

УДК 53.08

НИЗКОПЕРИОДИЧЕСКИЕ МНОГОСЛОЙНЫЕ ПЛЕНКИ Ti/Ni_xMo_y С ВАРЬИРУЕМОЙ КВАЗИОДНОРОДНОЙ СТРУКТУРОЙ ДЛЯ НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕРИИ

© 2023 г. М. В. Авдеев^a, *, И. В. Гапон^b, Д. Меркель^b,
М. Ердаулетов^{a, c, d}, Д. М. Джансейтов^{c, d}, Т. В. Тропин^a

^aЛаборатория нейтронной физики им. И.М. Франка,
Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Московская область, 141980 Россия

^bИсследовательский центр Вигнера, Венгерская академия наук,
Будапешт, 1121 Венгрия

^cИнститут ядерной физики, Министерство энергетики Республики Казахстан,
Алматы, 050032 Казахстан

^dЕвразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева,
Нур-Султан, 010000 Казахстан

*e-mail: avd@nf.jinr.ru

Поступила в редакцию 30.11.2022 г.

После доработки 26.01.2023 г.

Принята к публикации 26.01.2023 г.

Приведены результаты тестирования многослойных гетероструктур Ti/Ni_xMo_y с малым периодом подслоев на предмет практического применения квазиоднородного подхода с варьированием плотности эффективной длины рассеяния тонких (толщина <100 нм) пленок в экспериментах методом нейтронной рефлектометрии зеркального отражения с изменяющейся границей раздела. С помощью изменения эффективной плотности длины рассеяния пленок предлагается варьировать контраст между компонентами сложных границ раздела (состоящих из нескольких компонентов, в том числе имеющих коллоидную природу), повышая таким образом чувствительность и информативность нейтронного эксперимента, проводимого в режиме *in situ*. Структуры с разным соотношением толщин подслоев Ni_xMo_y и Ti синтезированы магнетронным напылением. На основе анализа кривых зеркального отражения нейтронов сделан вывод о применимости однородного приближения.

Ключевые слова: тонкие пленки, поверхности многослойные структуры, нейтронная рефлектометрия, эксперименты *in situ*.

DOI: 10.31857/S1028096023080046, **EDN:** OBLHMB

ВВЕДЕНИЕ

Сегодня большой интерес проявляется к *in situ* исследованиям скрытых границ раздела, структура которых меняется во времени при изменении внешних условий или функционирования системы, где располагается данная граница раздела. Для этой цели активно развивается нейтронная рефлектометрия. В соответствующих экспериментах плоскоколлимированный пучок тепловых нейтронов проходит через сравнительно массивный (толщина >1 см, длина >5 см) монокристалл кремния или кварца с достаточно высоким (на уровне 80%) пропусканием. Пучок падает и отражается от изучаемой плоской поверхности кристаллической подложки под малыми (около 10 мрад) углами скольжения. Поверхность подложки предварительно модифицируется в зависимости от цели исследования. Из измеренной в экспери-

менте кривой зеркального отражения как функции проекции переданного импульса, q_z , на нормаль к границе раздела (условно направление z) получают профиль распределения плотности длины рассеяния (ПДР) вдоль нормали.

Наличие достаточно резких границ между компонентами на подложке во многих случаях позволяет представить профиль ПДР в виде слоистой структуры. Задачей эксперимента является обнаружение и анализ изменений такого профиля, показывающих структурную эволюцию приграничной области. Зачастую соответствующие изменения кривых зеркального отражения довольно малы, в связи с чем возникает вопрос об оптимизации исходной конфигурации системы для усиления этих изменений, возникающих в ответ на отклонения структуры от ее исходного состояния [1]. Несмотря на то, что любая кривая отра-

