длин волн от 2 до 15 Å. Благодаря высокой чувствительности к адсорбции протонированных частиц из дейтерированных растворителей, нейтронная рефлектометрия убедительно показала, что на поверхности стали адсорбируется только слой фосфата железа (FePO₄), а органическая часть молекулы C₁₆H₃₅O₄P полностью отсутствует. Таким образом, гипотеза об отрыве фосфатной головной группы от молекул C₁₆H₃₅O₄P и образовании шероховатого твёрдого слоя фосфата железа на поверхности стали подтвердилась. То есть трибологическое фосфатирование раствором C₁₆H₃₅O₄P обеспечивает высокий уровень коррозионной защиты крупногабаритных стальных деталей эксплуатируемых в морских условиях.

2.4. Нейтронная рефлектометрия для нанoeлектроники и спинтроники

В нанoeлектронных и спинтронных устройствах используется широкий спектр магнитных материалов: ферромагнетики, антиферромагнетики, неколлинеарные антиферромагнетики, синтетические антиферромагнетики, ферримагнетики и мультиферроидные системы, гелимагнетики. Исследования локального поведения вектора намагниченности и спиновых текстур на интерфейсах [95, 96], доменных стенок [97], скирмионов [98, 99] и магнонов [100], магнитных туннельных переходов [101] — столь важных для приложений в технологиях памяти, спинтронных наногенераторах, нейроморфных вычислениях и т.д., проводятся методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Изучение многослойных наноматериалов с эффектом гигантского магнитосопротивления, спин-клапанных, спин-туннельных и спин-инжекционных наноструктур связано с расширением их практических приложений в составе различных устройств магнитоэлектроники и спинтроники из-за изменения их функциональных характеристик, которые определяются вариациями композиции многослойной наноструктуры, толщинами и магнитными свойствами отдельных слоёв, способами напыления. Например, распределение намагниченности в многослойной структуре [⁵⁷Fe/Cr] × 12, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке Al₂O₃, с антиферромагнитным межслоевым взаимодействием и с магнитной доменной структурой в плоскости исследовалось в работе [102]. Эксперименты проводи-

лись в научно-исследовательском центре США — Ок-риджская Национальная лаборатория (Oak Ridge National Laboratory's Spallation Neutron Source). Кривые зеркального отражения измерялись с помощью поляризованных нейтронов (поляризация $P_0 = 0,97$) в диапазоне длин волн от $2 \text{ \AA}$ до $4,75 \text{ \AA}$ при 5 углах падения для получения диапазона переданных импульсов Q_z от $0,008 \text{ \AA}^{-1}$ до $0,3 \text{ \AA}^{-1}$. Было показано, что сверхрешётки Fe/Cr обладают столбчатой доменной магнитной структурой с тремя вариантами магнитного упорядочения в отдельных магнитных доменах при $H = 0$: антиферромагнитное, скошенное и скошенно-подвёрнутое состояние. При увеличении магнитного поля, в скошенно-подвёрнутом состоянии происходит неоднородное изменение направлений магнитных моментов Fe от слоя к слою и, как следствие, неоднородное намагничивание сверхрешётки как по поверхности, так и во внутренних ферромагнитных слоях сверхрешётки. Разворот магнитных моментов отдельных слоёв и их прохождение через оси лёгкого и трудного намагничивания при изменении внешнего магнитного поля происходит не синхронно, а индивидуально для каждого магнитного слоя. Это проявляется на кривой намагничивания в виде немонотонных изгибов в отдельных интервалах изменения магнитного поля. Любое изменение магнитного упорядочения в сверхрешётках с гигантским магнитосопротивлением также сопровождается изменением сопротивления.

Локальное распределение намагниченности и межслойное обменное взаимодействие в сверхрешётке Fe/Cr в зависимости от типа и ориентации подложки, буферного слоя и толщины слоёв Cr и Fe исследовались методом рефлектометрии поляризованных нейтронов в ряде других работ [103–107].

Для создания новых типов энергонезависимой памяти (MRAM), транзисторов и логических устройств используют спиновые инжекторы и эффективные магнитные сенсоры на основе гетероструктур ферромагнетик/полупроводник с ловушками для дырок и квантовыми ямами, содержащими спин-поляризованные локализованные электроны. К таким материалам относятся гранулированные плёнки (ГП) наночастиц кобальта в диэлектрической матрице оксида кремния $\text{SiO}_2(x \text{ ат. \% Co})$ осаждённые на полупроводниковую подложку (n-ПП) с n-проводимостью. ГП/n-ПП проявляют необычные магнитные и магнитотранспортные свойства, которые сильно зависят от состава гранулированной плёнки и материала подложки [108]. Например, коэффициент инжекционного магнитосопротивления при инжекции 3d электронов Co из гранулированной плёнки в полупроводниковую подложку n-GaAs в приложенном магнитном поле достигает гигантского значения $10^5 \%$ при комнатной температуре, а при инжекции 3d электронов в полупроводниковую подложку n-Si оказывается пренебрежимо малым, порядка 4 %. Коэффициент инжекционного магнитосопротивления зависит от концентрации наночастиц Co в матрице SiO_2 и от температуры, максимально проявляясь при концентрации 60–70 ат. % и $T = 300 \text{ K}$, что, при технической простоте напыления и малой энергозатратности, делает гранулированные плёнки привлекательными для различных приложений, использующих магниторезистивный эффект.

В [108] авторы предположили, что гигантский коэффициент инжекционного магнитосопротивления в $\text{SiO}_2(x \text{ ат. \% Co})$ на подложке GaAs связан со спин-за-

висимым потенциальным барьером, сформированным в тонком слое полупроводника вблизи интерфейса за счёт аккумуляции s- и p-электронов. При включении тока от плёнки к подложке, инжектированные в подложку d-электроны Co за счёт ударной ионизации производят дырки в полупроводнике, которые накапливаются в области спин-зависимого потенциального барьера, эффективно уменьшая его высоту. Уменьшение высоты барьера увеличивает электронный ток, протекающий через него, и приводит к усилению лавинного эффекта. Благодаря образовавшейся положительной обратной связи небольшие изменения высоты барьера приводят к большим изменениям тока. Если в плоскости плёнки приложить магнитное поле, это приведёт к увеличению высоты спин-зависимого потенциального барьера и уменьшению его прозрачности. В результате, небольшое уменьшение обратной связи подавляет начало ударной ионизации и приводит к возникновению инжекционного магнитосопротивления. Таким образом, спин-зависимый потенциальный барьер формируется обменным взаимодействием между s- и p-электронами в слое накопления электронов в полупроводнике вблизи интерфейса и d-электронами Co в гранулированной плёнке. Подтверждение предположения авторов [108] и определение причины различия величины коэффициента инжекционного магнитосопротивления для ГП, осаждённых на подложках n-GaAs и n-Si, получены методом рефлектометрии поляризованных нейтронов с привлечением взаимодополняющих методик в работах [109–111]. Экспериментально показано (рис. 3), что гетероструктуры $\text{SiO}_2(\text{Co})/\text{n-GaAs}$ и $\text{SiO}_2(\text{Co})/\text{n-Si}$ имеют различную морфологию на границе раздела гранулированная плёнка/подложка. На границе ГП/n-Si происходит межслоевая диффузия атомов Si в гранулы Co, приводящая к образованию интерфейса переменного бинарного состава силицидов кобальта и, как следствие, к металлическому типу проводимости, определяемой движением d-электронов по цепочкам "ферромагнитная гранула (Co)–металл (Co–Si)–полупроводник (Si)", а не инжекцией через спин-зависимый потенциальный барьер.

