# ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНОГО ДИХРОИЗМА ПРИ ОТРАЖЕНИИ ОТ ОБРАЗЦА Ti(10 нм)/Gd<sub>0.23</sub>Co<sub>0.77</sub>(250 нм)/Ti(10 нм) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛИНЕЙНО-ПОЛЯРИЗОВАННОГО СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

 $M. A. Андреева<sup><math>a^*$ </sup>, P. A. Баулин<sup>a</sup>, M. M. Борисов<sup>b</sup>, E. A. Ганьшина<sup>a</sup>,

Г. В. Курляндская с\*\*\*, Э. Х. Мухамеджанов <sup>b\*\*\*</sup>, Ю. Л. Репченко<sup>b</sup>, А. В. Свалов <sup>c</sup>

<sup>а</sup> Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова 119991, Москва, Россия

<sup>b</sup> Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» 123182, Москва, Россия

<sup>с</sup> Уральский федеральный университет, Институт естественных наук и математики 620002, Екатеринбург, Россия

Поступила в редакцию 25 декабря 2017 г.

На станции «ФАЗА» Курчатовского источника синхротронного излучения (КИСИ) проведен эксперимент по регистрации дихроичного эффекта («повернутой» поляризации) в отраженном излучении от магнитоупорядоченного образца. Исследования проведены с линейно-поляризованным излучением с энергией фотонов 7930 эВ ( $L_2$ -край поглощения гадолиния) для пленки  $Gd_{0.23}Co_{0.77}$  с температурой компенсации  $T_{comp} \approx 433$  К при комнатной температуре. Развитая теория отражения с учетом магнитных добавок к амплитуде рассеяния предсказывает появление пика для ортогональной (к падающей) поляризации отраженного излучения вблизи критического угла полного внешнего отражения. Экспериментальная реализация этой методики обнаружила значительные сложности, обусловленные неполной  $\sigma$ -поляризацией источника синхротронного излучения, нестабильностью пучка и др., поэтому пик вблизи критического угла для повернутой (rotated) поляризации зарегистрирован, но на грани достигнутой точности измерений. Использованная методика, в принципе, может быть альтернативой экспериментам с излучения круговой поляризации, активно осуществляемым на синхротронах для исследования магнитного упорядочения, но, как показано в нашем тестовом эксперименте, предъявляет высокие требования к параметрам излучения источника.

**DOI:** 10.7868/S0044451018060111

#### 1. ВВЕДЕНИЕ

Фундаментальные результаты исследований магнетизма на синхротронах, полученные в последние годы, базируются на использовании поляризационных характеристик взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, что обеспечено возможностью варьировать поляризацию синхротронного излучения (СИ) и применять анализаторы поляризации рассеянного пучка. Наиболее яркие результаты демонстрируют эксперименты по исследованию магнитного кругового (ХМСD) или линейного (ХМLD) дихроизма вблизи краев поглощения, предоставляющие элементно-селективную информацию о спиновых и орбитальных составляющих магнитных моментов выделенных оболочек атомов (см. обзорные работы [1–4]). Дифракция и рефлектометрия с использованием излучения круговой поляризации (DAFS, XRMR) дополняют эти результаты пространственной селективностью.

<sup>\*</sup> E-mail: Mandreeva1@yandex.ru

<sup>\*\*</sup> E-mail: kurlyandskaya@gmail.com

<sup>\*\*\*</sup> E-mail: mukhamedzhanov@gmail.com

Например, спектры асимметрии отражения по знаку круговой поляризации, измеренные вблизи краев поглощения в разных порядках брэгговского отражения от периодических мультислоев, характеризуют распределение по глубине слоев наведенных магнитных моментов на немагнитных атомах (Au, Pt, Ce, W и др.) в прослойках с магнитными слоями с разрешением до одного атомного слоя (см., например, [5–7]). Теоретический анализ нерезонансного магнитного рассеяния показал, что поляризационные и угловые зависимости этого процесса различаются при рассеянии на спиновых и орбитальных составляющих магнитного момента атомов [8,9], поэтому анализ поляризации активно применялся в экспериментах по дифракции на магнитных кристаллах [10-18]. Измерения эффектов Фарадея и Фохта вблизи краев поглощения, выполненные как для жесткого [19,20], так и для мягкого рентгеновских излучений [21–25], также связаны с анализом поляризационных характеристик излучения, прошедшего через магнитный поглотитель. Преобразование из  $\sigma$ - в  $\pi$ -поляризацию при чисто ядерной дифракции на кристаллах гематита наблюдалось с использованием анализатора поляризации (примерно 90-градусное отражение от монокристалла бериллия) в работе [26]. Селекция по поляризации при ядерно-резонансном рассеянии проводилась в ряде работ для подавления мгновенного нерезонансного фона от электронного рассеяния в измерениях ядерного отклика по времени задержки на синхротронных станциях [27–29]. Поскольку в этом способе исследования ядерно-резонансного рассеяния информация о сверхтонких расщеплениях ядерных уровней содержится в квантовых биениях временных спектров распада возбужденных состояний ядер, оказалось возможным наблюдать процесс интерференции волн ортогональной поляризации с помощью выделения в рассеянном излучении определенной поляризации [30]. Отметим также, что в рефлектометрии поляризованных нейтронов измеряются обычно четыре кривые

$$R^{++}(Q), \quad R^{--}(Q), \quad R^{+-}(Q), \quad R^{-+}(Q),$$
 
$$Q = \frac{4\pi}{\lambda}\sin\theta,$$

причем зависимости  $R^{+-}$  и  $R^{-+}$  соответствуют отражению с переворотом спина нейтрона (что аналогично изменению поляризации), и именно эти зави-

симости несут наиболее интересную информацию о магнитном упорядочении.