жения является неявной функцией многих параметров, в том числе средних значений ПДР слоев, толщин слоев и параметров шероховатости межслоевых границ, исходная структура профиля ПДР хорошо известна, так что лишь небольшое число новых параметров, соответствующих изменениям границы раздела (появление новых слоев, изменение плотности исходных слоев и т.п.), отвечают за обсуждаемые изменения. Такого рода эксперименты по нейтронной рефлектометрии проводились недавно [2–6] при изучении образования межфазной границы твердого электролита (SEI) и литирования плоских металлических электролитов из жидкого электролита. Перспективным видится расширение данного экспериментального опыта на более сложные границы раздела с твердыми электролитами в литий-ионных источниках, а также слоистые структуры в перовскитных фотovoltaиках [7].

Общее рассмотрение оптимизации эксперимента нейтронной рефлектометрии для выявления малых изменений границ раздела в *in situ* экспериментах [8, 9] показывает, что для этой цели необходимо реализовать характерные соотношения между ПДР компонентов в исследуемой системе. В системах с жидким компонентом контрасты между компонентами можно изменять, варьируя ПДР жидкой фазы с помощью изотопного замещения D/H. Тем не менее, даже в этом случае существуют ограничения на вариацию контрастов, которые можно избежать, используя другую потенциальную возможность, а именно изменение ПДР твердых компонент. Данная проблема становится особенно актуальной при изучении границ раздела между твердыми средами, где замещение D/H затруднено.

Изменение средней ПДР слоя на границе раздела может быть реализовано путем нанесения квазиоднородной многослойной структуры с достаточно малыми периодами подслоев. Идея основана на том факте, что на практике q_z -разрешение эксперимента нейтронной рефлектометрии ограничено. Особенно это касается *in situ* измерений, когда необходимо получить серию кривых отражения в одинаковых условиях и с достаточно высокой статистикой за как можно меньшее время измерения. Для многослойной структуры с малым периодом модуляция начальной части кривой отражения в основном определяется средней ПДР всего слоя. В этом случае эффективная модель профиля ПДР в виде монослоя с уменьшенным числом параметров может быть использована в качестве начального профиля ПДР перед малыми изменениями границы раздела. По сравнению с трудоемкими экспериментами нейтронной рефлектометрии с высоким разрешением, в которых анализируется тонкая структура границы раздела, в данном случае задача эксперимента состоит в получении кривых отражения с доста-

точной статистикой в ограниченном диапазоне q_z , которые можно интерпретировать в рамках простой эффективной модели. Потеря в разрешении компенсируется возможностью повысить чувствительность нейтронного эксперимента к малым изменениям приграничной области за счет варьирования ПДР твердого компонента. Среднее значение ПДР данного компонента можно варьировать, регулируя относительную толщину подслоев. Подходящими кандидатами для этого являются многослойные пленки Ti/Ni_xMo_y . Использование вместо чистого Ni (ПДР $9.41 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$) соединений Ni_xMo_y (доля Mo > 10 мас. %) мотивируется отсутствием в нем ферромагнитного упорядочения. Использование чистого Ni приводит к дополнительному магнитному рассеянию нейтронов и усложняет эксперимент. Использование Ti (ПДР $-1.93 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$) позволяет перекрыть широкий диапазон средней ПДР слоя. Многослойные пленки Ti/Ni_xMo_y , полученные методом магнетронного напыления, широко применяются в нейтронных суперзеркалах [10]. Составляющие их материалы обладают хорошей адгезией к кремнию и кварцу, что определяет хорошее качество и стабильность практических многослойных структур большой площади при сравнительно низкой себестоимости их изготовления. Использование двух независимых мишений Ni_xMo_y и Ti в процедуре напыления обеспечивает удобное регулирование ПДР пленки по сравнению с синтезом и использованием каждый раз отдельной мишени Ti/Ni_xMo_y с заданным составом. Применение магнетронного напыления необходимо, так как речь идет о сравнительно больших (несколько десятков cm^2) площадях напыления. Отметим, что обсуждаемые многослойные структуры перспективны для экспериментов по нейтронной рефлектометрии на системах, где важную роль играет оксид титана. В частности, к ним относятся границы раздела между суперсмачивающими растворами и оксидами металлов [11]. Сегодня большое внимание уделяется использованию оксида титана в солнечных батареях [12], в том числе на основе перовскитных фотovoltaиков [7]. Оксидированный слой титана легко может быть организован регулируемым образом [13] поверх обсуждаемых многослойных структур.