Поэтому коэффициент инжекционного магнитосопротивления в ГП/n-Si оказывается пренебрежимо малым, порядка 4 %. В гетероструктуре ГП/n-GaAs межслоевой диффузии не наблюдается, но на интерфейсе вблизи GaAs, как и предсказано в [108], обнаружен тонкий слой насыщенный s- и p-электронами, образующий спин-зависимый потенциальный барьер. Возможность инжекции d-электронов через потенциальный барьер управляется величиной приложенного магнитного поля, способного поляризовать s- и p-электроны на интерфейсе, и при $H = 2,3 \text{ Тл}$ возникает эффект гигантского магнитосопротивления с коэффициентом $10^5 \%$ при комнатной температуре.

Для разработки спинтронных устройств на основе магнонов используют эпитаксиальные плёнки редкоземельных гранатов [112–116]. В работе [112] методом рефлектометрии поляризованных нейтронов были определены температура магнитной компенсации плёнок $\text{Ho}_3\text{Fe}_3\text{O}_{12}$ с перпендикулярной магнитной анизотропией на подложках $\text{Y}_3(\text{Sc}_2\text{Ga}_3)\text{O}_{12}$, толщина мёртвого магнитного слоя на интерфейсе и пороговая плотность тока для переключения спин-орбитального момента в малых вспомогательных полях (до 10 Э). Эти результаты показывают, что материалы с использованием ком-

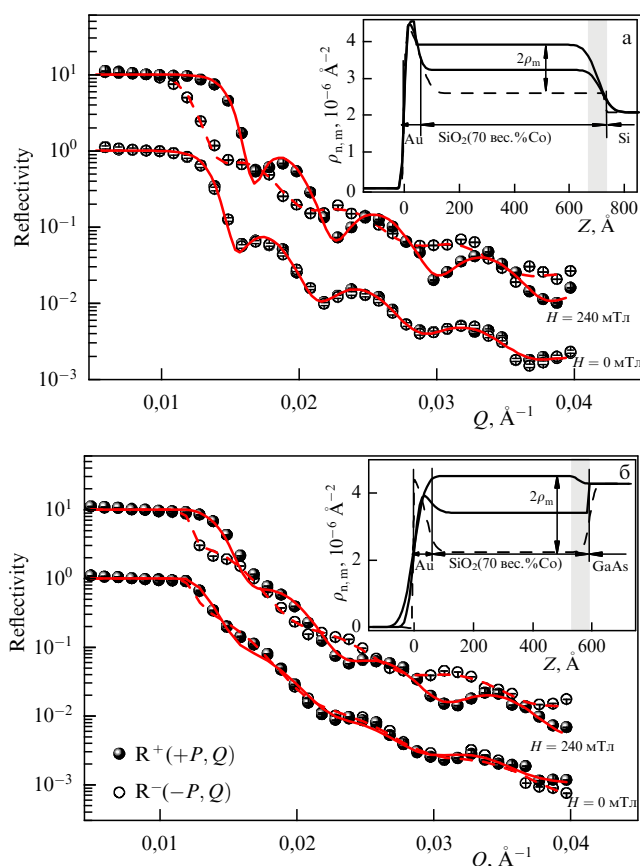


Рис. 3. Экспериментальные (символы) и промоделированные (линии) кривые отражения поляризованных нейтронов от гетероструктур $\text{SiO}_2(\text{Co})/\text{n-Si}$ (а) [109] и $\text{SiO}_2(\text{Co})/\text{n-GaAs}$ (б) [111] при $H = 0$ и 240 мТл и $T = 300$ К. Экспериментальные и модельные кривые при $H = 240$ мТл умножены на 10 для удобства. На вставках показаны профили плотности длины ядерного и магнитного рассеяния нейтронов $\rho_{n,m}^+$ (сплошная линия) и $\rho_{n,m}^-$ (пунктирная линия).

пенсированных ферромагнитных изоляторов пригодны для спинтронных применений.

В антиферромагнитных резисторах памяти [117–119] и в магнитокалорических материалах [120–123] используются материалы с регулируемой магнитной переключаемостью от антиферромагнитного к ферромагнитному упорядочению при температурах порядка комнатной. При этом, фазовый переход должен быть чувствителен к множеству внешних условий — приложение магнитного поля [124, 125], электрического тока [126, 127], гидростатическое давление [128], тип и концентрация легирующих примесей [129, 130], эпитаксиальные [131] или пьезоэлектрически индуцированные [132, 133] деформации. Для определения зависящих от глубины плёнки магнитных свойств в многослойных гетероструктурах используется рефлектометрия поляризованных нейтронов.

В работах [134, 135] исследовались магнитное поведение и деформационные свойства обменно-связанных тонких плёнок FePt/FeRh и антиферромагнитных плёнок FeRh , осаждённых на монокристаллические подложки $\text{MgO}(001)$. Такие структуры применяются в качестве носителей для термоассистированной магнитной записи (HAMR технология), где ферромагнитная фаза используется для записи, а антиферромагнитная фаза обеспечивает долговременную стабильность. Магнитный переход из антиферромагнитного состояния в ферромагнит-

ное в FeRh происходит при температуре около 100°C , что хорошо для спинтронных применений. Однако механизмы, участвующие в этом переходе, до сих пор являются предметом дискуссий.

Исследования фазового перехода по толщине FeRh плёнки из антиферромагнитной в ферромагнитную фазу методом рефлектометрии поляризованных нейтронов показали [134], что зарождение ферромагнитной фазы начинается на подложке MgO , а топография поверхности и эффекты деформации плёнки играют важную роль в определении их магнитных свойств. Выявленная ферромагнитная фаза на границах раздела MgO/FeRh объясняется либо эпитаксиальным напряжением [136], либо миграцией Fe к подложке и его избытку в первых нескольких нанометрах плёнки FeRh в качестве агента, стабилизирующего ферромагнитную фазу [134].

Аналогичная ферромагнитная фаза присутствует по обе стороны границы раздела в обменно-связанных тонких плёнках FeRh/FePt [135]. FePt образует ферромагнитный слой с высокой перпендикулярной магнитокристаллической анизотропией и высокой коэрцитивной силой. Слой FeRh является антиферромагнитным при комнатной температуре, но при нагревании выше температуры перехода $\sim 100^\circ\text{C}$ становится ферромагнитным с большим магнитным моментом и низкой магнитокристаллической анизотропией, образуя систему обменных пружин и значительно снижая коэрцитивное поле композитной системы. В статье [135] описан температурно-зависимый магнитный отклик обменно-связанных тонких плёнок FePt/FeRh в зависимости от температуры и величины внешнего магнитного поля. Опираясь на данные нейтронной рефлектометрии, авторы [135] предложили модель, эффективно описывающую общие особенности распространения обменного взаимодействия в слое FePt , позволяющую определять величину переориентации спина на границе раздела и масштаб её затухания с расстоянием. Понимание масштабов длин, на которых эффекты, опосредованные обменом, наиболее выражены в этой системе, имеет решающее значение для оптимизации структуры слоя. Это позволяет максимально использовать механизм обменной пружины при минимизации расхода материала, что является важным фактором в случаях, когда требуются редкие металлы. Дополнительно, слой FeRh становится ферромагнитным при $T \sim 100^\circ\text{C}$. Эта температура гораздо ниже $\sim 500^\circ\text{C}$, необходимых для предлагаемой в настоящее время технологии HAMR, что позволяет решить много проблем, препятствовавших внедрению этой технологии.