В настоящее время на Курчатовском источнике синхротронного излучения (КИСИ) нет ондуляторов или поляризаторов, формирующих излучение круговой поляризации, поэтому в данной работе осуществлена попытка использовать анализ поляризации зеркально отраженного излучения для исследования магнитных эффектов вблизи краев поглощения. В результате слабый дихроичный сигнал зарегистрирован, а его угловая зависимость вполне соответствует теоретическим предсказаниям.

## 2. ТЕОРИЯ

Тензор диэлектрической проницаемости среды для рентгеновского излучения, описывающий резонансные дипольные переходы в атомах, с учетом магнитного рассеяния имеет вид [30, 31]

$$\hat{\varepsilon} = 1 + \chi_0 + i\Delta\chi_m^c \mathbf{h}^{\times} + \Delta\chi_m^l \mathbf{h} \cdot \mathbf{h}, \qquad (1)$$

где h — единичный вектор в направлении намагниченности,  $\mathbf{h}^{\times}$  — тензор, дуальный вектору  $\mathbf{h}$  (т.е.  $\mathbf{h}^{\times}\mathbf{u} = [\mathbf{h} \times \mathbf{u}]$ , где квадратные скобки соответствуют векторному произведению, и — произвольный вектор), обозначение «·» соответствует внешнему произведению векторов,  $\chi_0$  — скалярная общеизвестная часть восприимчивости среды ( $\chi = (\lambda^2/\pi)Nf(0)$ ,  $\lambda$  — длина волны рентгеновского излучения, N плотность атомов, f(0) — амплитуда рассеяния вперед на отдельном атоме; для многокомпонентных сред  $\chi$  вычисляется как соответствующая сумма по атомам разных элементов), а  $\Delta \chi_m^c$ ,  $\Delta \chi_m^l$  — магнитные добавки к восприимчивости, ответственные соответственно за круговой и линейный дихроизм. Обычно эффекты линейного дихроизма существенно меньше кругового, поэтому мы будем учитывать только  $\Delta \chi_m^c$ , т.е. представим (1) в виде

$$\hat{\varepsilon} = \begin{pmatrix} 1 + \chi_0 & -i\Delta\chi_m^c h_z & i\Delta\chi_m^c h_y \\ i\Delta\chi_m^c h_z & 1 + \chi_0 & -i\Delta\chi_m^c h_x \\ -i\Delta\chi_m^c h_y & i\Delta\chi_m^c h_x & 1 + \chi_0 \end{pmatrix}.$$
 (2)

Матричный коэффициент отражения от слоистоанизотропной среды вычисляем с помощью матриц распространения [32, 33]

$$\hat{\mathbf{M}} = \begin{pmatrix} -\frac{\varepsilon_{yz}}{\varepsilon_{zz}}\cos\theta_0 & 0 & \frac{1}{\varepsilon_{zz}}(\varepsilon_{yy}\varepsilon_{zz} - \varepsilon_{zy}\varepsilon_{yz}) & \frac{1}{\varepsilon_{zz}}(\varepsilon_{yz}\varepsilon_{zx} - \varepsilon_{yx}\varepsilon_{zz}) \\ \frac{\varepsilon_{xz}}{\varepsilon_{zz}}\cos\theta_0 & 0 & \frac{1}{\varepsilon_{zz}}(\varepsilon_{zy}\varepsilon_{xz} - \varepsilon_{xy}\varepsilon_{zz}) & \frac{1}{\varepsilon_{zz}}(\varepsilon_{xx}\varepsilon_{zz} - \varepsilon_{zx}\varepsilon_{xz}) - \cos^2\theta_0 \\ 1 - \frac{\cos^2\theta_0}{\varepsilon_{zz}} & 0 & -\frac{\varepsilon_{zy}}{\varepsilon_{zz}}\cos\theta_0 & \frac{\varepsilon_{zx}}{\varepsilon_{zz}}\cos\theta_0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$
(3)

 $(\varepsilon_{ij}$  — компоненты тензора диэлектрической проницаемости), описывающих распространение тангенциальных амплитуд поля излучения в системе координат, в которой ось z направлена по нормали к поверхности, а ось y лежит в плоскости отражения:

$$\frac{d}{dz} \begin{pmatrix} H_x(z) \\ H_y(z) \\ -E_y(z) \\ E_x(z) \end{pmatrix} = i \frac{\omega}{c} \hat{\mathbf{M}}(z) \begin{pmatrix} H_x(z) \\ H_y(z) \\ -E_y(z) \\ E_x(z) \end{pmatrix}.$$
 (4)

Подробнее алгоритм вычисления матричного коэффициента отражения  $\hat{\mathbf{R}}$  с помощью матриц распространения описан в работах [34–36], а программа расчетов находится на сайте [37].

В общем случае матрица амплитуд отражения от анизотропной среды в ортах *σ*- и *π*-поляризованного излучения может быть записана в виде

$$\hat{\mathbf{R}} = \begin{pmatrix} r_{\sigma\sigma} & r_{\sigma\pi} \\ r_{\pi\sigma} & r_{\pi\pi} \end{pmatrix}.$$
 (5)

Для *σ*-поляризованного падающего излучения коэффициент отражения будет представлен двумя составляющими:

$$I_{\sigma \to \sigma} = |r_{\sigma\sigma}|^2, \quad I_{\sigma \to \pi} = |r_{\pi\sigma}|^2, \tag{6}$$

причем именно  $I_{\sigma \to \pi}$  — поворот поляризации в процессе отражения, он характеризует эффекты магнитного кругового дихроизма.