Целью данной работы является экспериментальная проверка практической реализации квазиоднородного приближения применительно к многослойным гетероструктурам типа Ti/Ni_xMo_y с различным соотношением толщин подслоев Ti и Ni_xMo_y в бислое. Сначала приведены простые теоретические оценки диапазона q_z , где справедливо однородное приближение для рассматриваемых структур. Затем представлен анализ экспериментальных кривых отражения нейтронов. Задача состоит в рассмотрении того, как умень-

шение толщин подслоев вплоть до предельно малых значений при использовании магнетронного напыления влияет на качество кривых зеркального отражения в отношении использования при моделировании однородного приближения.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОЦЕНКИ

Идея рассматриваемого подхода проиллюстрирована на рис. 1, где номинальный профиль ПДР нейтронов тонкопленочной многослойной структуры $\text{Ti}/\text{Ni}_x\text{Mo}_y$ (здесь пучок нейтронов из воздуха падает на Ni_xMo_y) показан вместе с однородным приближением, соответствующим некоторой эффективной ПДР пленки. Для простоты границы между подслоями приняты абсолютно ровными (без переходных слоев). Разумно предположить, что эффективная ПДР, ρ_e , в однородном приближении определяется средней ПДР всего слоя, ρ_m , которая, в свою очередь, повторяет среднюю ПДР одного двойного слоя $\text{Ti}/\text{Ni}_x\text{Mo}_y$, зависящую от соотношения между толщинами подслоев Ni_xMo_y и Ti как:

$$\rho_m = (d/l)\rho_1 + (l - d/l)\rho_2, \quad (1)$$

где ρ_1, ρ_2 – плотности длины рассеяния подслоев Ni_xMo_y и Ti соответственно; l – толщина одного бислоя; d – толщина подслоя Ni_xMo_y . При достаточно малой l и, следовательно, большом числе бислоев N эффективную ПДР квазигомогенной пленки можно варьировать в некотором интервале, изменяя отношение d/l в процедуре осаждения.

Качественная оценка диапазона q_z , в котором справедлив квазиоднородный подход, легко может быть сделана в рамках первого борновского приближения. Использование данного подхода оправдано тем, что отклонения от однородных приближений в системе на рис. 1 имеют место при достаточно высоких значениях q_z относительно критического q_{zc} . Чтобы избежать громоздких выражений, положим $\rho_s = \rho_2 = 0$ (где ρ_s – ПДР подложки). Тогда амплитуда рассеяния от N бислоев представляет собой сумму плоских волн, определяемых соответствующими границами типа функции Хевисайда:

$$\begin{aligned} r \propto & \frac{4\pi}{q_z^2} \rho_1 \sum_{n=0}^{N-1} \left(e^{-iq_z nl} - e^{-iq_z(nl+d)} \right) = \\ & = \frac{4\pi}{q_z^2} \rho_1 \frac{\left(1 - e^{-iq_z d} \right) \left(e^{-iq_z l N} - 1 \right)}{e^{-iq_z l} - 1}. \end{aligned} \quad (2)$$

Соответствующая отражательная способность $R = rr^*$ представляется как:

$$R = \frac{16\pi^2}{q_z^4} 2\rho_1^2 \frac{(1 - \cos(q_z d))(1 - \cos(q_z l N))}{(1 - \cos(q_z l))}. \quad (3)$$