Вышеописанные задачи, решены с использованием метода нейтронной рефлектометрии и успешно используются для промышленных применений. В последние 10 лет появилась новая ветвь спинтроники, основанная на влиянии хиральности магнитной структуры на спиновый и зарядовый транспорт — хиральная спинтроника [137–144], и в частности, хиральная спинтроника гелимагнетиков. С проблемой можно ознакомиться в недавнем обзоре В.В. Устинова и И.А. Ясюлевича [145], в котором авторы описывают хиральную спинтронику как новейшую, перспективную ветвь квантовой электроники, в основе которой лежат спиновые транспортные явления в материальных объектах, в которых нарушена киральная симметрия. В обзоре [145] предложены два новых устройства — "хиральная спин-токовая турбина" и "спин-токовый винт Архимеда". В первом устройстве

реализуется эффект преобразования линейного движения электронов проводимости (электрического тока) в гелимагнетике во вращательное движение его магнитной спирали, что приводит к генерации высокочастотного электромагнитного поля. Хиральные спин-токовые турбины могут быть использованы для создания передающих антенн в субтеррагерцовом диапазоне и в микроволновой магнитной записи информации (MAMR [146]). Во втором устройстве реализуется обратный эффект: вращение магнитной спирали гелимагнетика создаваемое внешним электромагнитным полем преобразуется в постоянный электрический ток. Такое устройство может быть использовано в качестве спинового диода [147].

Для реализации этих возможностей необходимо контролируемо создавать монокхиральные геликоидальные магнетики, которые на сегодняшний день могут быть построены на основе тяжелых редкоземельных металлов (Dy, Ho, Tb и др.) или на основе кубических магнетиков без центра инверсии (MnSi, FeGe, MnGe и твёрдые растворы замещения 3d металлов на их основе). Поиски контролируемого создания монокхиральных геликоидальных магнетиков ведутся с помощью рефлектометрии поляризованных нейтронов в многослойных магнитных наноструктурах на основе редкоземельных металлов Dy и Ho [148–151]. Эксперименты по рассеянию поляризованных нейтронов показали, что многослойные структуры Dy/Y и Ho/Y обладают когерентной спиновой спиралью с предпочтительной хиральностью, индуцированной магнитным полем. Средняя хиральность, пропорциональная разнице числа заселенности лево- и правосторонних спиралей, измеряется как зависящая от поляризации асимметричная часть (спиновая асимметрия SA) магнитного рассеяния нейтронов.

Внешнее магнитное поле, приложенное в плоскости плёнок Dy/Y или Ho/Y при охлаждении ниже температуры Нееля T_N , приводит к ненулевой средней хиральности спиральной структуры. Показано, что направление приложенного поля может изменять значение и знак параметра хиральности γ . Зависимость γ от угла направления прикладываемого в плоскости плёнки поля (в процессе охлаждения) имеет осциллирующий характер и может быть описана простой синусоидальной функ-

цией с периодичностью π . Экспериментальные данные интерпретированы с точки зрения баланса между энергией Зеемана, магнитокристаллической анизотропией и индуцированной одноосной анизотропией [152].

Таким образом, метод рефлектометрии поляризованных нейтронов является незаменимым как для визуализации геликоидальной структуры, так и для определения степени её хиральности. Он должен стать обязательной и рутинной частью технологического процесса при создании материалов для водородной энергетики, химической, строительной и электронной промышленности, а так же при создании природно-охранных объектов.

3. Техника нейтронной рефлектометрии

В этой главе будут рассмотрены характеристики потенциальных исследовательских нейтронных рефлектометров, установленных на импульсных компактных источниках нейтронов, и дана оценка реализации рефлектометрических измерений. Для этого будет проведен сравнительный анализ параметров трёх времяпролётных установок нейтронной рефлектометрии, уже работающих или разрабатываемых для компактных источников нейтронов: JNP JULIC (JULich Light Ion Cyclotron Neutron Platform — Нейтронная Платформа на Ионном Циклотроне) в научном центре г. Юлих [153], компактный источник нейтронов DARIA [24, 25], и HBS (High Brilliance Source — источник высокой яркости), который предполагают построить в г. Юлих (Германия) [154].

Характеристики компактных импульсных источников нейтронов представлены в табл. 1. Во всех трёх случаях, на источнике протонов формируется импульс с заданной частотой и длительностью, что обеспечивает максимально возможный коэффициент заполнения. Линейный ускоритель разгоняет протоны до энергий в десятки МэВ и доводит их до нейтронной мишени. Для эффективной работы компактных ускорительных источников нейтронов требуется большой ток протонного пучка, около 100 мА. Из таблицы 1 видно, что для действующего КИН JNP JULIC величина тока протонов на 4 порядка меньше, чем расчётные параметры для КИН DARIA и КИН HBS. Это сказывается на плотно-

Таблица 1. Параметры компактных источников нейтронов

	HBS [154] (проект)	DARIA [24, 25] (проект)	JNP JULIC [153] (действующий)
Тип ускорителя:	Линейный ускоритель протонов	Линейный ускоритель протонов	Линейный ускоритель протонов
Ускоряющиеся частицы	Протон	Протон	Протон
$E_{\text{прот}}$, [МэВ]	70	13	45
$I_{\text{прот}}$, [мА]	89,3	100	0,006
Частота [Гц]	24, 96, 384	40–200	25
Длительность импульса [мкс]	52, 208, 833	80–500	800
Коэффициент заполнения [%]	1,9	1–4	5
Мишень	Тантал	Бериллий	Тантал
Замедлитель	Полиэтилен, смесь орто-пара-водорода или твёрдый CH ₄	Вода, мезитилен	Полиэтилен, параводород
Отражатель	Свинец	Свинец/графит	Свинец
Φ_{therm} [н · см ⁻² · с ⁻¹ · с ⁻¹]	$1,78 \times 10^{12}$	$2,9 \times 10^{11}$	$1,5 \times 10^8$
Φ_{cold} [н · см ⁻² · с ⁻¹ · с ⁻¹]	$5,5 \times 10^{11}$	$1,9 \times 10^{11}$	$4,8 \times 10^7$

сти потока нейтронов теплового (Φ_{therm}) и холодного (Φ_{cold}) источников. Материал мишени (тантал или бериллий), теплового замедлителя (полиэтилен, вода), или холодного замедлителя нейтронов (параводород, твёрдый метан, или мезитилен) выбирается исходя из удобства обслуживания и максимального потока нейтронов низких энергий. Приведённые в табл. 1 параметры импульсных компактных источников КИН DARIA и КИН HBS позволяют получить потоки нейтронов приемлемые для формирования коллимированных пучков нейтронов и проведения экспериментов по дифракции, рефлектометрии и малоугловому рассеянию нейтронов. Пример нейтронного рефлектометра на компактном источнике JNP JULIC может служить установкой для тестирования и доказательства основных принципов работы на компактных ускорительных источниках нейтронов.

3.1. Времяпролётный горизонтальный рефлектометр HERMES для компактного источника нейтронов JNP JULIC

Времяпролётный рефлектометр HERMES установлен на Нейтронной Платформе Научного Центра в г. Юлихе (JNP JULIC) [154, 155]. Схема нейтронного рефлектометра HERMES представлена на рис. 4, параметры — в

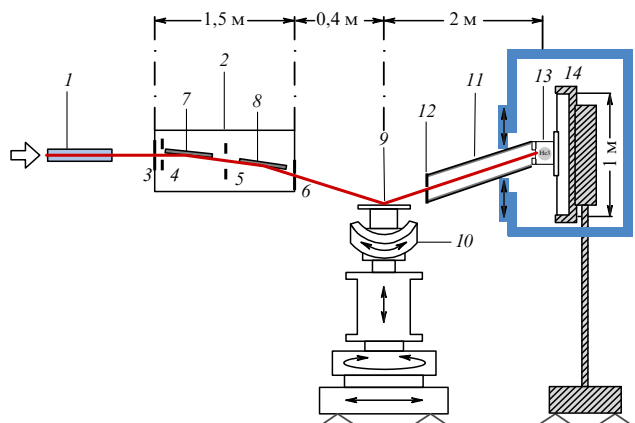


Рис. 4. Схема нейтронного рефлектометра HERMES, построенного на мишени с криогенным замедлителем, для компактного источника нейтронов JNP JULIC [155].

