

05.2

© 1990

ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ  
И ОБЪЕМА КРИСТАЛЛА МЕТОДАМИ  
МЁССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

А.С. Камзин, Л.А. Григорьев

Предлагается, регистрируя излучения, выходящие из слоев, расположенных на различных глубинах исследуемого материала, проводить комплексные исследования поверхностных и объемных свойств вещества. Информация о свойствах поверхностных слоев толщиной до 3000 Å и до 12 мкм извлекается из мессбауэровских спектров, полученных при детектировании электронов конверсии и конверсионного рентгеновского излучения в геометрии обратного рассеяния. Данные об объемных свойствах получают из мессбауэровских спектров, полученных при регистрации гамма-квантов.

Для одновременного детектирования вышеперечисленных излучений разработан трехкамерный счетчик, в одной камере которого регистрируются электроны конверсии, в другой – конверсионное рентгеновское излучение, а в третьей – гамма-кванты. Таким образом, в течение одного эксперимента получают три мессбауэровских спектра, дающие информацию о состоянии ионов железа, расположенных в поверхностных слоях разной толщины и объеме исследуемого образца.

Современная микроэлектроника развивается на основе тонких пленок, что определяет необходимость изучения поверхностных свойств в сравнении со свойствами объема материала. С другой стороны, понимание свойств поверхности невозможно без исследований процессов, происходящих при фундаментальных явлениях (например, фазовые переходы).

Мёссбауэровская спектроскопия (МС) с регистрацией гамма-квантов (ГК) в геометрии пропускания их через образец (МСГК) широко применяется в исследованиях магнитных материалов. Однако МСГК дает информацию об объемных свойствах материала, и использование метода для изучения поверхностных слоев требует специального приготовления образцов, например тонкие порошки, порошки с обогащением поверхностного слоя кристаллитов резонансными атомами, тонкие пленки [1]. Авторы [2] для сокращения времени эксперимента предложили напылять на подложку атомные слои, чередуя монослой из резонансного изотопа с монослоем из инертного к резонансу вещества, создавая образец с множеством „поверхностных слоев“. Можно также допировать монослойную пленку нуклидом  $^{57}\text{Co}$  и использовать его как мёссбауэровский источник. Такие способы приготовления объектов исследований усложняют эксперимент, делают невозможным применение

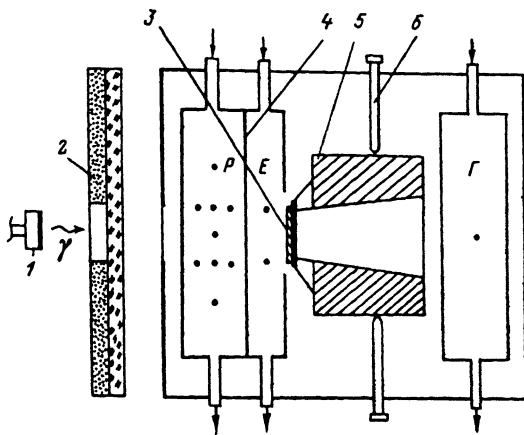


Рис. 1. Схема универсального детектора. 1 - источник  $Co^{57}$ , 2 - коллиматор, 3 - исследуемый образец, 4 - бериллиевая фольга, 5 - нагреватель, 6 - точечные опоры.

метода для изучения реальных материалов.

В [3] было показано, что мёссбауэровская спектроскопия с регистрацией в геометрии обратного рассеяния конверсионных электронов (КЭМС) или конверсионного рентгеновского излучения (РМС) позволяет исследовать поверхностные слои толщиной до  $3000 \text{ \AA}$  или слои и пленки толщиной до  $12 \text{ мкм}$ . Причем  $65\%$  регистрируемых электронов конверсии вылетают из первых  $600 \text{ \AA}$ , а  $78\%$  конверсионного рентгеновского излучения из первых  $5 \text{ мкм}$ . Наблюдение эффекта Мёссбауэра на конверсионных электронах или рентгеновском излучении возможно потому, что при поглощении гамма-кванта ядро атома переходит из основного состояния в возбужденное, а снимается возбуждение либо испусканием гамма-кванта, либо электронов внутренней конверсии (ЭК) и конверсионного рентгеновского излучения (РИ).

Обнаруженные возможности МС частично были использованы в [4-6]. Были также предложены устройства для одновременных измерений методами: КЭМС и МСГК [7, 8], РМС и МСГК [9, 10], КЭМС и РМС [11-13].

В [14, 15] для исследований магнитных свойств поверхностных слоев и объема кристаллов впервые были применены все три метода. В результате было обнаружено, что полную информацию можно получить только при использовании всех трех методов МС, причем сведения, извлекаемые методом РМС, являются звеном, связывающим данные МСГК КЭМС о состоянии поверхностного слоя и объема вещества. Исследования [14, 15] показали, что, используя методы мёссбауэровской спектроскопии (КЭМС, РМС и МСГК), можно изучать свойства поверхностных слоев разной

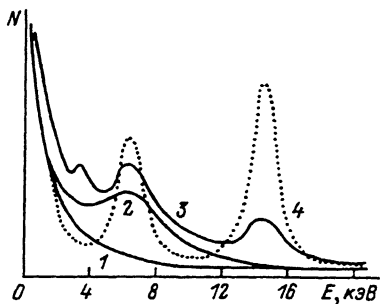


Рис. 2. Амплитудные спектры, полученные при 500 К с использованием:  $He + 5\% CH_4$  вне резонанса (1) и в условиях резонанса (2);  $Ar + 5\% CH_4$  (3) и  $Xe + 5\% CH_4$  (4).

