

02; 05; 07; 10; 11; 12

© 1993

ОДНОВРЕМЕННАЯ МЕССБАУЭРОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ С ГЕРИСТРАЦИЕЙ ГАММА-КВАНТОВ, РЕНТГЕНОВСКОГО ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И СЕЛЕКТИРОВАННЫХ ПО ЭНЕРГИЯМ ВТОРИЧНЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

А.С. Камзин, Л.А. Григорьев

В работах [1, 2] были представлены результаты одновременных исследований поверхностных, приповерхностных и объемных свойств массивных кристаллов, полученные с использованием разработанной методики регистрации мессбауэровских спектров с одновременным детектированием гамма-квантов (ГК), рентгеновского характеристического излучения (РХИ) и вторичных электронов (ВЭ), описанной в [3, 4]. Таким образом, использование возможностей эффекта Мессбауэра позволило развить новое направление в изучении твердых тел, это – одновременные исследования поверхностных, приповерхностных и объемных свойств массивного материала методом мессбауэровской спектроскопии с одновременной регистрацией излучения с различной проникающей способностью, а именно: ГК, РХИ и ВЭ.

Аналогичный способ исследования поверхностных и объемных свойств аморфных материалов был использован в [5]. Используемое устройство [6] позволяет регистрировать ГК, РХИ и ВЭ только при комнатной температуре, тогда как устройство, предложенное в [3, 4], можно применять для исследований в области температур от 100 до 750 К. В [6] было предложено удачное название этому методу исследований: Simultaneous Triple Radiation Mossbauer Spectroscopy (STRMS); русское название этого способа может быть таким: одновременная гамма, рентгеновская и электронная мессбауэровская спектроскопия (ОГРЭМС).

При интегральной регистрации ВЭ толщина изучаемого поверхностного слоя (при использовании Fe^{57}) составляет ~ 200 нм. Для понимания свойств поверхности необходимо исследовать более тонкие слои. Это возможно при селекции ВЭ по энергиям, поскольку энергия электрона, покинувшего образец, тем меньше, чем глубже слой, в котором этот электрон образовался. Для селекции электронов используются энергоанализаторы [7]. Однако малая светосила и дороговизна таких спектрометров ограничивает их распространения. Пропорциональные детекторы имеют большую светосилу, однако их разрешение по энергиям существенно хуже.

Цель данной работы, изучить возможности проведения анализа вторичных электронов по энергиям с использованием пропорционального счетчика электронов универсального трехкамерного детектора, описанного в [3, 4].

Регистрация ГК, РХИ и ВЭ посредством универсального детектора [3, 4] является очень удобной, поскольку во много раз сокращает время, затрачиваемое на эксперимент, и, самое главное, намного повышает достоверность экспериментальных результатов потому, что спектры снимаются одновременно, при одних и тех же условиях, в которых находится образец.

Интенсивность регистрируемого детектором ВЭ излучения при любой ширине и положении окна дискриминатора обусловлена разными группами электронов, обладавшими при возникновении разными энергиями. Вклад каждой группы электронов в интенсивность и потери энергии электронов этих групп определяется расстоянием от поверхности и толщиной слоя, из которого были испущены эти электроны. Чем выше разрешение по энергиям тем меньше количество групп электронов, попадающих в окно дискриминатора и меньше неопределенности в определении глубины, на которой образовался зарегистрированный электрон. Таким образом, при достаточно высокой разрешающей способности детектора, необходимо знать весовые функции, то есть зависимость среднего числа зарегистрированных электронов на один акт резонансного рассеяния, происшедшего на данной глубине.

Исследования [3, 4, 7, 8] показали, что разрешение счетчика зависит от конструкции и качества его изготовления, от неоднородностей анодной проволоки, а также от режима работы счетчика: от коэффициента газового усиления, загрузки счетчика, скорости продувки газовой смеси. Таким образом, особенности конструкции счетчика влияют на вид весовых функций и это является важным, если необходимы высокоточные количественные результаты. Если требования к точности определения толщины и глубины залегания исследуемого слоя не являются слишком высокими, то при наличии у детектора удовлетворительного разрешения при определении весовых функций можно использовать эмпирические закономерности [8-10]. Так, выделение участка энергетического спектра, соответствующего регистрации электронов, возникающих при К-конверсии и Оже-процессах, позволяет получить мессбауэровский спектр от минимального по толщине поверхностного слоя. При установке окна дискриминатора на область энергий ~ 12 кэВ толщина этого слоя меньше 80 нм по железу. При регистрации электронов в области 4-7 кэВ получаемый мессбауэровский спектр дает информацию из глубины порядка 180 нм. При регистрации в области 2-4 кэВ глубина исследуемого слоя максимальна и составляет ~ 200 нм [7].

Для изучения возможностей селекции вторичных электронов по энергиям с помощью пропорционального детектора были использованы эпитаксиальные пленки феррит-граната толщиной 5 мкм состава $Y_{2,6}Sm_{0,4}Fe_{3,7}Ga_{1,3}O_{12}$ с 20% обогащением по железу. Для моделирования ситуации изменения свойств поверхностного слоя в пределах 200 мкм пленки были подвергнуты имплантации ионами Ne с энергией 72 кэВ дозой 2×10^{14} ион/см². Расчеты, проведенные по методу численного решения уравнения переноса

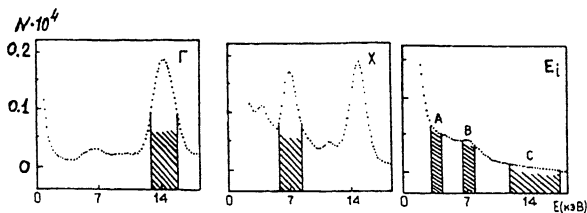


Рис. 1. Энергетические спектры, полученные с помощью трехкамерного детектора, при регистрации гамма-квантов (Γ), рентгеновского характеристического излучения (X) и вторичных электронов (E_i).