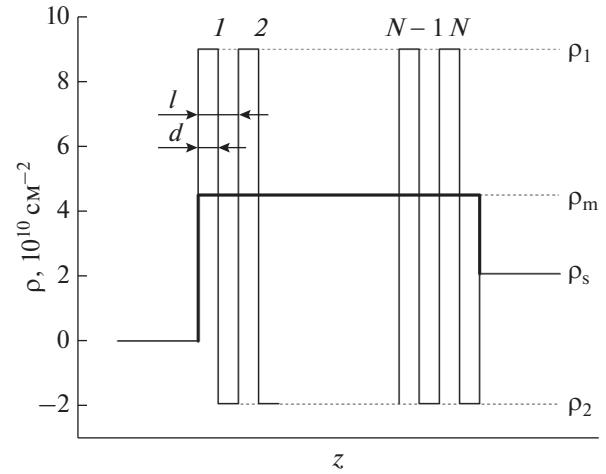


Рис. 1. Условный профиль плотности длины рассеяния для многослойной системы $\text{Ti}/\text{Ni}_x\text{Mo}_y$ с N повторяющимися бислоями на кремниевой подложке. Обозначены: общая толщина бислоя l ; толщина первого слоя в бислоне d ; плотности слоев в бислоне ρ_1, ρ_2 , и средняя плотность ρ_m , соответствующая эффективному профилю монослоя в однородной аппроксимации.

Таким образом, отражательная способность однородного однородного слоя с толщиной lN , $R_{\text{homo}} \sim \sim 2(1 - \cos(q_z lN))/q_z^4$, модулируется факторами, соответствующими отклонениям от однородной структуры. Формальный предел $l \rightarrow 0$ ($N \rightarrow \infty$, $d \rightarrow 0$, $d/l = \text{const}$) дает для этого слоя эффективную ПДР, $\rho_e = (d/l)\rho_1$, которая в общем случае (произвольные ρ_s, ρ_2) преобразуется в:

$$\rho_e = \rho_m. \quad (4)$$

Из (3) получаем соотношения:

$$\frac{R}{R_{\text{homo}}} = \frac{\rho_1^2 1 - \cos(q_z d)}{\rho_e^2 1 - \cos(q_z l)} = 1 \pm \varepsilon, \quad (5)$$

где ε – заданное относительное отклонение отражательной способности квазиоднородного слоя от отражательной способности эффективного однородного слоя. Выражения (5) дают значение q_z , выше которого аппроксимация не удовлетворяет выбранной точности. Рис. 2 демонстрирует графическое решение уравнения (5) для $\varepsilon = 0.1$ и характерных значений d при $l = 15 \text{ \AA}$. Как видно из рисунка, максимальное значение q_z , где однородное приближение обладает достаточной точностью, варьируется с изменением d и находится в примерном диапазоне $0.075\text{--}0.095 \text{ \AA}^{-1}$. При уменьшении l этот интервал смещается в сторону больших значений.