Обычно измеряемая в XRMR-экспериментах величина асимметрии по знаку круговой поляризации представлена выражением

$$A = \frac{I_{+} - I_{-}}{I_{+} + I_{-}},\tag{7}$$

где  $I_+$ ,  $I_-$  — интенсивности отражения для излучения правой и левой круговых поляризаций. Определив для падающего излучения единичные векторы Джонса для правой и левой круговых поляризаций как

$$\mathbf{e}_{+} = \frac{-i}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1\\ i \end{pmatrix}, \quad \mathbf{e}_{-} = \frac{i}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1\\ -i \end{pmatrix}, \quad (8)$$

получаем коэффициенты отражения для правой и левой круговых поляризаций падающего излучения следующие выражения:

$$I_{+} = \frac{1}{2} \left( |r_{\sigma\sigma} + ir_{\sigma\pi}|^{2} + |r_{\pi\sigma} + ir_{\pi\pi}|^{2} \right) =$$
  
$$= \frac{1}{2} \left\{ |r_{\sigma\sigma}|^{2} + |r_{\sigma\pi}|^{2} + \frac{1}{2} \left\{ |r_{\sigma\sigma}|^{2} + |r_{\sigma\sigma}|^{2} + |r_{\pi\pi}|^{2} + \frac{1}{2} \left( \operatorname{Re} r_{\sigma\pi} \operatorname{Im} r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi} \right) + |r_{\pi\sigma}|^{2} + \frac{1}{2} \left( \operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi} \right) \right\}, \quad (9)$$

$$I_{-} = \frac{1}{2} \left( |r_{\sigma\sigma} - ir_{\sigma\pi}|^{2} + |r_{\pi\sigma} - ir_{\pi\pi}|^{2} \right) = \frac{1}{2} \left\{ |r_{\sigma\sigma}|^{2} + |r_{\sigma\pi}|^{2} - \frac{1}{2} \left\{ |r_{\sigma\sigma}|^{2} + |r_{\sigma\pi}|^{2} - \frac{1}{2} \left\{ |r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi} \right\} + |r_{\pi\sigma}|^{2} + |r_{\pi\pi}|^{2} - \frac{1}{2} \left( \operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi} \right) \right\}.$$
 (10)

Отсюда следует, что

$$(I_{+} - I_{-}) = 2(\operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} + \operatorname{Re} r_{\sigma\pi} \operatorname{Im} r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi}).$$
(11)

Таким образом, в XRMR-экспериментах дихроичные коэффициенты  $r_{\pi\sigma}$  и  $r_{\sigma\pi}$  усилены интерференцией с основными, существенно большими диагональными элементами матрицы рассеяния  $r_{\sigma\sigma}$  и  $r_{\pi\pi}$ . В эксперименте с раздельной регистрацией  $\sigma$ - и  $\pi$ -отраженных излучений недиагональные элементы матрицы рассеяния, ответственные за эффект дихроизма в отражении  $I_{\sigma\to\pi}$ , исследуются в «чистом» виде (6) и эффект ожидается существенно меньшим по величине, но, возможно, несет более интересную, или, по крайней мере, дополнительную информацию. На рис. 1 представлены результаты вычислений по точной теории коэффициентов отражения  $I_{\sigma \to \sigma}$ и  $I_{\sigma \to \pi}$  для двух моделей магнитного упорядочения. Расчеты проведены для излучения с длиной волны  $\lambda = 0.156$  нм (7930 эВ), соответствующей  $L_2$ -краю поглощения Gd. Параметры  $\chi_0$  и  $\Delta \chi_m^c$  для слоев Gd в области резонанса получены (рис.26), с учетом плотности атомов Gd в ГПУ-структуре 0.03 ат.·Å<sup>-3</sup>, на основе данных из статьи [38], в которой были определены амплитуды рассеяния для атомов Gd вблизи  $L_2$ -края поглощения при T = 20 К. Для остальных элементов комплексные значения  $\chi_0$  взяты из таблиц [39].

Расчеты наглядно демонстрируют, что в двух возможных способах исследования магнитного упорядочения (по асимметрии отражения и методом выделения повернутой поляризации отраженного излучения) кривые отражения существенно различаются, в последнем случае эффект значительно меньше, но магнитную периодичность хорошо различают оба метода (для среды с периодической магнитной структурой появляется соответствующий «магнитный» максимум).

