

**АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА
ДЛЯ МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
С ОДНОВРЕМЕННОЙ РЕГИСТРАЦИЕЙ
ГАММА-КВАНТОВ,
РЕНТГЕНОВСКОГО ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОГО
ИЗЛУЧЕНИЯ
И СЕЛЕКТИРОВАННЫХ ПО ЭНЕРГИЯМ
ВТОРИЧНЫХ ЭЛЕКТРОНОВ**

А.С.Камзин, Л.А.Григорьев, Ю.Н.Мальцев

Изучение поверхности кристаллов привлекает большое внимание исследователей. Для понимания природы поверхностных явлений, для установления связей эффектов на поверхности и в объеме кристалла, а также профилей изменения свойств (послойный анализ) поверхностного слоя, необходимы исследования свойств поверхности макроскопических кристаллов в сравнении со свойствами объема. Особый интерес вызывают процессы, имеющие место на поверхности макроскопического кристалла при фазовом переходе в объеме этого кристалла.

Однако экспериментальные исследования такого рода практически отсутствуют, поскольку, несмотря на большое разнообразие экспериментальных методов для изучения свойств поверхности, подавляющее большинство работ выполнено на примере тонких или сверхтонких пленок.

Новым методом, удовлетворяющим вышеперечисленным требованиям и позволяющим одновременно исследовать свойства поверхностного слоя (для Fe^{57} толщина этого слоя составляет $\simeq 300$ нм или меньше) и объема макроскопических кристаллов является метод одновременной гамма, рентгеновской и электронной мессбауэровской спектроскопии (ОГРЭМС). Впервые метод ОГРЭМС был предложен и использован авторами в [1,2] для одновременных исследований поверхностных и объемных магнитных свойств макроскопических кристаллов Fe_3VO_6 в области спин-переориентационного фазового перехода. Метод ОГРЭМС объединяет три различных метода мессбауэровской спектроскопии, а именно: традиционную мессбауэровскую спектроскопию (ТМС) с регистрацией гамма-квантов (ГК) в геометрии пропускания гамма-излучения через исследуемый образец; конверсионную рентгеновскую

мессбауэровскую спектроскопию (КРМС) и конверсионную электронную мессбауэровскую спектроскопию (КЭМС) с регистрацией соответственно рентгеновского характеристического излучения и конверсионных и Оже-электронов. Возможности изучения объемных и поверхностных свойств кристалла основаны на том, что гамма-кванты, рентгеновское характеристическое излучение и вторичные электроны имеют различные длины пробегов в веществе.

Метод ТМС, как показали многочисленные эксперименты, наиболее эффективен при изучении объемных свойств кристаллов. Применение этого метода для исследований свойств поверхности или тонких пленок требует специальным образом подготовленных образцов.

После резонансного поглощения гамма-квантов обратный переход ядра из возбужденного состояния в основное происходит с испусканием конверсионных и Оже-электронов (вторичных электронов — ВЭ), а также рентгеновского характеристического излучения (РХИ). При наблюдении эффекта Мессбауэра на РХИ [3] можно исследовать свойства поверхностных слоев или пленок толщиной до ≈ 12 мкм [4,5].

В случае измерений эффекта Мессбауэра детектированием ВЭ [6,7] можно исследовать поверхностный слой толщиной ≈ 300 нм массивного кристалла, либо пленки такой же или меньшей толщины [4,5]. С помощью КЭМС можно исследовать сверхтонкие пленки Fe^{57} толщиной от 1/10 до 1/100 толщины монослоя ионов железа.

Одновременная регистрация этих трех излучений, а именно: ГК, РХИ и ВЭ, как это было впервые предложено авторами в [1,2], позволяет одновременно проводить мессбауэровские исследования и поверхности, и объема массивного кристалла. Достоинство такого метода не только в сокращении времени эксперимента, так как спектры снимаются одновременно, но и в том, что существенно повышается надежность и достоверность результатов эксперимента. Разработанный для этих целей универсальный детектор [8,9], позволяет проводить такие измерения в области температур от 100 до 750 К. За рубежом этот метод был назван Simultaneous Triple Radiation Mossbauer Spectroscopy (STRMS) [10]. С использованием универсального детектора [8,9] был разработан автоматизированный мессбауэровский спектрометр [11].