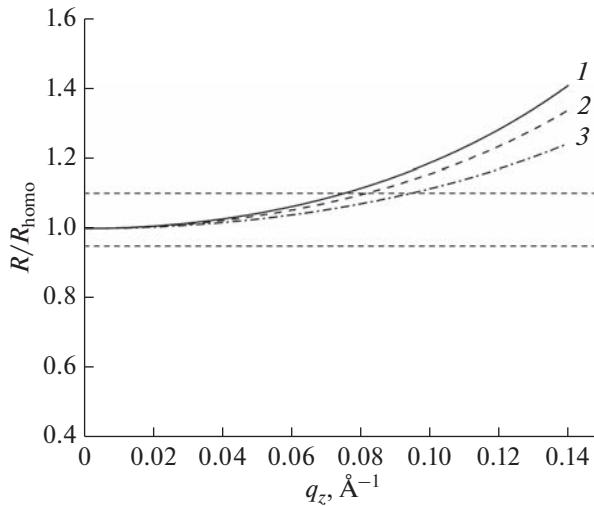


Рис. 2. Графическое решение уравнения (5) для $\varepsilon = 0.1$ и характерных значений d при $l = 15 \text{ \AA}$: зависимость $1 - d = 5 \text{ \AA}$; зависимость $2 - d = 7 \text{ \AA}$; зависимость $3 - d = 10 \text{ \AA}$. Горизонтальные пунктирные линии ограничивают диапазон $1 \pm \varepsilon$.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Две тонкие пленки с многослойными структурами (по 20 бислоев Ti/Ni_{0.9}Mo_{0.1} в каждой) были предоставлены компанией Mirrotron Ltd. (Венгрия) [14]. Пленки были приготовлены на установке магнетронного напыления постоянного тока (площадь покрытия $<0.2 \text{ m}^2$, базовое давление 10^{-6} Торр, два одиночных прямоугольных планарных магнетрона с прямым водяным охлаждением, вертикальное положение, напыление постоянной мощности, очистка тлеющим разрядом в загрузочная шлюзовая камера). Подложки из монокристаллического кремния ($40 \times 40 \times 0.5 \text{ mm}$, ориентация плоскости поверхности $\langle 111 \rangle$, шероховатость $<0.5 \text{ nm}$) были приобретены в Holm GmbH (Германия). В случае второго компонента бислоя в качестве мишени использовался сплав Ni_{0.9}Mo_{0.1} с 16.8 мас. % Mo. Пленки наносились на одну сторону монокристаллической кремниевой подложки; номинальные параметры: Si (кристалл)/[Ti 7 Å/Ni_{0.9}Mo_{0.1} 7 Å]₂₀, Si (кристалл)/[Ti 5 Å/Ni_{0.9}Mo_{0.1} 10 Å]₂₀.

Кривые зеркального отражения нейтронов были измерены на рефлектометре GINA [15] с вертикальной плоскостью образца на стационарном реакторе Будапештского нейтронного центра, Венгрия. Измерения проводились в воздухе при комнатной температуре с фиксированной длиной волны нейтронов 4.63 \AA в диапазоне угла скольжения $0.15^\circ - 2.2^\circ$; соответствующий диапазон z -проекции вектора рассеяния q_z составлял $0.007 - 0.1 \text{ \AA}^{-1}$.