На кривых отражения с повернутой поляризацией  $I_{\sigma \to \pi}$  выделяется яркая особенность — пик вблизи критического угла полного внешнего отражения. Эта особенность сразу наталкивает на аналогию с методом стоячих рентгеновских волн, в котором вторичное излучение, испускаемое атомами поверхностного слоя, характеризуется наличием именно такого максимума в критическом угле (см., например, [40, 41] и обзор [42]). Однако в нашем случае речь идет не о вторичном излучении, а о составляющей отраженной интенсивности. В работах [43,44] было показано, что отражение от ультратонкого слоя в присутствии отражающей среды модулируется квадратом стоячей волны. Это заключение можно обобщить на случай малых добавок к амплитуде рассеяния, т. е. вычислять  $I_{\sigma \to \pi}$  следующим образом:

$$I_{\sigma \to \pi}(\theta) = \left| \frac{i\pi}{\lambda \sin \theta} \int \chi^{\sigma \to \pi}(z) E_{\sigma}^{2}(\theta, z) \, dz \right|^{2}, \quad (12)$$

где  $\chi^{\sigma \to \pi}$  — соответствующая недиагональная компонента восприимчивости. Конкретные вычисления по точной теории и по формуле (12) оказались идентичными (при условии  $\chi_0 \gg \Delta \chi_m^c$ ), что замечательно подтверждает сделанное предположение. Следует отметить, что вычисление  $I_{\sigma \to \pi}(\theta)$  по формуле (12) требует расчетов амплитуд стоячей волны  $E_{\sigma}(\theta, z)$  в рамках только скалярной теории отражения (например, по формулам Паррата [45]), что существенно проще, чем использование 4 × 4-матриц распространения для случая анизотропных слоев.

Для использованных в расчетах параметров пик вблизи критического угла на рис. 1а составляет около 2% от пиковой интенсивности отражения в области критического угла для кривой асимметрии отражения по знаку круговой поляризации, а интенсивность пика на кривой с повернутой поляризацией составляет всего около  $4.5 \cdot 10^{-5}$  от пиковой интенсивности. Отметим, что магнитные добавки к восприимчивости у чистого гадолиния, найденные в работе [38] при T = 20 K, становятся при комнатной температуре исчезающе малыми (температура Кюри  $T_C \approx 292$  К). В соединениях или многослойных структурах с переходными металлами магнитный момент на атомах гадолиния может быть заметным при комнатной температуре, но объемная плотность атомов гадолиния уменьшается, так что магнитная добавка к восприимчивости (и соответственно высота пика вблизи критического угла) оказывается существенно меньше, чем в расчетах, представленных на рис. 1. Однако на современных синхротронах кривые рентгеновской рефлектометрии измеряются в широком угловом интервале и хороший сигнал отражения регистрируется при углах, где падение интенсивности составляет до  $10^{-7}$  от пиковой интенсивности. Это обстоятельство дало нам надежду, что эксперимент по наблюдению повернутой поляризации в отраженном пучке в принципе возможен.

#### 3. ЭКСПЕРИМЕНТ

Пробные измерения отражения с селекцией по поляризации проведены на станции ФАЗА Курчатовского источника СИ (КИСИ). Измерения проводились вблизи L2-края поглощения гадолиния (7930 эВ). Для монохроматизации синхротронного пучка использовался двухкристальный монохроматор с кристаллами Si(111). На рис. 2 представлен скан по энергии от образца [Fe/Pd/Gd/Pd]<sub>6</sub>, полученный для точной настройки монохроматора на нужную энергию фотонов  $E_{ph}$ . На рис. 26 приведены эмпирические зависимости диагональных компонент восприимчивости и магнитных добавок для гадолиния в области L2-края поглощения, позволяющие представить интервал энергий вблизи края поглощения, где магнитное взаимодействие отлично от нуля.

Исследуемые образцы помещались на постоянный магнит (приложенное поле составляло около



**Рис. 1.** Коэффициенты отражения излучения *σ*-поляризации  $I_{\sigma\to\sigma}$  и  $I_{\sigma\to\pi}$  и коэффициенты асимметрии отражения по знаку круговой поляризации (7) от полубесконечного Gd-зеркала, намагниченного в плоскости поверхности вдоль пучка СИ (*a*), и в случае спирального упорядочения магнитных моментов Gd (период 3.6 нм, 15 оборотов) в слое 54 нм (*б*)



**Рис. 2.** *а*) Зависимость выхода Gd-флуоресценции  $I_{flu}$  от энергии пучка СИ  $E_{ph}$  для образца  $[Fe/Pd/Gd/Pd]_6$  вблизи  $L_2$ -края поглощения гадолиния. Сплошная тонкая кривая — производная от графика флуоресценции. За рабочую точку принята энергия, при которой наблюдается максимум производной и где ожидается максимальный магнитный эффект. *б*) Оптические параметры, пересчитанные на основе амплитуд рассеяния, приведенных в работе [38] для гадолиния вблизи  $L_2$ -края поглощения при температуре 20 К; вертикальные пунктирные линии отмечают значения параметров, которые использовались в расчетах на рис. 1 для энергии фотонов  $E_{ph} = 7930$  эВ

1.5 кЭ), для того чтобы их намагнитить вдоль пучка СИ. Образец находился на оси «тета» многокружного гониометра Huber 5021. Съемка кривых рентгеновской рефлектометрии осуществлялась в режиме «тета-2тета». На оси «2тета» располагался кристалл-анализатор Si(422), 90-градусное отражение от которого для излучения с  $\lambda = 0.156$  нм обеспечивало подавление одной из поляризаций в отраженном пучке ( $2\theta_B = 89.682^\circ$ ). Кристалл-анализатор вместе с детектором мог поворачиваться на угол 90° относительно оси отраженного пучка и, таким образом, регистрировать отраженное излучение селективно по  $\sigma$ - или  $\pi$ -поляризации. Отраженное от кристалла-анализатора излучение регистрировалось сцинтилляционным детектором.

Перед началом эксперимента проведены измерения поляризации синхротронного пучка КИСИ, которая оказалась смесью  $\sigma$ - и  $\pi$ -поляризаций  $I_0^{\sigma}$  и  $I_n^{\pi}$ .