При интегральной регистрации ВЭ толщина изучаемого поверхностного слоя (при использовании Fe^{57}) составляет ~ 200 нм). Однако зачастую необходимо исследовать более тонкие слои. Это возможно при селекции ВЭ по энерги-

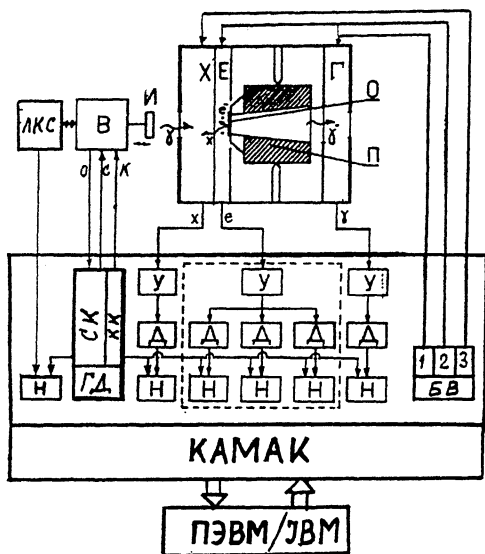


Рис. 1. Блок-схема автоматизированной системы.

ям, поскольку энергия электрона, покинувшего образец, тем меньше, чем глубже слой, в котором этот электрон образовался. Проведенные усовершенствования электронной камеры пропорционального детектора позволили использовать его для селекции электронов по энергиям [12]. Применение этого усовершенствованного метода ОГРЭМС для изучения фазовых переходов на поверхности макрокристаллов [13,14] позволило получить экспериментальные данные, находящиеся в согласии с выводами теоретических исследований [15] о поведении магнитной системы на поверхности при переориентации спинов в объеме кристалла.

Для проведения этих исследований была разработана автоматизированная система, которая описывается в данной работе.

Блок-схема автоматизированной системы, построенной на основе усовершенствованного детектора, описанного в [12], и позволяющей одновременно регистрировать мессбауэровские спектры по пяти независимым каналам, показана на рис. 1. Пропорциональные счетчики Г, X и E универсального детектора регистрируют ГК, РХИ и ВЭ соответственно. Сигналы со счетчиков по соответствующим трактам (e, x, γ) усиления (У) и дискриминации (Д) поступают в накопители (Н) мессбауэровских спектров. Импульсы с детектора вторичных электронов после усиления поступают на входы дискриминаторов, посредством которых из всех

зарегистрированных счетчиком ВЭ выбираются электроны в нужном для измерений энергетическом диапазоне, то есть проводится селекция электронов по энергиям. После дискриминаторов импульсы поступают на входы накопителей спектров (H).

Форма движения источника гамма-квантов задается на вибратор (B) генератором ($ГД$). Коррекция формы движения мессбауэровского источника осуществляется по двум каналам. Первый — традиционная схема отрицательной обратной связи (K). Второй канал (KK) — это автоматизированное измерение разницы между опорным и реальным сигналами движения, компьютерная обработка этой разницы и подача сигнала коррекции в систему движения. Использование дополнительного канала коррекции почти на порядок, по сравнению с известными спектрометрами, улучшило линейность движения доплеровского модулятора.

Исследуемый образец (O) устанавливается на нагревателе ($П$). Точность поддержания температуры лучше 0.1 — 0.2 К. Источник гамма-квантов Co^5 в матрице родия (Rh). Для калибровки скорости движения источника гамма-квантов используется лазерный калибратор ($ЛКС$). Импульсы от ЛКС регистрируются в отдельном накопителе (H).

Спектрометр управляется ЭВМ в диалоговом режиме. После задания в блоки КАМАК параметров, необходимых для проведения измерений (скорости движения источника, окон дискриминаторов и т.д.) ЭВМ выводится из режима управления спектрометром и может использоваться для любых других целей (например, для обработки и оформления экспериментальных данных).

На рис. 2 приведена блок-схема работы узлов описываемой системы. Показаны энергетические спектры, полученные с помощью соответствующих счетчиков универсального детектора. Вырезанные дискриминаторами области энергий, используемые для регистрации мессбауэровских спектров, показаны на рис. 2 заштрихованными участками. В качестве примера приведены также мессбауэровские спектры, полученные на монокристаллах Fe_3VO_6 из показанных на том же рис. 2 энергетических участков.