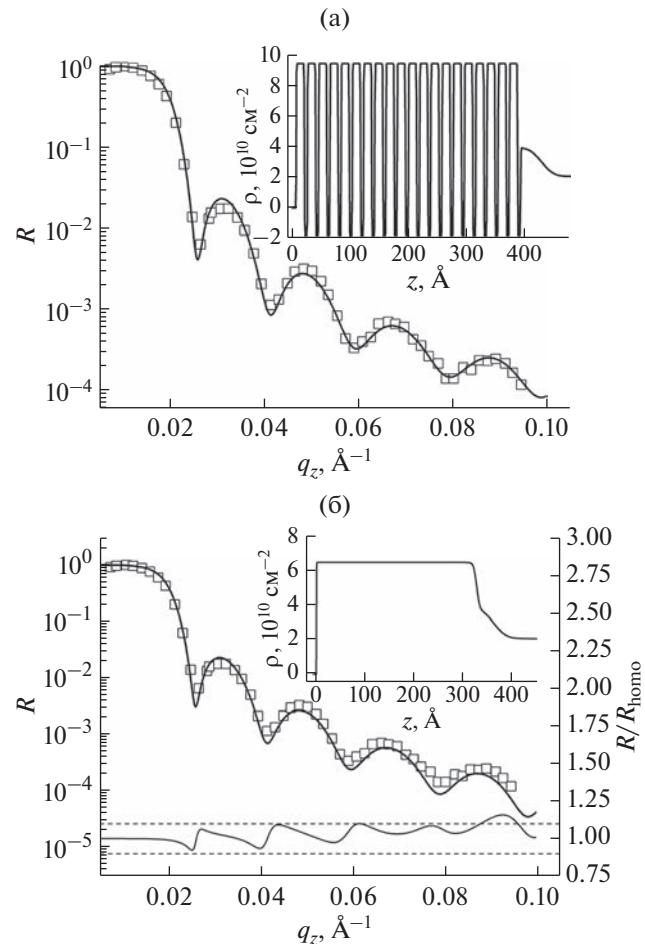


Рис. 3. Экспериментальные кривые зеркального отражения нейтронов $R(q_z)$ (точки), аппроксимации (сплошные линии) и профили ПДР (на вкладках) для двух многослойных структур на монокристаллической подложке Si: [Ti 5 Å/NiMo_{0.1} 10 Å]₂₀ с подгонкой моделями “Многослойная структура” (а) и “Однородный монослой” (б); [Ti 7 Å/NiMo_{0.1} 7 Å]₂₀ с подгонкой моделями “Многослойная структура” (в) и “Однородный монослой” (г). Дополнительно на (в, г) показано отношение модельных кривых “Многослойная структура” и “Однородный монослой”; пунктирные линии ограничивают диапазоны относительного отклонения $\pm 10\%$.

Кривые отражения обработаны в рамках формализма Паррата с использованием пакета Moto-fit для программы IGOR Pro [16].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Кривые зеркального отражения нейтронов, полученные для двух многослойных систем, представлены на рис. 3 вместе с подгоночными кривыми, соответствующими модели периодической многослойной структуры (рис. 3а, 3в) и модели эффективного однородного монослоя (рис. 3б, 3г); относительное разрешение по q_z при моделирова-

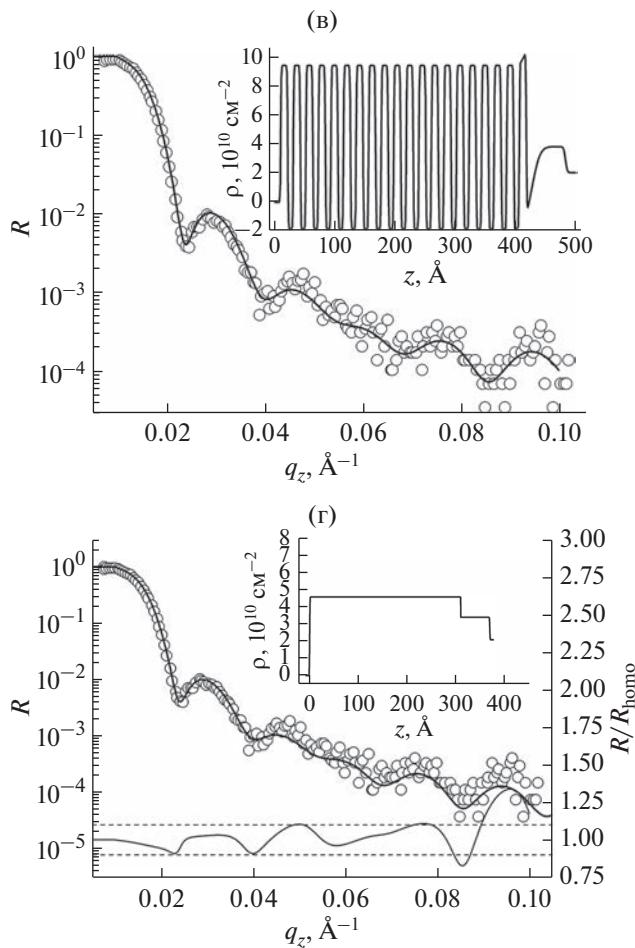


Рис. 3. Окончание

Таблица 1. Параметры, полученные из аппроксимации данных нейтронной рефлектометрии с использованием моделей “Многослойная структура” и “Однородный монослой” для исследуемых систем. Ошибки параметров не превышают половину последнего значимого разряда