**Рис. 3.** Зависимость экваториального магнитооптического эффекта (ТКЕ, Т-МОКЕ) для образца Ti(10 нм)/ GdCo(250 нм)/Ti(10 нм) от энергии фотонов  $E_{ph}$  (*a*) и приложенного поля (*б*). Кривая намагниченности подтверждает, что внешнее поле, равное примерно 1.5 кЭ, полностью намагничивает образец

Соотношение  $\sigma$ - и  $\pi$ -поляризаций в пучке зависит от вертикального смещения пучка СИ из поворотного магнита электронного накопителя и при нестабильном положении пучка относительно используемой оптики оно менялось, что было выявлено в серии нескольких замеров в разные периоды работы.

Выбор образца для наблюдения магнитного рассеяния с помощью повернутой поляризации оказался непростым. Для  $L_{2,3}$ -краев поглощения переходных металлов, где эффект может быть максимальным, измерения на Курчатовском источнике (КИСИ) невозможны, они требуют создания вакуумированных станций, поскольку эти края лежат в области мягкого рентгеновского излучения  $(E_{ph} < 1 \text{ кэB})$ . Редкоземельные металлы, у которых L<sub>2,3</sub>-края поглощения находятся в жесткой области спектра, магнитны только при гелиевых температурах, что также в настоящее время нереализуемо на станции «ФАЗА» КИСИ. Только гадолиний имеет температуру Кюри  $T_C = 292$  К, однако при увеличении температуры от 20 К до комнатной магнитная добавка к восприимчивости существенно уменьшается [38], и ожидаемый эффект становится исчезающе малым. В соединениях с переходными металлами или в многослойных структурах типа [Gd/TM], где ТМ — переходный магнитный металл, происходит увеличение  $T_C$  для подрешетки Gd [46–50]. В работе [49] при комнатной температуре наблюдалась асимметрия по знаку круговой поляризации при отражении от многослойной структуры [Gd/Fe]75 на М-крае поглощения гадолиния. Отметим, что многослойные структуры [Gd/TM] очень интересны для технологических приложений [51–53] (спиновые переключатели, формирование скирмионов).

Первая попытка зарегистрировать отражения с повернутой поляризацией в критическом угле или в «магнитном» максимуме сделана для образца Si//  $Cr(5.0)/[Fe(3.5)/Pd(0.8)/Gd(5.0)/Pd(0.8)]_6/Cr(3.0)$ (толщины слоев указаны в нм), в котором предантиферромагнитное полагалось межслойное упорядочение. Однако периодическая структура оказалась несовершенной, а ожидаемый магнитный эффект оказался слишком малым для его наблюдения. Очевидно, что прослойка палладия существенно уменьшила влияние ферромагнитных слоев железа на намагниченность слоев гадолиния. Измерения на этом образце выявили необходимость корректировки методики измерений: оказалось, что при измерении отражения с анализатором поляризации  $I_{\sigma \to \pi}$  небольшой скос образца относительно горизонтали может увести отраженный пучок из приемной апертуры кристалла анализатора, что и наблюдалось в первом эксперименте [54] как резкое падение интенсивности с увеличением угла скольжения.

Для следующего эксперимента выбран образец Ti(10 нм)/Gd<sub>0.23</sub>Co<sub>0.77</sub>(250 нм)/Ti(10 нм). Магнитные измерения для этого образца определили температуру компенсации  $T_{comp} \approx 433$  K [51], так что при комнатной температуре можно было заведомо ожидать магнитное упорядочение подрешетки гадолиния. Для этого образца проведены измере-



Рис. 4. Двумерные сканы отражения (по углу скольжения  $\theta$  и по углу выхода из плоскости отражения  $\psi$ ) для излучения с энергией фотонов  $E_{ph} = 7930$  эВ от образца Ti(10 нм)/GdCo(250 нм)/Ti(10 нм) с селекцией  $\sigma$  (*a*)- и  $\pi$  (*б*)-отраженных излучений. Отметим, что время измерения в каждой точке для кривых с  $\pi$ -селекцией (*б*) было в два раза больше, чем при  $\sigma$ -селекции (*a*)

ния экваториального магнитооптического эффекта (T-MOKE) при комнатной температуре, результаты которых представлены на рис. 3. Отличие полученных спектров от спектров поликристаллического кобальта показало, что в данном образце хорошо проявляется вклад от атомов Gd в T-MOKE и, следовательно, в суммарную намагниченность.

С учетом полученного в эксперименте с первым образцом опыта, измерения кривых отражения для этого образца с анализатором поляризации выполнялись пошагово: для каждого угла скольжения проводилось сканирование по углу выхода  $\psi$ из плоскости отражения, чтобы учесть возможный скос образца (рис. 4). Рефлектометрические кривые отдельно для *σ*- и *π*-отраженных излучений получались интегрированием сканов по углу  $\psi$ , нормированных в каждой точке на интенсивность падающего на образец излучения для учета нестабильности пучка, и последующего умножения на среднюю падающую интенсивность (рис. 5). Корректное сравнение интегралов сканов по  $\psi$  при малых углах скольжения (где магнитное рассеяние, как следует из теории, отсутствует) определило смесь интенсивностей σ- и π-поляризаций в падающем пучке в данном эксперименте как  $I_0^{\sigma}/I_0^{\pi} \approx 49$ .