толщины и объема вещества одновременно, т.е. в комплексе, причем на реальных кристаллах.

Для проведения таких экс-

периментов нами разработан универсальный счетчик, позволяющий одновременно регистрировать ЭК, РИ и ГК, поскольку перестановки объекта исследований, необходимые при использовании разных детекторов, могут внести ошибки, особенно при температурных измерениях.

Универсальный детектор, схема которого показана на рис. 1, представляет собой три пропорциональных счетчика, скомпонованных таким образом, чтобы в камере Е регистрировались электроны конверсии, в камере Р — конверсионное рентгеновское излучение, а в Г — гамма-кванты. Камеры Е и Р по конструкции аналогичны [10, 12]. Вместо камеры Г можно использовать любой детектор излучения в области 15 кэВ.

Гамма-кванты, испускаемые мёссбауэровским источником 1, пройдя камеры Р и Е, исследуемый образец 3, отверстие в трубчатом нагревателе 5, регистрируются в камере Г. Образец находится в камере Е и ЭК, вылетевшие из образца, в ней же и регистрируются. РИ, вышедшее из образца, практически без ослабления проходит камеру Е, бериллиевую фольгу 4, разделяющую Е и Р, и регистрируется в камере Р. Фольга 4 не пропускает ЭК в зону Р, РИ не взаимодействует с тонким слоем рабочего газа камеры Е. Таким образом, камера Е детектирует только электроны конверсии, Р — конверсионное рентгеновское излучение, Г — гамма-кванты.

Нагреватель образца — трубчатый 5 и крепится аналогично [13], на точечных опорах 6. Датчиками температуры являются термопары. Счетчики заполняются газовыми смесями:  $He + 5\% CH_4$  в камеру Е,  $Ar + 5\% CH_4$  в камеру Р,  $Xe + 5\% CH_4$  в Г для регистрации ЭК, РИ и ГК соответственно.

Рабочие характеристики детектора: электронный тракт — величина резонансного эффекта 800% для металлической фольги из  $Fe^{57}$ . Разрешение амплитудного спектра рентгеновского тракта 16%, тракта гамма-квантов — 15%. Диапазон температуры на образце от 100 до 750 К.

Амплитудные спектры, полученные с помощью универсального счетчика, представлены на рис. 2. Проведенные эксперименты показывают, что описанный детектор позволяет проводить мёссбауэ-

ровские исследования с одновременной регистрацией электронов конверсии, конверсионного рентгеновского излучения и гамма-квантов.

## С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Суздаев И.П. Динамические эффекты в гамма-резонансной спектроскопии, М.: Атомиздат, 1979. 192 с.
- [2] Shinjo T. // Trans. IEEE Mag. 1976. V. 12. N 1. P. 86-90.
- [3] Swanson K.R., Spijkerman J.J. // J. Appl. Phys. 1970. V. 41. N 7. P. 3155-3158.
- [4] McGrath R.D., Mirzababaeew R.M., Walker J.C. // Phys. Lett. 1978. V. 67A. N 2. P. 149-150.
- [5] Belozerskii G.N., Gittsovich V.N., Chekashova S.A. // International Conf. Applic. Mossb. Effect., Alma-Ata, 1983. P. 1073-1080.
- [6] Zhou H.Z., Poliard R.J., Morris A.H. // Hyperfine Interaction. 1986. V. 28. P. 863-866.
- [7] Немошкаленко В.В., Галушко Ю.В., Разумов О.Н., Томашевский Н.А. // ПТЭ. 1983. № 5. С. 39-41.
- [8] Gonsler U. International Conf. Applic. Mossb. Effect., Alma-Ata, 1983, P. 141-168.
- [9] Томашевский Н.А., Разумов О.Н., Галушко Ю.В. // ПТЭ. 1977. № 2. С. 54-56.
- [10] Колпаков Н.С., Нилов К.Е. // ПТЭ. 1981. № 4. С. 29-32.
- [11] Isozumi Y., Lee D.-J., Kadar J. // Nucl. Instrum. and Methods. 1974. V. 120. N 1. P. 23-28.
- [12] Иркаев С.М., Семенов В.Г., Тамаев С.Т. // Изв. АН Тад. ССР, Отд. физ-мат. и геол. наук. 1979. № 2. С. 104-107.
- [13] Камзин А.С., Григорьев Л.А. // ПТЭ. 1990. № 2. С. 77-79.
- [14] Камзин А.С., Русаков В.П., Григорьев Л.А. Международная конференция "Физика переходных металлов", Киев-1988, Тезисы, с. J-11, Труды, С. 271-274.
- [15] Камзин А.С., Русаков В.П. Тр. П Совещания по ядерно-спектроскопическим исследованиям СТВ, Грозный-1987, М.: МГУ, 1988. С. 88-91.