табл. 2. От параводородного замедлителя нейтроны холодного спектра выводятся по нейтронноводу (1) длиной 2,5 м и $m = 1,2$. Между нейтронноводом и коллимационной секцией (2) предусмотрен зазор для установки

Таблица 2. Параметры рефлектометров для различных КИН

	Рефлектометр на КИН HBS [162]	Рефлектометр на КИН DARIA [34]	Рефлектометр на КИН JNP JULIC [156, 157]
Времяпролётная база	15 м	14 м	7 м
Замедлитель	H ₂	H ₂ O/C ₉ H ₁₂	пара-H ₂
Длина волны	3 Å – 9,68 Å	0,5 Å – 10 Å	1 Å – 12 Å
Частота импульсов (спектральная ширина)	24 Гц ($\Delta\lambda = 6,8 \text{ Å}$)	80 Гц ($\Delta\lambda = 3 \text{ Å}$), 40 Гц ($\Delta\lambda = 6 \text{ Å}$)	24 Гц
Длина импульса	670 мкс	150 мкс	100 мкс
Угол падения	7; 17,5; 44 мрад	1,5; 4,5; 11,5 мрад	< 31,5 мрад
Плоскость рассеяния	вертикальная	горизонтальная	вертикальная
Q диапазон	0,001 Å ⁻¹ – 0,2 Å ⁻¹	0,001 Å ⁻¹ – 0,5 Å ⁻¹	0,001 Å ⁻¹ – 0,1 Å ⁻¹
Разрешение $\Delta Q/Q$	≤ 6 %	≤ 5 %	≤ 10 %
Расходимость	$\Delta\theta \leq 0,05^\circ$ (вертикальная)	$\Delta\theta \leq 0,033^\circ$ (горизонтальная)	$1^\circ \leq \Delta\theta \leq 3^\circ$ (горизонтальная)
Расстояние источник – образец	13,55 м	11,4 м	5 м
Расстояние образец – детектор	4 м	266 м	2 м
Размер пучка на образце	1 мм × 30 мм (В × Г)	50 мм × 0,5 (1) мм (Г × В)	0,5 – 1 мм × 30 мм (В × Г)
Поток нейтронов на образце	$2 \times 10^6 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$ $1,5 \times 10^7 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$ $5 \times 10^6 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$	$3,9 \times 10^4 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ $5,6 \times 10^4 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$	$3,9 \times 10^4 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$
Поляризация	Трансмиссионный V-образный резонатор на основе суперзеркала Fe/Si, $m = 5$ 99 % – 96 %	Два поляризующих суперзеркала с покрытием FeCoV/TiZr и поглощающим слоем TiZrGd $m = 2$ 99 % – 96 %	—
Система переворота спина нейтрона	Радиочастотные адиабатические спин-флипперы	Радиочастотные адиабатические спин-флипперы	—
Детекторная система	Два двухкоординатных 1000 × 1000 мм ² газоразрядных He ³ позиционно-чувствительных детектора	Двухкоординатный 400 × 400 мм ² газоразрядный He ³ позиционно-чувствительный детектор; два независимых газоразрядных He ³ счётчика	Газоразрядный He ³ счётчик 1000 мм

формирователя импульсов (прерыватель). Щели (3–6) с одинаковым размером по горизонтали 30 мм могут менять размер по вертикали от 0,5 до 10 мм. Между щелями 4–6 вертикальные суперзеркала (7, 8) с $m = 2$ транспортируют нейтронный пучок, используя его горизонтальную расходимость. Для отклонения нейтронов в экспериментах по отражению на интерфейсе "воздух – жидкость" (горизонтальное положение образца) вертикальные зеркала заменяются на два горизонтальных суперзеркала с $m = 3,5$. От образца (9), расположенного на трансляционном столике (10) в 40 см после коллимационной секции (2), отражается пучок с достаточно большой горизонтальной расходимостью $1-3^\circ$. Вторая коллимационная секция (11) с вертикальной щелью (12) и поглотителем нейтронов B_4C (13) не пропускает фоновое рассеяния на пальчиковый детектор 1000 мм (14), заполненный гелием. Позади детектора устанавливается поглотитель (14). Расстояние образец – детектор 2 м. Общая длина пролёта нейтронов для этого прибора составляет 7 м.

Моделирование рефлектометра HERMES для компактного источника нейтронов JNP JULIC методом Монте-Карло в программном пакете McStas [29–31] с разрешением по переданному импульсу $\Delta Q/Q \leq 10\%$ показало, что при потоке нейтронов после криогенного замедлителя пара- H_2 порядка $1,5 \times 10^8 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ поток нейтронов на образце достигает $\Phi = 1,07 \times 10^3 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ (см. табл. 2) [155].

Таким образом, расчётные значения потока на образце для численных моделей рефлектометров на компактных источниках нейтронов оказались сравнимы с потоками нейтронов на реальных рефлектометрах, а характеристики приборов сопоставимы с рефлектометрами, работающими на импульсных и стационарных источниках нейтронов средней мощности [38, 156, 157].

3.2. Времяпролётный рефлектометр для компактного источника нейтронов DARIA

Для компактного источника нейтронов DARIA разработано техническое предложение для рефлектометра поляризованных/неполяризованных нейтронов на базе мишенной сборки с криогенным замедлителем [34]. В экспериментах используется естественная для импульсных источников времяпролётная методика с фиксированным углом скольжения нейтронов. Моделирование проводилось методом Монте-Карло в программном пакете McStas [29–31] с заранее заданным разрешением по переданному импульсу $\Delta Q/Q \leq 5\%$. Схема нейтронного рефлектометра представлена на рис. 5.

Рефлектометр использует полихроматический пучок холодных нейтронов с длиной волны в диапазоне $\lambda = 0,5-10 \text{ \AA}$. Параметры рефлектометра представлены в табл. 2, в подписи к рис. 1 и описаны в статье [34]. Набор узлов типичен для рефлектометров с горизонтальной плоскостью отражения нейтронного пучка. Однако есть особенности, связанные с компактными размерами источника нейтронов. А именно, нейтронное излучение генерируется в очень малом объёме мишени, который не превышает $2 \times 10^{-5} \text{ м}^3$. Такой объём эффективно связывается с блоком замедлителя (теплового или криогенного), который также не превышает по объёму $5 \times 10^{-4} \text{ м}^3$. Удержание нейтронов в малом объёме обеспечивает высокую яркость, несмотря на значительно меньшую мощность источника, по сравнению с источни-

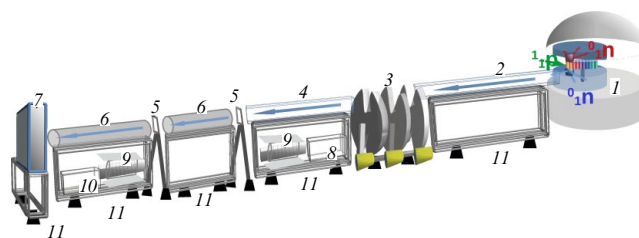


Рис. 5. Схема нейтронного рефлектометра, построенного на базе мишени с криогенным замедлителем для компактного источника нейтронов DARIA. 1 — источник нейтронов с защитой, 1_p — пучок протонов, бьющий в мишень, 0_n — пучок нейтронов, вылетающий с теплового замедлителя (красный, сверху мишени), 0_{1n} — пучок нейтронов, вылетающий с криогенного замедлителя (синий, снизу мишени); 2 — выводной нейтронный канал ($10 \times 50 \times 4800 \text{ мм}^3$, 16 секций, BoroFloat + 62 слоя Ni/Ti , $m = 2$); 3 — трёхдисковый прерыватель пучка ($R_{ch} = 0,25$, $h = 0,1 \text{ м}$, частота вращения = $40,0 \text{ Гц}$, ширина окна $\delta\lambda_1 = 6 \text{ \AA}$, $\delta\lambda_2 = 6 \text{ \AA}$, $\delta\lambda_3 = 3 \text{ \AA}$); 4 — нейтронный канал ($5(10) \times 50 \times 3000 \text{ мм}^3$, 10 секций, BoroFloat + 62 слоя Ni/Ti , $m = 2$); 5 — коллимационные щели ($0,5, 1 \times 50 \text{ мм}^2$, расстояние 2,5 м, горизонтальная расходимость пучка $0,03^\circ$); 6 — узел образца; 7 — двухкоординатный ^3He позиционно-чувствительный детектор $400 \times 400 \text{ мм}^2$ [158]; 8 — поляризатор нейтронного пучка, состоящий из двух нейтронных поляризующих суперзеркал из FeCoV/TiZr ($m = 2$) с поглощающим слоем TiZrGd между подложкой и покрытием [159]; 9 — радиочастотное адиабатическое устройство для переворота спина нейтрона ("флиппер") [160]; 10 — веерный многощелевой анализатор на суперзеркалах [161], 11 — вакуумированный тракт с опцией замены на поляризационную оптику и флипперы, 12 — алюминиевые подставки.