# 4. РЕЗУЛЬТАТЫ

Присутствие в падающем пучке излучения значительной доли *π*-поляризации (около 2%) суще-



Рис. 5. Угловые зависимости отражения с селекцией отраженного излучения по поляризации, полученные интегрированием  $\psi$ -сканов, представленных на рис. 4

ственно усложнило возможность наблюдения эффекта дихроизма в отраженном излучении (повернутой из  $\sigma$ - в  $\pi$ -компоненты  $I_{\sigma \to \pi}$ ). Исходя из того, что при скользящих углах падения доминантные коэффициенты отражений  $\sigma \to \sigma$  и  $\pi \to \pi$  имеют одинаковые зависимости, вычитая из кривой, измеренной с  $\pi$ -селекцией, кривую с  $\sigma$ -селекцией отраженного пучка с соответствующим коэффициентом, мы получили искомую угловую зависимость для  $\sigma \to \pi$ -отражения  $I_{\sigma \to \pi}(\theta)$ , представленную на рис. 6.



Рис. 6. *a*) Полученные экспериментальные кривые отражения без анализа поляризации (левая логарифмическая шкала) и  $I_{\sigma \to \pi}(\theta)$  (правая нормальная шкала) от образца  $Ti(10 \text{ нм})/Gd_{0.23}Co_{0.77}(250 \text{ нм})/Ti(10 \text{ нм})$  для энергий фотонов  $E_{ph} = 7930$  эВ (•) и 7920 эВ (•). Зависимости  $I_{\sigma \to \pi}(\theta)$  нормированы в тех же единицах, что и экспериментальная кривая с  $\pi$ -селекцией на рис. 5. Символы — зависимости, полученные из эксперимента, сплошные линии — теоретические зависимости. *б*) Полученные в результате подгонки экспериментальных зависимостей профили распределения восприимчивости (электронной плотности), а также магнитной добавки

Несмотря на плохую статистику, слабый пик в критическом угле на угловой зависимости прослеживается. Пик имеет высоту примерно 40 отсчетов и получен путем вычитания двух сигналов, превышающих это значение на много порядков. В этой области углов сигнал с *п*-селекцией составляет порядка 10<sup>3</sup>, т.е. ожидаемый статистический разброс должен составлять около 30, т.е. высота пика очень ненамного превышает статистический шум. Отметим, что кроме статистического шума эксперимент осложнялся нестабильностью пучка, что заметно уже на  $\psi$ -сканах рис. 4 как негладкость измеряемых кривых при малых углах. Интегральный способ измерения кривых с селекцией по поляризации несколько сглаживал эти погрешности, но не всегда, и на кривых имелись выбитые точки. В то же время мы исключаем сдвиг по углу в одной кривой относительно другой (это тоже вполне могло привести к возникновению пика в разностном сигнале), поскольку сама установка отличается большой стабильностью. С учетом того, что  $I_{\sigma \to \sigma}(\theta) \approx$  $\approx I_{\pi\to\pi}(\theta)\cdot 49$  (так как  $I_0^\sigma/I_0^\pi\approx 49),$ абсолютный эффект  $I_{\sigma \to \pi}^{max} / I_{\sigma \to \sigma}(\theta \to 0) \approx 1.5 \cdot 10^{-6}$  очень мал, что приблизительно в 30 раз меньше расчетного значения для идеальной модели чистого гадолиния при T = 20 К на рис. 1*а*.

Контрольные измерения аналогичных зависимостей для энергии фотонов вне края поглощения  $(E_{ph} = 7920 \text{ эВ})$ , где магнитные добавки к амплитуде рассеяния отсутствуют, не обнаружили какого-либо всплеска интенсивности при критическом угле (рис. 6*a*).

Подгонка рефлектометрической кривой без селекции по поляризации проводилась путем варьирования по глубине концентрации разного вида атомов с известными вкладами в восприимчивость (для гадолиния эти значения отмечены на рис. 2а) и дала суммарные профили распределения восприимчивости по глубине  $\operatorname{Re} \chi_0(z)$ ,  $\operatorname{Im} \chi_0(z)$  в поверхностном слое нашего образца, представленные на рис. 66 (слой Gd<sub>0.23</sub>Co<sub>0.77</sub> толщиной 250 нм при рассматриваемых углах скольжения можно считать полубесконечной подложкой). Профили показывают наличие достаточно размытого поверхностного слоя титана и интерфейсного слоя Ti/Gd<sub>0.23</sub>Co<sub>0.77</sub>, вследствие чего суммарная толщина верхнего слоя, определяющая период осцилляций на кривой суммарного отражения, оказалась несколько больше номинальной.

Профиль изменения магнитной добавки мы связали изначально с полученным профилем изменения концентрации атомов Gd. Абсолютная величина этого профиля варьировалась для сопоставления высоты экспериментального пика в критическом угле (примерно  $1.5 \cdot 10^{-6}$ ) с теоретическим расчетом  $I_{\sigma \to \pi} = |r_{\pi\sigma}|^2$  по точной матричной теории отраже-



Рис. 7. Иллюстрация влияния профилей распределения по глубине магнитной добавки в интерфейсе  $Ti/Gd_{0.23}Co_{0.77}$  (сплошные толстая и тонкая линии на рис. a) на высоту и положение коэффициентов отражения с повернутой поляризацией  $I_{\sigma\to\pi}(\theta)/I_0^{\sigma}$ , представленных соответствующими линиями на рис. b. Пунктирные и штриховые кривые на рис. a изображают профили квадрата стоячей волны при трех углах скольжения, которые выступают «весовыми множителями» при интегрировании профиля магнитной добавки к восприимчивости при вычислении  $I_{\sigma\to\pi}(\theta)$  согласно формуле (12)

ния (как уже отмечалось, результат проверялся и совпадал с вычислениями, использующими приближенный алгоритм (12)).