Таким образом, разработанная автоматизированная система 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 в пределах 300 нм от поверхности образца. Другим важным достоинством си-

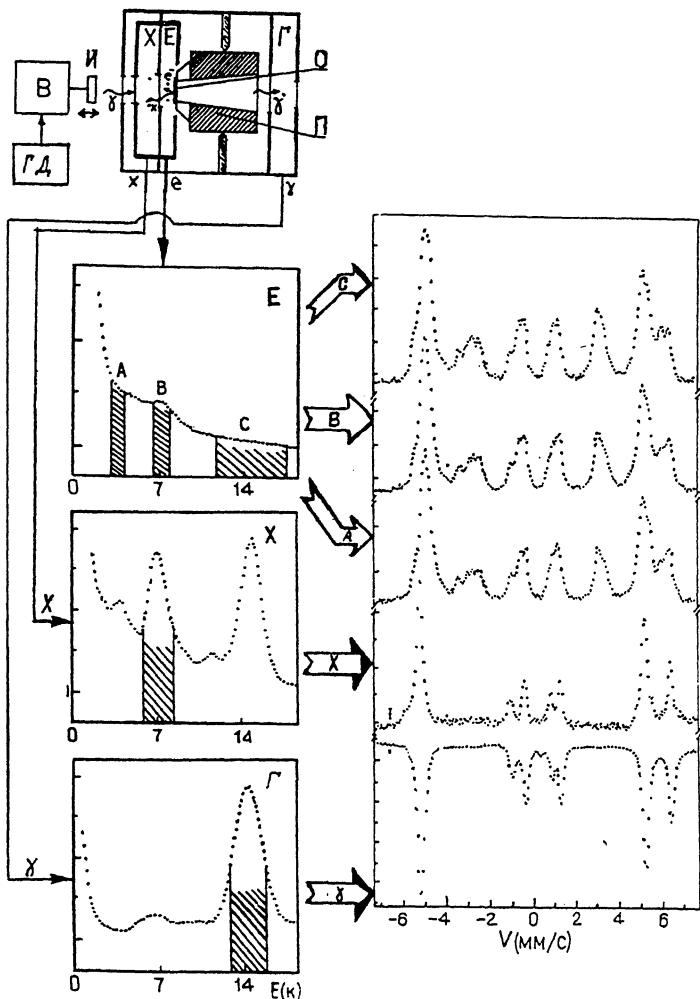


Рис. 2. Блок-схемы работы системы.

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

стемы является то, что информация из объема и поверхности макроскопического кристалла извлекается одновременно при одних и тех же условиях, в которых находится исследуемый объект.

Список литературы

- [1] *Kamzin A.S., Rusakov V.P., Grigoriev L.A.* // International Conf. Physics of Transition Metals. USSR, 1988. Proceed. Pt II. P. 271.
- [2] *Камзин А.С., Григорьев Л.А.* // Тез. Всесоюз. конф. по физике магнитных явлений. Калинин, 1988. С. 527.
- [3] *Frauenfelder H. et al.* // Nuovo Chimento. 1961. V. 19. P. 183.
- [4] *Swanson K.R., Spijkerman J.J.* // J. Appl. Phys. 1970. V. 4. P. 3155.
- [5] *Thomas J.M. et al.* // J. Chem. Soc. Farady. II. 1975. V. 71. P. 1708.
- [6] *Митрофанов К.П., Шпинел В.С.* // ЖЭТФ. 1961. Т. 40. С. 983.
- [7] *Kankeleit E.* // Z. fur Physik. 1961. V. 164. P. 442.
- [8] *Камзин А.С., Григорьев Л.А.* // Письма в ЖТФ. 1990. Т. 16. В. 16. С. 38.
- [9] *Камзин А.С., Григорьев Л.А. и др.* // ПТЭ. 1991. N 2. С. 74.
- [10] *Gonser U. et al.* // Hyperfine Interactions. 1991. V. 66. P. 95.
- [11] *Камзин А.С.* // ПТЭ. 1993. N 1. С. 80.
- [12] *Камзин А.С., Григорьев Л.А.* // Письма в ЖТФ. 1993. Т. 19. С. 50.
- [13] *Камзин А.С. и др.* // Письма в ЖЭТФ. 1993. Т. 57. С. 538.
- [14] *Камзин А.С. и др.* Письма в ЖЭТФ. 1993. Т. 57. С. 543.
- [15] *Каганов М.И.* В сб.: Магнитные свойства кристаллических и аморфных сред. Новосибирск: Наука, 1989. С. 135.

Физико-технический
институт им.А.Ф.Иоффе РАН
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию
3 сентября 1993 г.