ками на средних и высокоэнергетичных ускорителях. Использование отражателей в мишенной сборке также обеспечивает увеличение потока нейтронов на входе в прибор. При этом, система вывода нейтронного пучка из мишенной сборки устанавливается максимально близко к источнику нейтронов, обеспечивая доступ к большим объёмам фазового пространства, что требуется для многих нейтронных приборов. Вторая особенность источника связана с расположением блока замедлителя нейтронов в мишенной сборке. Установка замедлителей над и под каналом протонного пучка, как показано на рис. 5, позволяет располагать выводные каналы нейтронов веерно, под любыми углами меньшими 180° относительно направления распространения пучка протонов. Это значительно снижает фон на детекторе за счёт отделения пучка тепловых и холодных нейтронов, требуемых для нейтронных станций, от быстрых нейтронов и γ -квантов, вылетающих из мишенной сборки компактного источника преимущественно вдоль направления распространения протонного пучка.

Времяпролётный рефлектометр для компактного источника нейтронов DARIA оснащён трёхдисковым прерывателем нейтронных импульсов (позиция 3 на рис. 5), что отличает его конструкцию от двух рассматриваемых ниже рефлектометров. Традиционно, первый диск на пути нейтронного импульса фильтрует спектр нейтронов до заданного в эксперименте диапазона длин волн. Этот диск имеет две симметрично расположенные щели высотой 0,1 м с угловой шириной, соответствующей пропусканию спектральной ширины нейтронов $\delta\lambda = 6 \text{ \AA}$. Второй и третий диски, вращаясь в противоположном первому диску направлении, задают более чёткие границы импульсов и не допускают перекрытия импульсов на детекторе. При этом, второй диск имеет одну щель вы-

состоит 0,1 м и угловой шириной, соответствующей пропусканию нейтронов спектральной ширины $\delta\lambda = 6 \text{ \AA}$, а третий диск, как и первый, имеет две симметрично расположенные щели с угловой шириной $\delta\lambda = 3 \text{ \AA}$ и высотой 0,1 м. Положения щелей дисков под пучком нейтронов синхронизованы. Третий диск имеет возможность ввода (вывода) на ось нейтронного пучка с помощью линейного вертикального перемещения. Диски имеют диаметр 0,5 м и покрыты материалом, поглощающим нейтроны с длинами волн, не удовлетворяющими заданной спектральной ширине. Частота вращения дисков $f_{\text{пт}} = 40 \text{ Гц}$ ($2400 \text{ об. мин}^{-1}$). Это в два раза меньше, чем частота следования нейтронных импульсов с мишенной сборки, но улучшает условия синхронизации и стабильности вращения дисков. Возможность регулирования фазы вращения дисков позволяет вырезать спектральные полосы $\delta\lambda = 6 \text{ \AA}$ и $\delta\lambda = 3 \text{ \AA}$ в диапазоне длин волн нейтронов от $1 \text{ \AA}$ до $10 \text{ \AA}$, что позволяет регулировать величину потока нейтронов на образце. А две щели на первом и третьем дисках обеспечивают увеличение светимости в два раза за счёт увеличения частоты следования импульсов до 80 Гц .

Для измерений магнитных характеристик плёнок используют поляризованный пучок нейтронов. Для этого, вместо вакуумированных трактов 11 (рис. 5) устанавливаются поляризатор нейтронного пучка 8, два радиочастотных адиабатических флиппера 9 и анализатор 10. От поляризатора до анализатора предусмотрена система ведущего магнитного поля.

Моделирование и оптимизация рефлектометра методом Монте-Карло в программном пакете McStas с заранее заданными разрешением по переданному импульсу $\Delta Q/Q \leq 5\%$ и горизонтальной расходимостью нейтронного пучка $\Delta\theta \leq 0,033^\circ$ показало, что при потоке нейтронов от замедлителя мишенной сборки компактного источника нейтронов DARIAF $\approx 2,9 \times 10^{11} \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ поток нейтронов на образце равен $3,9 \times 10^4 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ при частоте следования нейтронных импульсов 40 Гц и $5,6 \times 10^4 \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ при частоте следования нейтронных импульсов 80 Гц [34].

3.3. Времяпролётный рефлектометр для компактного источника нейтронов HBS

Для компактного источника нейтронов HBS предложен рефлектометр с отражением нейтронного пучка в вертикальной плоскости (рис. 6) [162]. Параметры рефлектометра представлены в табл. 2.

Геометрия рефлектометра с вертикальной плоскостью отражения предполагает стационарное положение образца под пучком нейтронов, что подходит для исследования междофазных границ "твёрдое тело – жидкость" или для стабилизированных на поверхности биологических объектов для химической промышленности, биомедицины, нано- и микробиологии. Предполагается, кроме рефлектометрической моды, на нейтронной станции можно будет проводить эксперименты ещё в двух модах: малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) и Рассеяния Нейтронов в геометрии Скользящего Отражения (РНСО). С мишени диаметром 3 см, окружённой криогенным водородным замедлителем, пучок холодных нейтронов выводится дефлектором (1), который смещает пучок по горизонтали на 4 см от оси прямой видимости мишени, что уменьшает паразитный поток быстрых нейтронов и γ -квантов на детекторе. Нейтрово-

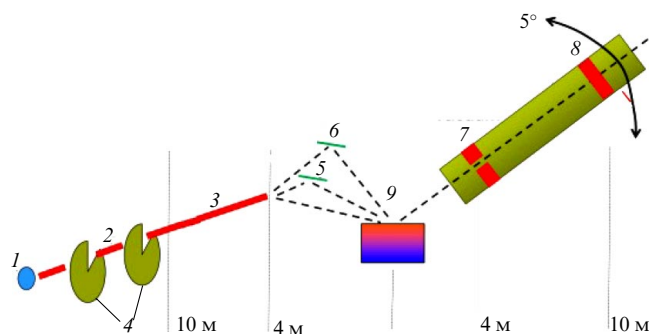


Рис. 6. Схема нейтронного рефлектометра, построенного на мишени с криогенным замедлителем, для компактного источника нейтронов HBS [162]. 1 — дефлектор, 2 — поляризатор нейтронов, 3 — нейтрово-водяная система, 5, 6 — отклоняющие зеркала, 7, 8 — детекторы, 9 — позиция образца.