[Ti 5 Å/Ni _{0.9} Mo _{0.1} 10 Å] ₂₀				[Ti 7 Å/ Ni _{0.9} Mo _{0.1} 7 Å] ₂₀			
Многослойная структура				Многослойная структура			
слой	$d, \text{Å}$	ПДР, $\times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$	$\sigma, \text{Å}$	слой	$d, \text{Å}$	ПДР, $\times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$	$\sigma, \text{Å}$
Si	—	2.07	14.2	Si	—	2.07	1.8
SiO ₂	31.0	4.0	0.5	SiO ₂	41.9	3.9	8.0
Ti	4.4	-1.9	0.3	Ti	6.9	-1.9	0.7
Ni _{0.9} Mo _{0.1}	12.1	9.5	0.3	Ni _{0.9} Mo _{0.1}	8.7	9.5	0.6
Воздух	—	0	—	Воздух	—	0	—
Однородный монослой				Однородный монослой			
слой	$d, \text{Å}$	ПДР, $\times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$	$\sigma, \text{Å}$	слой	$d, \text{Å}$	ПДР, $\times 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$	$\sigma, \text{Å}$
Si	—	2.07	20.7	Si	—	2.07	0.6
SiO ₂	34.3	3.9	4.8	SiO ₂	59.1	3.4	0.1
Монослой	327	6.5	0.3	Монослой	307	4.5	0.6
Воздух	—	0	—	Воздух	—	0	—

ния 5%. Результаты подгонки представлены в табл. 1. Отметим, что в модели периодической многослойной структуры количество свободных параметров ограничено структурой одного слоя с двумя подслоями, т.е. формально ПДР подслоев и шероховатости повторяются с периодом l . Для улучшения согласования с экспериментальными данными в моделях введен дополнительный оксидный слой на кремниевой подложке. На рис. 3б, 3г (моделирование кривых зеркального отражения нейтронов в рамках однородного монослоя) дополнительно приведены отношения кривых отражения для однородной и многослойной моделей. В целом данные зависимости показывают тенденцию, которой следуют зависимости на рис. 2, однако ожидаемые сильные флуктуации имеют место в окрестностях минимумов кривых отражения. Последнее объясняется сильной чувствительностью данных областей к точности определения общей толщины пленки. Тем не менее, видно, что зависимости выходят за 10% интервал отклонений (обозначен на рис. 3б, 3г) при q_z около 0.085 Å^{-1} в полном соответствии с оценочными расчетами на рис. 2.