Поскольку согласно (12) отражение с *π*-селекцией можно вычислять как интеграл по глубине от магнитных компонент восприимчивости с «весом», соответствующим квадрату стоячей рентгеновской волны (четвертой степени поля излучения), на рис. 7 мы показали рассчитанный профиль квадрата стоячей волны в нашей структуре для нескольких углов скольжения в окрестности пика на кривой  $I_{\sigma \to \pi}(\theta)$ . Эта иллюстрация показывает, что наблюдаемый сигнал с *п*-селекцией для нашего образца в основном формируется в интерфейсной области, где концентрация атомов гадолиния и магнитная составляющая восприимчивости малы, что объясняет дополнительное уменьшение эффекта (кроме концентрационного коэффициента 0.23 и ожидаемой температурной поправки) по сравнению с идеальным расчетом за счет того, что магнитный слой в исследуемом образце расположен на значительной глубине. Полученное значение магнитной добавки к восприимчивости в самом слое Gd<sub>0.23</sub>Co<sub>0.77</sub> в результате подгонки высоты пика на рис. 6а соответствует несколько меньшему значению магнитной добавки к амплитуде рассеяния, чем та, что получена в работе [38] для T = 20 К (пересчетный коэффициент составил примерно 0.87), что естественно для комнатной температуры.

Погрешности в определении плотности атомов гадолиния в интерфейсной области и при нахождении величины эффекта, возникающие вследствие необходимости вычитания двух близких по величине экспериментальных зависимостей, не позволяют в данном эксперименте получить точное значение магнитного момента гадолиния при комнатной температуре, как нам хотелось. Но, как мы надеемся, дальнейшее усовершенствование эксперимента (например, использование поляризатора для падающего излучения) позволит проводить элементнои пространственно-селективные магнитные исследования с помощью протестированной методики.

## 5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Магнитный дихроизм для рентгеновского излучения вблизи краев поглощения — это важнейший инструмент исследования магнетизма на синхротронах. В нашей работе проведен эксперимент с линейной поляризацией синхротронного излучения по регистрации эффекта дихроизма при отражении от магнитоупорядоченной пленки  $Gd_{0.23}Co_{0.77}$  с помощью анализа поляризации отраженного излучения. Эксперимент осуществлен на станции «ФАЗА» КИ-СИ. Измерения проводились вблизи  $L_2$ -края поглощения гадолиния (7930 эВ) в постоянном магнитном поле, направленном вдоль пучка. Теория предсказывает появление пика для ортогональной (к падаю-

щей) поляризации вблизи критического угла полного внешнего отражения, что и продемонстрировано (хотя и на грани чувствительности метода) в первом эксперименте. Отметим, что такой же пик зарегистрирован в эксперименте, недавно проведенном на Европейском источнике синхротронного излучения (ESRF) [55,56], с анализом повернутой поляризации при мессбауэровском отражении от магнитоупорядоченного образца [<sup>57</sup>Fe/Cr]<sub>30</sub>.

Поляризационный анализ отраженного излучения, в принципе, открывает новый канал магниточувствительной информации об исследуемых объектах. Он не дублирует кривые асимметрии по знаку круговой поляризации и представляет чисто магнитную информацию (а не интерференцию нерезонансного и магнитного рассеяний), поэтому с теоретической точки зрения эти результаты легче интерпретировать. Последнее обстоятельство важно в случае исследований сложных профилей магнитного упорядочения. Совершенствование синхротронных источников и модернизация эксперимента должны обеспечить дальнейшее развитие протестированной методики.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты №№ 15-02-01502, 16-02-00887-а).

# ЛИТЕРАТУРА

- 1. С. Г. Овчинников, УФН 169, 869 (1999).
- J. B. Kortright, D. D. Awschalom, J. Stöhr et al., J. Magn. Magn. Mater. 207, 7 (1999).
- G. van der Laan, J. Phys.: Conf. Ser. 430, 012127 (2013).
- C. Sorg, A. Scherz, K. Baberschke et al., Phys. Rev. B 75, 064428 (2007).
- N. Ishimatsu, H. Hashizume, S. Hamada et al., Phys. Rev. B 60, 9596 (1999).
- L. Sève, N. Jaouen, J. M. Tonnerre et al., Phys. Rev. B 60, 9662 (1999).
- N. Jaouen, G. van der Laan, T. K. Johal et al., Phys. Rev. B 70, 094417 (2004).
- F. de Bergevin and M. Brunel, Acta Cryst. A 37, 314 (1981).
- M. Blume and D. Gibbs, Phys. Rev. B 37, 1779 (1988).
- D. E. Moncton, D. Gibbs, and J. Bohr, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 246, 839 (1986).