водная система (3) с квадратным сечением $2 \times 2 \text{ см}^2$ с горизонтальными плоскопараллельными зеркалами и $m = 3,85$ отклонена вверх на угол $0,65^\circ$. Это обеспечивает первый (минимальный) угол падения нейтронов на образец $0,4^\circ$. В нейтрово-водяную систему встроены двухдисковый прерыватель нейтронных импульсов (2). Частота повторения импульсов 24 Гц . Первый диск (на расстоянии 2,05 м от источника) фильтрует спектр нейтронов шириной $\delta\lambda = 6,84 \text{ \AA}$ (от $3 \text{ \AA}$ до $9,84 \text{ \AA}$). Второй диск установлен на расстоянии 3,68 м от источника, он вращается в противоположном первому диску направлении и задаёт более чёткие границы импульсов. Для поляризационной моды предусмотрена установка поляризатора нейтронов (4) между дисками прерывателя. Чтобы получить на детекторе зеркальные (отражённые) нейтроны в широком диапазоне переданных импульсов Q_z , после нейтрово-вода (3) устанавливаются плоские зеркала для углов падения нейтронов на образец 1° (зеркало 5) и $2,5^\circ$ (зеркало 6) с $m = 4$ и 7, соответственно. Расстояние между коллимирующими щелями от выхода нейтрово-вода до образца равно 4 м. Детектор (7) площадью $100 \times 100 \text{ см}^2$ устанавливается на расстоянии 4 м от образца в вакуумированной трубе. Детекторная труба может поворачиваться на угол от 0° до 5° по вертикали (виртуально вершина угла закреплена в положении образца). Перемещение детектора на расстояния от 1 до 4 м и второй детектор (8) фиксированный на расстоянии 10 м от образца используются в МУРН и РНСО.

Моделирование и оптимизация рефлектометра методом Монте-Карло в программном пакете McStas [29–31] с разрешением по переданному импульсу $\Delta Q/Q \leq 6\%$ показали, что при потоке нейтронов на замедлителе мишенной сборки компактного источника нейтронов HBS около $1,78 \times 10^{12} \text{ н} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ поток нейтронов на образце равен $2 \times 10^6 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$, $1,5 \times 10^7 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$ и $5 \times 10^6 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$ для углов падения нейтронов на образец 7; 17,5; 44 мрад (см. табл. 2) [162].

4. Заключение

Представлен обзор исследований гетероструктур интересных для промышленных приложений, где использование нейтронной рефлектометрии даёт значимые результаты в исследовании и аттестации тонких плёнок и многослойных структур. А именно, исследование мето-

дом рефлектометрии адсорбции водорода в медном покрытии контейнеров из углеродистой стали для утилизации ТВЭЛов, определение эксплуатационных характеристик металлических мембран для очистки и разделения газообразного водорода для сокращения выбросов в выхлопных газах, контроль гидрирования покрывающих плёнок в энергосберегающих окнах и другие задачи для экологии. Исследование деградации электродов в литий-ионных аккумуляторах, кинетики гидрирования топливных элементов и материалов для хранения водорода — это задачи для водородной энергетики. Исследование коррозионной стойкости в конструкционных материалах используемых в архитектурных и инженерных целях для гражданского и промышленного строительства, в судо- вагоно- и станкостроении. Исследования локального поведения вектора намагниченности и спиновых текстур на интерфейсах, доменных стенок, скирмионов и магнонов, магнитных туннельных переходов в магнитных материалах и гетероструктурах столь важных для приложений в технологиях памяти, спинтронных наногенераторах, нейроморфных вычислениях и т.д.

Показано, что связанная со строительством компактных источников нейтронов доступность нейтронных методик, например таких как нейтронная рефлектометрия, способна качественно изменить уровень технологий, используемых в промышленности. Предполагается, что возможность включения нейтронного эксперимента в технологическую цепочку по аттестации синтезируемого материала приведёт к существенному улучшению качества продукции при общем снижении её стоимости.

В работе приводится сравнительный анализ трёх нейтронных рефлектометров, работающих по времяпролётной методике. Рефлектометры разработаны и оптимизированы для компактных источников нейтронов: HBS — источник высокой яркости с потоками нейтронов на мишени $\Phi_{\text{cold}} = 1,78 \times 10^{12} \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ и $\Phi_{\text{therm}} = 5,5 \times 10^{11} \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$, JNP JULIC — нейтронная платформа на ионном циклотроне с потоками $\Phi_{\text{cold}} = 1,5 \times 10^8 \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ и $\Phi_{\text{therm}} = 4,8 \times 10^7 \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ и российский источник DARIA с потоками $\Phi_{\text{cold}} = 2,9 \times 10^{11} \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ и $\Phi_{\text{therm}} = 1,9 \times 10^{11} \text{ н} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$. Показана возможность проведения рефлектометрических измерений на компактных источниках нейтронов благодаря оптимизации рабочих узлов рефлектометров и достижению высокой плотности потока нейтронов на образце, сравнимой с плотностями потоков от источников нейтронов на базе ядерных реакторов средней мощности. Использование поляризационной оптики и детекторов с двумерным пространственным разрешением, а также оснащение окружения образца криомагнитом для достижения максимально возможных магнитных полей и минимально возможных температур позволяют исследовать тонкие плёнки и многослойные структуры для решения прикладных задач.

Благодарности. Исследование выполнено за счёт гранта Российского научного фонда № 26-62-00030, <https://rscf.ru/project/26-62-00030/>. Исследование в Екатеринбурге выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации для Института физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН (тема "Спин" № 122021000036-3).

Список литературы

1. Grünberg P et al. *Phys. Rev. Lett.* **57** 2442 (1986)
2. Binasch G et al. *Phys. Rev. B* **39** 4828 (1989)
3. Baibich M N et al. *Phys. Rev. Lett.* **61** 2472 (1988)
4. Боднарчук В И и др. *Кристаллография* **67** (1) 57 (2022); Bodnarchuk V I et al. *Crystallogr. Rep.* **67** 50 (2022)
5. Аксенов В Л *УФН* **196** 965 (2026); Aksenov V L *Phys. Usp.* **69** (9) (2026) DOI:10.3367/UFNe.2026.04.040123
6. Silverman I et al. *AIP Conf. Proc.* **1962** 020002 (2018)
7. Mardor I et al. *Front. Phys.* **11** 1248191 (2023)
8. Sato H et al. *EPJ Web Conf.* **298** 05006 (2024)
9. Furusaka M et al. *Phys. Proced.* **60** 167 (2014)
10. Otake Y *EPJ Web Conf.* **231** 01009 (2020)
11. Kobayashi T et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **994** 165091 (2021)
12. Otake Y et al. *Nucl. Phys. News* **33** (2) 17 (2023)
13. Kino K et al. *EPJ Web Conf.* **231** 01002 (2020)
14. Tasaki S et al. *Phys. Proced.* **60** 181 (2014)
15. Wang S et al. *Phys. Proced.* **60** 310 (2014)
16. Baxter D V *Neutron News* **31** (2–4) 44 (2020)
17. Ma Z et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **1009** 165479 (2021)
18. Brückel T et al. *EPJ Web Conf.* **286** 02003 (2023)
19. Wang M-W et al. *Nucl. Sci. Tech.* **30** 23 (2019)
20. Wei J et al., in *Proc. of the 23rd Particle Accelerator Conf., PAC09, Vancouver, BC, Canada, May 2009* (Piscataway, NJ: IEEE, 2009) p. 1360
21. Xing Q et al., in *Proc. of the 29th Intern. Linear Accelerator Conf., LINAC2018* (Geneva: JACoW Publ., 2018) p. 732
22. Ott F et al. *EPJ Web Conf.* **286** 02001 (2023)
23. Павлов К А и др. *Кристаллография* **67** (1) 5 (2022); Pavlov K A et al. *Crystallogr. Rep.* **67** 3 (2022)
24. Кулевой Т В и др. *Приборы и техника эксперимента* **7** 21 (2025); Kulevoy T V et al. *Exp. Tech.* **67** (Suppl. 1) S16 (2024)
25. Кулевой Т В и др. *УФН* **196** 388 (2026); Kulevoy T V et al. *Phys. Usp.* **69** 362 (2026)
26. Zanini L et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **925** 33 (2019)
27. Булавин М В и др. *Атомная энергия* **135** (3–4) 145 (2023); Bulavin M V et al. *Atom. Energy* **135** 189 (2024)
28. Bulavin M V et al. *Phys. Part. Nucl. Lett.* **20** (1) 57 (2023)
29. Lefmann K et al. *Neutron News* **10** (3) 20 (1999)
30. Willendrup P K et al. *J. Neutron Res.* **22** (1) 1 (2019)
31. Willendrup P K et al. *J. Neutron Res.* **23** (1) 7 (2021)
32. Москвин Е В и др. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* (7) 77 (2023); Moskvina E V et al. *J. Surf. Investig.* **17** 8049 (2023)
33. Павлов К А и др. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* (7) 84 (2023); Pavlov K A et al. *J. Surf. Investig.* **17** 84 (2023)
34. Григорьева Н А и др. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* (12) 102 (2024); Grigoryeva N A et al. *J. Surf. Investig.* **18** 1602 (2024)
35. Toperverg B P et al. *Phys. Met. Metallogr.* **116** 1337 (2015)
36. David S et al. *Prog. Mater. Sci.* **118** 100766 (2021)
37. Situm A et al. *J. Electrochem. Soc.* **170** 041503 (2023)
38. Bannenberg Lars J et al. *Rev. Sci. Instrum.* **94** 113901 (2023)
39. Sears V F *Neutron News* **3** (3) 26 (1992)
40. Полухин В А, Эстемирова С Х *Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов* (16) 686 (2024); Polukhin V A, Estemirova S K *Phys. Chem. Aspects Study Clusters, Nanostruct. Nanomater.* (16) 686 (2024)
41. Dolan M D et al. *J. Membrane Sci.* **549** 306 (2018)
42. Cerone N et al. *Energies* **17** 4095 (2024)
43. Bosko M L et al. *Int. J. Hydrogen Energy* **47** 11589 (2022)
44. Omidifar M et al. *Chem. Eng. Sci.* **283** 119370 (2024)
45. Сидоров Н И и др. *Расплавы* (2) 196 (2022); Sidorov N I et al. *Russ. Metallurgy (Metally)* **2022** 887 (2022)