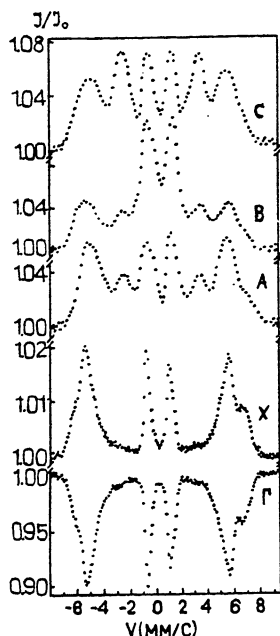


Рис. 2. Мессбауэровские спектры, полученные при регистрации из областей, показанных на рис. 1, гамма-квантов (Γ), рентгеновского характеристического излучения (X) и вторичных электронов (A, B, C).

типа Больцмана, показали, что профиль концентрации имплантированных ионов представляет собой симметричную кривую, с максимумом на глубине 80 нм. Максимальное количество дефектов находится на расстоянии 60 нм от поверхности и падает до нуля на глубине 180 нм. Таким образом, в слое, лежащем от 0 до 50 нм, должны наблюдаться незначительное изменение структуры; в слое от 50 до 100 нм – максимальные изменения в слое, лежащем от 100 до 150 нм, и в более глубоких слоях не должно наблюдаться значительных отличий.

Энергетические спектры, полученные с помощью универсального детектора, приведены на рис. 1. Вырезанные дискриминаторами области энергий показаны на рис. 1 заштрихованными участками. Спектры, снятые методом ОГРЭМС из показанных на рис. 1 энергетических участков, представлены на рис. 2. Для регистрации ГК в геометрии пропускания их через пленку подложка была сошлифована до толщины 10 мкм.

Мессбауэровские спектры, полученные при регистрации ГК и РХИ (то есть из всей толщины пленки), аналогичны спектрам неимплантированной пленки, поскольку вклад от имплантированного слоя толщиной менее 200 нм в 25 раз меньше вклада от всей толщины

пленки и практически не влияет на форму обсуждаемых спектров. На спектрах, полученных при регистрации ВЭ области 1, наблюдаются некоторые отличия, связанные с появлением вторых и пятых линий зеемановских секстиплетов. Эти линии указывают на возникновение составляющей намагниченности в плоскости пленки в наблюдаемом слое толщиной от 0 до 40 нм. На мессбауэровском спектре ВЭ, полученном из области 2 (от 50 до 90 нм), наблюдается резкое увеличение интенсивности внутренних линий зеемановских секстиплетов. Это указывает на аморфизацию наблюдаемого слоя, поскольку максимальное количество дефектов, возникающих при данной имплантации, находится на глубине 60 нм. Вид мессбауэровского спектра, полученного при регистрации ВЭ области 3, приближается по виду к спектрам, полученным при регистрации ГК и РХИ. Это означает, что наблюдаемые в слое от 100 до 150 нм изменения структуры, по сравнению с объемом пленки, незначительны.

Следовательно, разработанная в [3, 4] методика ОГРЭМС позволяет получать мессбауэровские спектры, одновременно регистрируя ГК, РХИ и ВЭ, а также снимать мессбауэровские спектры, анализируя вторичные электроны по энергиям и, таким образом, исследовать одновременно свойства объема, приповерхностного слоя и проводить послойный анализ поверхностного слоя, расположенного в пределах 200 нм от поверхности образца.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] K a m z i n A.S., R u s a k o v V.P., G r i g o r i e v L.A. Physics of Transition Metals. International Conf. USSR. 1988. Proceed. pt. 11, p. 271.
- [2] Камзин А.С., Григорьев Л.А. Всесоюзная конференция по физике магнитных явлений. Калинин. 1988. Тезисы. с. 527.
- [3] Камзин А.С., Григорьев Л.А. // Письма в ЖТФ. 1990. Т. 16. С. 38.
- [4] Камзин А.С., Григорьев Л.А. // ПТЭ. 1991. № 2. С. 74.
- [5] S c h a a f P., G o n s e r U. // Hyperfine Interactions. 1990. V. 57. P. 2101.
- [6] G o n s e r U., S c h a a f P., A u b e r t i n F. // Hyperfine Interactions. 1990. V. 66. P. 95.
- [7] Белозерский Г.Н. Мессбауэровская спектроскопия как метод исследования поверхности. Энергоатомиздат. 1990. 590 с.
- [8] Y o n t k u r a Y., T o r i y a m a T. e.a. // Hyperfine Interactions. 1983. V. 15/16. P. 1005.
- [9] Чумаков А.И., Смирнов Г.В. // ЖЭТФ. 1985. Т. 89. № 5. С. 1810.

[10] C h u m a k o v A.L, S m i r n o v G.V. // Phys.
Stat. Sol (a). 1986. V. 98. N 1. P. 4.