- D. Gibbs, D. R. Harshman, E. D. Isaacs et al., Phys. Rev. Lett. 61, 1241 (1988).
- 12. J. Bohr, D. Gibbs, J. D. Axe et al., Physica B 159, 93 (1989).
- D. B. McWhan, C. Vettier, E. D. Isaacs et al., Phys. Rev. B 42, 6007 (1990).
- 14. J. Bohr, J. Magn. Magn. Mater. 83, 530 (1990).
- S. Langridge, G. H. Lander, N. Bernhoeft et al., Phys. Rev. B 55, 6392 (1997).
- V. Fernandez, C. Vettier, F. de Bergevin et al., Phys. Rev. B 57, 7870 (1998).
- W. Neubeck, C. Vettier, V. Fernandez et al., J. Appl. Phys. 85, 4847 (1999).
- 18. R. Caciuffo, L. Paolasini, A. Sollier et al., Phys. Rev. B 65, 174425 (2002).
- D. P. Siddons, M. Hart, Y. Amemiya et al., Phys. Rev. Lett. 64, 1967 (1990).
- 20. S. P. Collins, J. Phys.: Condens. Matter 11, 1159 (1999).
- 21. J. B. Kortright, M. Rice, and R. Carr, Phys. Rev. B 51, 10240 (1995).
- 22. J. B. Kortright, M. Rice, S.-K. Kim et al., J. Magn. Magn. Mater. 191, 79 (1999).
- H.-Ch. Mertins, F. Schäfers, A. Gaupp et al., Phys. Rev. B 61, R874 (2000).
- 24. J. B. Kortright and Sang-Koog Kim, Phys. Rev. B 62, 12216 (2000).
- 25. H.-Ch. Mertins, P. M. Oppeneer, J. Kuneš et al., Phys. Rev. Lett. 87, 047401 (2001).
- 26. D. P. Siddons, J. B. Hastings, G. Faigel et al., Phys. Rev. Lett. 62, 1384 (1989).
- 27. T. S. Toellner, E. E. Alp, W. Sturhahn et al., Appl. Phys. Lett. 67, 1993 (1995).
- 28. D. P. Siddons, U. Bergmann, and J. B. Hastings, Phys. Rev. Lett. 70, 359 (1993).
- 29. D. P. Siddons, U. Bergmann, and J. B. Hastings, Hyperfine Interactions 123/124, 681 (1999).
- 30. J. P. Hannon, G. T. Trammell, M. Blume, et al., Phys. Rev. Lett. 61, 1245 (1988).
- 31. S. A. Stepanov and S. K. Sinha, Phys. Rev. B 61, 15302 (2000).

- 32. Р. Аззам, Н. Башара, Эллипсометрия и поляризованный свет (пер. под ред. А. В. Ржанова, К. К. Свиташева), Мир, Москва (1981).
- **33**. Г. Н. Борздов, Л. М. Барковский, В. И. Лаврукович, Журн. прикл. спектр. **25**, 526 (1976).
- 34. M. A. Andreeva and A. G. Smekhova, Appl. Surf. Sci. 252, 5619 (2006).
- 35. Е. Е. Одинцова, М. А. Андреева, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 11, 46 (2010).
- M. A. Andreeva and Y. L. Repchenko, Crystall. Rep. 58, 1037 (2013).
- **37**. М. А. Андреева, Ю. Л. Репченко, http://kftt.phys. msu.ru/index.php?id=47.
- 38. Y. Choi, D. Haskel, R. E. Camley et al., Phys. Rev. B 70, 134420 (2004).
- 39. http://henke.lbl.gov/optical constants/getdb2.html.
- 40. B. L. Henke, Phys. Rev. A 6, 94 (1972).
- 41. G. M. Bedzyk, J. S. Bommarito, and J. S. Schildkraut, Phys. Rev. Lett. 62, 1376 (1989).
- **42**. М. В. Ковальчук, Н. Н. Новикова, С. Н. Якунин, Природа № 12, 3 (2012).
- 43. М. А. Андреева, Б. Линдгрен, Письма в ЖЭТФ 76, 833 (2002).
- 44. M. A. Andreeva and B. Lindgren, Phys. Rev. B 72, 125422 (2005).
- 45. L. G. Parratt, Phys. Rev. 95, 359 (1954).

- 46. R. Hasegawa, R. J. Gambino, and R. Ruf, Appl. Phys. Lett. 27, 512 (1975).
- 47. R. C. Taylor and A. Gangulee, J. Appl. Phys. 47, 4666 (1976).
- 48. N. Kawamura, M. Suzuki, H. Maruyama et al., J. Synchrotron Rad. 8, 425 (2001).
- 49. E. Meltchakov, H.-Ch. Mertins, M. Scheer et al., J. Magn. Magn. Mater. 240, 550 (2002).
- 50. М. В. Рябухина, Е. А. Кравцов, Д. В. Благодатков и др., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования № 1, 46 (2015).
- 51. А. В. Свалов, Г. В. Курляндская, К. Г. Балымов и др., Физика металлов и металловедение 117, 907 (2016).
- 52. A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, and V. O. Vas'kovskiy, Appl. Phys. Lett. 108, 063504 (2016).
- 53. J. C. T Lee, J. Chess, S. A. Montoya et al., arXiv: 1603.07882v1.
- 54. М. А. Андреева, Р. А. Баулин, М. М. Борисов и др., «Рентгеновская оптика — 2016» (Черноголовка, 26–29 сентября 2016 г.), докл. конференции, с. 6.
- 55. M. A. Andreeva, R. A. Baulin, A. I. Chumakov et al., International Conference on the Applications of the Mössbauer Effect — ICAME 2017 (St. Petersburg, 3–8 Sept. 2017), Conference Programme, p. 37.
- 56. M. A. Andreeva, R. A. Baulin, A. I. Chumakov, and R. Rüffer, submitted to J. Appl. Phys. (2018).