46. Майоров В А *Оптика и спектроскопия* (1) 151 (2020); Maiorov V A *Opt. Spectrosc.* **128** 148 (2020)
47. Yamada Y et al. *Solar Energy Mater. Solar Cells* **126** 237 (2014)
48. Salman M S et al. *J. Alloys Compd.* **920** 165936 (2022)
49. Yoshimura K, Yamada Y *Solar Energy Mater. Solar Cells* **273** 112949 (2024)
50. Yagi H et al. *Appl. Phys. Express* **16** 095503 (2023)
51. Palm K J et al. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **15** 1010 (2023)
52. Yamada Y et al. *Appl. Phys. Lett.* **94** 191910 (2009)
53. Yamada Y et al. *Solar Energy Mater. Solar Cells* **99** 73 (2012)
54. Salman M S et al. *J. Alloys Compd.* **920** 165936 (2022)
55. Liu Y et al. *Mater. Design* **144** 256 (2018)
56. Liu Y et al. *Int. J. Hydrogen Energy* **44** 15205 (2019)
57. Granqvist C G *Thin Solid Films* **564** 1 (2014)
58. Armitage R et al. *Appl. Phys. Lett.* **75** 1863 (1999)
59. Lampert C M *Int. J. Energy Res.* **7** 359 (1983)
60. Bao S et al. *Mater. Trans.* **49** 1919 (2008)
61. Bao S et al. *Solar Energy Mater. Solar Cells* **93** 1642 (2009)
62. Yamada Y et al. *Solar Energy Mater. Solar Cells* **125** 133 (2014)
63. Wu S-H et al. *Adv. Opt. Mater.* **11** 2202409 (2023)
64. Tajima K et al. *Electrochem. Solid-State Lett.* **10** J52 (2007)
65. Tajima K et al. *Appl. Phys. Lett.* **91** 051908 (2007)
66. Patel K J et al. *J. Solid State Electrochem.* **21** 337 (2017)
67. Murthi V S et al. *ECS Trans.* **16** 1471 (2008)
68. Randall C et al. *ECS Meeting Abstracts* **MA2020-02** 2129 (2020)
69. Randall C R et al. *ECS Meeting Abstracts* **MA2020-01** 1409 (2022)
70. Rus E D, Dura J A *ACS Appl. Mater. Interfaces* **15** 2832 (2023)
71. Fritzsche H et al. "Neutron reflectometry: A unique tool to determine the hydrogen profile in thin films", in *Role of Nuclear Based Techniques in Development and Characterization of Materials for Hydrogen Storage and Fuel Cells* (IAEA-TECDOC Ser., No. 1676) (Vienna: Intern. Atomic Energy Agenc., 2012) p. 79
72. Itkis D M et al. *Chem. Electro. Chem.* **2** 1427 (2015)
73. Kalisvaart W P et al. *J. Phys. Chem. C* **116** 5868 (2012)
74. Baldi A et al. *Phys. Rev. B* **81** 224203 (2010)
75. Fritzsche H et al. *Can. Metallurg. Quarterly* **54** (1) 43 (2015)
76. Guasco L et al. *Nature Commun.* **13** 1486 (2022)
77. Hüger E et al. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **21** 16444 (2019)
78. Bannenberg L J et al. *Int. J. Hydrogen Energy* **45** 33687 (2020)
79. Fritzsche H et al. *Fuel Energy Abstracts* **37** 3540 (2012)
80. Dura J A et al. *J. Appl. Phys.* **109** 093501 (2011)
81. Bannenberg L J et al. *J. Phys. Chem. C* **120** 10185 (2016)
82. Mooij L, Dam B *Phys. Chem. Chem. Phys.* **15** 11501 (2013)
83. Mooij L, Dam B *Phys. Chem. Chem. Phys.* **15** 2782 (2013)
84. Fritzsche H et al. *Appl. Phys. Lett.* **92** 121917 (2008)
85. Kalisvaart P et al. *Chem. Commun.* **47** 4294 (2011)
86. Lee C H et al. *J. Power Sources* **412** 725 (2019)
87. Petrenko V I et al. *J. Phys. Conf. Ser.* **994** 012006 (2018)
88. Zahiri B et al. *Appl. Phys. Lett.* **95** 103114 (2009)
89. Amirkhiz B S et al. *Int. J. Hydrogen Energy* **36** 6711 (2011)
90. Zahiri B et al. *Appl. Phys. Lett.* **96** 013108 (2010)
91. Zahiri B et al. *Appl. Phys. Lett.* **97** 083106 (2010)
92. Rehm Ch et al. *Phys. Rev. B* **59** 3142 (1999)
93. Ha H M, Fritzsche H *J. Electrochem. Soc.* **166** C3064 (2019)
94. Poon J et al. *Surf. Coat. Technol.* **410** 126970 (2021)
95. Park S, Kwon Y-K *Current Appl. Phys.* **83** 46 (2026)
96. Zhou Y et al. *Adv. Mater.* **37** 2312935 (2025)
97. Гареева З В, Чен С М *Письма в ЖЭТФ* **114** 250 (2021); Gareeva Z V, Chen X M *JETP Lett.* **114** 215 (2021)
98. Verma S et al. *Appl. Phys. Lett.* **127** 202410 (2025)
99. Zhang H et al. *Mater. Futures* **2** 032201 (2023)
100. Yuan H Y et al. *Phys. Rep.* **965** 1 (2022)
101. Kumari S, Yadav R *Optoelectron. Instrum. Data Proces.* **60** 435 (2024)
102. Lauter V et al. *Physica B* **404** 2543 (2009)
103. Lauter-Pasyuk V et al. *J. Magn. Magn. Mater.* **226–230** 1694 (2001)
104. Lauter H et al. *J. Magn. Magn. Mater.* **258–259** 338 (2003)
105. Lauter-Pasyuk V et al. *J. Magn. Magn. Mater.* **258–259** 382 (2003)
106. Lauter H J et al. *Physica B* **335** 59 (2003)
107. Ustinov V V et al. *J. Magn. Magn. Mater.* **300** e281 (2006)
108. Lutsev L V, A I, Novitskii N N *Phys. Rev. B* **80** 184423 (2009)
109. Grigoryeva N A et al. *Magnetochemistry* **8** 167 (2022)
110. Григорьева Н А и др. *Письма в ЖЭТФ* **92** 847 (2010); Grigoreva N A et al. *JETP Lett.* **92** 767 (2010)
111. Ukleev V A et al. *Phys. Rev. B* **86** 134424 (2012)
112. Bai H et al. *Appl. Phys. Lett.* **119** 212406 (2021)
113. Srinivasan K et al. *Phys. Rev. Materials* **8** 044403 (2024)
114. Bai H et al. *Appl. Phys. Lett.* **115** 182401 (2019)
115. Suturin S M et al. *Phys. Rev. Materials* **2** 104404 (2018)
116. Cooper J F K et al. *Phys. Rev. B* **96** 104404 (2017)
117. Marti X et al. *Nature Mater.* **13** 367 (2014)
118. Arekapudi S S P K et al. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **13** 59497 (2021)
119. Xiong D et al. *Fundam. Res.* **2** 522 (2022)
120. Соколовский В В и др. *ФММ* **124** 1019 (2023); Sokolovskiy V V et al. *Phys. Met. Metallogr.* **124** 1069 (2023)
121. Svalov A V et al. *Appl. Phys. A* **131** 174 (2025)
122. Свалов А В и др. *ФТТ* **67** 1065 (2025); Svalov A V et al. *Phys. Solid State* **67** 1019 (2025)
123. Zhu X et al. *J. Phys. Condens. Matter* **34** 144004 (2022)
124. Sharma M et al. *J. Appl. Phys.* **109** 083913 (2011)
125. Le Graet Ch et al. *J. Visual. Exp. JoVE* **80** 50603 (2013)
126. Shi J et al. *Adv. Mater.* **36** e2312008 (2024)
127. Wu H et al. *Nature Commun.* **13** 1629 (2022)
128. Kamantsev A P et al. *Metals* **13** 956 (2023)
129. Barua R, Jiménez-Villacorta F, Lewis L H *Appl. Phys. Lett.* **103** 102407 (2013)
130. Negi P et al. *J. Magn. Magn. Mater.* **581** 170941 (2023)
131. Loving M et al. *J. Phys. D* **51** 024003 (2018)
132. Fina I et al. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **9** 15577 (2017)
133. Quintana A et al. *ACS Appl. Electron. Mater.* **5** 5043 (2023)
134. Bull C et al. *APL Mater.* **7** (10) 101117 (2019)
135. Griggs W et al. *Phys. Rev. Materials* **6** 024403 (2022)
136. Gatel C et al. *Nature Commun.* **8** 15703 (2017)
137. Paul A *Sci. Rep.* **6** 19315 (2016)
138. Yang S-H et al. *Nature Rev. Phys.* **3** 328 (2021)
139. Naaman R, Waldeck D H *Annu. Rev. Phys. Chem.* **66** 263 (2015)
140. Parkin S S P, Hayashi M, Thomas L *Science* **320** 190 (2008)
141. Устинов В В, Ясюлевич И А *ФММ* **121** (3) 257 (2020); Ustinov V V, Yasyulevich I A *Phys. Met. Metallogr.* **121** (3) 223 (2020)
142. Ustinov V V, Yasyulevich I A *Phys. Rev. B* **102** 134431 (2020)
143. Ustinov V V, Yasyulevich I A *Phys. Rev. B* **106** 064417 (2022)
144. Устинов В В, Ясюлевич И А *ЖЭТФ* **164** 491 (2023); Ustinov V V, Yasyulevich I A *J. Exp. Theor. Phys.* **137** 422 (2023)
145. Устинов В В, Ясюлевич И А *УФН* **195** 1062 (2025); Ustinov V V, Yasyulevich I A *Phys. Usp.* **68** 1001 (2025)
146. Zhu J-G *IEEE Trans. Magn.* **55** 6700808 (2019)
147. del Ser N, Heinen L, Rosch A *Sci. Post. Phys.* **11** 009 (2021)
148. Grigoriev S V et al. *Phys. Rev. Lett.* **100** 197203 (2008)
149. Grigoriev S V et al. *Phys. Rev. B* **82** 195432 (2010)
150. Tarnavich V V et al. *Phys. Rev. B* **89** 054406 (2014)
151. Ukleev V et al. *Phys. Rev. B* **100** 134417 (2019)
152. Tarnavich V V et al. *Phys. Rev. B* **96** 014415 (2017)
153. Paulin M A et al. *EPJ Web Conf.* **286** 03003 (2023)
154. Brückel T, Gutberlet T (Eds), Conceptual Design Report. Jülich High Brilliance Neutron Source (HBS), Allgemeines/General, Band/Vol. 8 (2020) p. 204
155. Paulin M A et al. *EPJ Web Conf.* **298** 01001 (2024)
156. Brückel T, Gutberlet T (Eds), <https://webdev001.jinr.ru/en-us/main/facilities/ibr-2/reflex>
157. Stahn J, Glavic A *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **821** 44 (2016)
158. Кашук А П и др. *ЖТФ* **90** 519 (2020); Kashchuk A P, Levitskaya O V *Tech. Phys.* **65** 493 (2020)