Таким образом, можно говорить, что практический предел модели монослоя в экспериментах по нейтронной рефлектометрии на рассмотренных многослойных структурах составляет порядка $q_z \sim 0.08 \text{ Å}^{-1}$. Такой диапазон вполне подходит для *in situ* экспериментов по нейтронной рефлектометрии зеркального отражения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты эксперимента показывают, что с помощью магнетронного напыления можно получать низкопериодические (~ 1.5 нм) многослойные гетероструктуры, для которых применим квазиоднородный подход в описании профиля длины рассеяния нейтронов в рефлектометрии зеркального отражения. Использование многослойных структур Ti/Ni_xMo_y позволяет варьировать в достаточно широких пределах плотность эффективной длины рассеяния тонких пленок в экспериментах по нейтронной рефлектометрии путем изменения толщин подслоев. Практический диапазон q_z , где точность аппроксимации кривой зеркального отражения моделью однородного слоя не хуже 10%, ограничивается величиной $q_z \sim 0.08 \text{ \AA}^{-1}$. Такой диапазон вполне подходит для *in situ* экспериментов по нейтронной рефлектометрии зеркального отражения.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансировании Российским научным фондом (проект № 22-22-00281).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Петренко В.И., Косячкин Е.Н., Булавин Л.А., Авдеев М.В. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейtron. исслед. 2020. № 13. С. 3.
- Rus E.D., Dura J.A. // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2019. V. 11. P. 47553.
- Lee C.H., Dura J.A., LeBar A., DeCaluwe S.C. // J. Power Sources. 2019. V. 412. P. 725.
- Avdeev M.V., Rulev A.A., Ushakova E.E. et al. // Appl. Surf. Sci. 2019. V. 486. P. 287.
- Косячкин Е.Н., Гапон И.В., Рулев А.А. и др. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2021. № 8. С. 10.
- Бобриков И.А., Гапон И.В., Авдеев М.В. // Физ. эл. частиц и атом. ядра. 2022. Т. 53. № 3. С. 692.
- Li Y., Xu X., Chen J. et al // J. Phys. Chem. C 2020. V. 124. 15107.
- Avdeev M.V., Rulev A.A., Bodnarchuk V.I. et al. // Appl. Surf. Sci. 2017. V. 424. P. 378.
- Петренко В.И., Косячкин Е.Н., Булавин Л.А., Авдеев М.В. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2018. № 7. С. 20.
- Veres T., Cser L., Bodnarchuk V. et al. // Thin Solid Films. 2013. V. 540. P. 69.
- Гапон И.В., Кузьменко М.О., Авдеев М.В., Иванова Н.А. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2023. № 4. С.30.
- Sivaramalingam A., Thankaraj Salammal S., Soosaimanickam A. et al., Role of TiO₂ in Highly Efficient Solar Cells. In: Rajendran, S., Karimi-Maleh, H., Qin, J., Lichtfouse, E. (eds) Metal, Metal-Oxides and Metal Sulfides for Batteries, Fuel Cells, Solar Cells, Photocatalysis and Health Sensors. Environmental Chemistry for a Sustainable World, V. 62. Springer, Cham., 2021. https://doi.org/10.1007/978-3-030-63791-0_5
- Матвеев В.А., Плешанов Н.К., Геращенко О.В., Байрамуков В.Ю. // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2014. № 10. С. 34.
- Kovács-Mezei R., Krist Th., Révay Zs. // Nucl. Instr. Methods A. 2008. V. 586. № 1. P. 51.
- Bottyán L., Merkel D.G., Nagy B. et al. // Rev. Sci. Instr. 2013. V. 84. №. 1. 015112.
- Nelson A. // J. Appl. Cryst. 2006. V. 39. P. 273.

Low-Period Multilayered Ti/Ni_xMo_y Films with Variable Quasi-Homogeneous Structure for Neutron Reflectometry

M. V. Avdeev^{1, *}, I. V. Gapon², D. Merkēl², M. Yerdauletov^{1, 3, 4}, D. M. Djansaitov^{3, 4}, T. V. Tropin¹

¹Frank Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear Research, Dubna, Moscow Region, 141980 Russia

²Center for Energy Research, Budapest, 1121 Hungary

³Institute of Nuclear Physics, Ministry of Energy of the Republic of Kazakhstan, Almaty, 050032 Kazakhstan

⁴L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, 010000 Kazakhstan

*e-mail: avd@nf.jinr.ru

The results of testing multilayered Ti/Ni_xMo_y heterostructures with a low period of sublayers are presented regarding the practical applicability of a quasi-homogeneous approach with varying the effective scattering length density of thin (thickness < 100 nm) films in experiments on specular neutron reflectometry with a changing interface. By changing the effective scattering length density of the films, it proposed to vary the contrast between the components of complex interfaces, thus increasing the sensitivity and information content of the *in situ* neutron experiment. Structures with different ratios of Ni_xMo_y and Ti sublayer thicknesses were synthesized by magnetron sputtering. Based on the analysis of neutron specular reflectivity curves, a conclusion is made about the applicability of the homogeneous approximation.

Keywords: neutron reflectometry, thin films, multilayered structures, *in situ* experiments.