159. Плешанов Н К, Булкин А П, Сыромятников В Г *ФТТ* **52** 954 (2010); Pleshanov N K, Bulkin A P, Syromyatnikov V G *Phys. Solid State* **52** 1018 (2010)
160. Grigoriev S V, Okorokov A I, Runov V V *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **384** 451 (1997)
161. Syromyatnikov V G et al. *J. Phys. Conf. Ser.* **528** 012021 (2014)
162. Jaksch S et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **1048** 167919 (2023)

Time-of-flight neutron reflectometers at the compact neutron sources for industrial applications

N.A. Grigoryeva^{(1,*), E.A. Kravtsov^{(1), S.V. Grigoriev^(2,3)}}

⁽¹⁾ *Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, ul. S. Kovalevskoi 18, 620137 Ekaterinburg, Russian Federation*

⁽²⁾ *St. Petersburg State University, Universitetskaya naberezhnaya 7-9, 199034 St. Petersburg, Russian Federation*

⁽³⁾ *National Research Center 'Kurchatov Institute', Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute, Orlova Roshcha, 188300 Gatchina, Leningradskii region, Russian Federation*

E-mail: ^(*) *n.a.grigorieva@yandex.ru*

Three models of time-of-flight neutron reflectometers operating on compact accelerator neutron sources (CAS) are discussed. CASs can be built on the premises of industrial facilities, and the reflectometers can become part of the manufacturing process for industrial prototypes for environmental, hydrogen energy, chemical, construction, and electronics industries. The scientific and technological foundations of the DARIA CAS project, already developed in Russia, are presented. It features a flux density of up to $10^{12} \text{ n s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$, with pulse frequencies and durations optimal for neutron research. A review of a wide range of problems solved for industrial applications is presented.

Keywords: compact accelerator neutron source, multilayer structures and thin films, neutron reflectometry for industrial applications

PACS numbers: 07.60.Hv, 28.20.Cz, 29.25.Dz

Bibliography — 162 references

Received 14 July 2026

Uspekhi Fizicheskikh Nauk **196** (9) 988 – 1002 (2026)

Physics – Uspekhi **69** (9) (2026)

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2026.08.040174>

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNe.2026.08.040174>