

УДК 537.2:539.1.87:548.7

## ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКИ В ОБЛАСТИ АППАРАТУРЫ И МЕТОДОВ МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

© С.М. Иркаев

*Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург*

Поступила в редакцию 20 мая 1999 г.

Исследования, проводимые в лаборатории «Резонансной спектроскопии», направлены на создание методологии мессбауэровской спектроскопии, а именно: теории, аппаратуры, методики измерений – и проведение экспериментальных исследований по направлениям, представляющим фундаментальный и практический интерес.

### ВВЕДЕНИЕ

В начале восьмидесятых годов нами был предложен новый метод ядерного гамма-резонанса — *многомерная параметрическая мессбауэровская спектроскопия* [1-3]. Метод позволяет, путем введения в схему эксперимента резонансных преобразователей и многократной доплеровской модуляции энергии излучения увеличить разрешающую способность и чувствительность мессбауэровской спектроскопии практически для любого резонансного изотопа, получать систему мессбауэровских спектров для одного и того же образца и тем самым значительно расширить возможности мессбауэровской спектроскопии.

Разработанный и изготовленный к настоящему времени комплекс приборов многомерной параметрической мессбауэровской спектроскопии (МПМС) не имеет аналогов в мировой практике. Созданию методологии МПМС были посвящены четыре научно-исследовательские и три опытно-конструкторские работы [4-7]. За разработку «Спектрометра Мессбауэра СМ 2201» коллектив авторов в 1989 г. был награжден премией им. С.И. Вавилова.

Работы, проводимые в рамках МПМС, и пионерские исследования зарубежных ученых в области экспериментального обнаружения явления полного внешнего отражения резонансного излучения позволили нам совместно с учеными МГУ и СПбГУ предложить новый способ изучения ультратонких слоев поверхности и границ раздела — *скользящую мессбауэровскую спектроскопию* [8-10], а успешные эксперименты на синхротронах третьего поколения по наблюдению коллективных резонансных процессов в оптических схемах брэгговского рассеяния и рассеяния вперед стимулировали работы по разработке *дифференциальной по времени скользящей мессбауэровской спектроскопии* [11, 12], выявлению новых возможностей такого режима регистрации и дали возможность впервые провести сравнительные измерения с ис-

пользованием двух методик регистрации на ряде многослойных структур и тонких пленках и совместную интерпретацию полученных экспериментальных результатов. Развиваемый в настоящее время метод обладает уникальными возможностями в исследованиях пространственной динамики химических реакций, начинающихся на поверхности образцов, процессов, инициированных различными воздействиями на поверхность (например, лазерным облучением, отжигом в газовой среде), процессов имплантации, коррозии, катализа и т.д. В отличие от, например, часто используемого метода Оже-спектроскопии, метод скользящей мессбауэровской спектроскопии (СМС) дает послующую информацию не только о самой поверхности, но и о структуре межслойных границ.

Эти исследования выполнялись в рамках трех научно-исследовательских работ [13-15]. Часть исследований, проведенных в лаборатории, была включена в план особо важных работ академии, финансировалась программами «Научное приборостроение», а также грантами РФФИ [16-18].

Сотрудники лаборатории принимают активное участие в выполнении Федеральной целевой программы «Интеграция» (проекты №№ 326.75, 670). В рамках этой программы читается курс лекций в университете аэрокосмического приборостроения, опубликовано учебное пособие по физическим и аппаратурным основам мессбауэровской спектроскопии и разработан лабораторный практикум.

В процессе выполнения НИР сотрудниками и аспирантами лаборатории защищены докторская [19] и пять кандидатских диссертаций [20-24]. Результаты работ неоднократно докладывались на отечественных и международных конференциях, посвященных эффекту Мессбауэра, синхротронному излучению и проблемам физики твердого тела, в частности, магнетизма поверхностных слоев. Ниже приводится обзор проведенных в указанных направлениях работ и цикла экспериментальных исследований, выполненных на разработанной аппаратуре.

## 1. МНОГОМЕРНАЯ ПАРАМЕТРИЧЕСКАЯ МЕССБАУЭРОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

### 1.1. Принципы и гамма-оптические схемы

В методе многомерной параметрической мессбауэровской спектроскопии, в отличие от традиционной мессбауэровской спектроскопии, в схему эксперимента вводится *многократная* доплеровская модуляция энергии резонансного излучения и разного рода резонансные преобразователи спектральной линии, и регистрация спектров осуществляется в *одной* или *нескольких* точках гамма-оптической схемы эксперимента. Основные гамма-оптические схемы синтезированные в рамках МПМС обсуждены в работах [1, 2, 5, 19, 25, 26]. Теоретический анализ этих схем и математическое моделирование на основе интегралов преобразования [19, 20, 27-30] послужило основой для выработки основных требований к системам прибора для реализации достоинств предложенного метода.

### 1.2. Исследование и разработка основных узлов спектрометров

В связи с использованием в МПМС многократной доплеровской модуляции энергии резонансного гамма-излучения основное внимание было уделено разработке системы доплеровской модуляции (СДМ), которая является одной из главных систем любого мессбауэровского спектрометра, так как она определяет координату  $X$  спектральной линии [31].

СДМ состоит из доплеровского модулятора (ДМ) и системы управления. Построение математической модели ДМ позволило создать оптимальный вариант конструкции модулятора на основе редкоземельных магнитов  $\text{SmCo}_5$  [32, 33]. Экспериментальные измерения показали, что разработанный ДМ выгодно отличается от существующих тем, что позволяет уменьшить скоростной шум не менее чем в два раза и значительно снизить поля рассеяния магнитной системы.

С целью оптимизации систем управления ДМ были предложены и реализованы два новых альтернативных способа управления, отличающиеся от используемых в серийных зарубежных спектрометрах, которые основаны на применении отрицательной обратной связи [34-36, 42-45]. В первом способе управления используется комбинированная система автоматического регулирования, включающая наряду с каналом отрицательной обратной связи канал прямого регулирования, причем последний содержит в себе кроме опорного сигнала, ряд дифференциальных составляющих и интеграл опорного сигнала, синтезированные путем интегрирования функций Уолша. Однако бо-

лее высокие метрологические характеристики достигнуты при использовании интеллектуальной системы движения, в основе которой лежит преобразование аналогового сигнала ошибки в цифровой код, последующий математический анализ полученного сигнала и синтез нового аналогового сигнала в противоположной фазе. Эта система позволяет не только задавать произвольный закон изменения скорости, но и автоматически выводит систему движения на минимум сигнала ошибки. Для независимого измерения параметров СДМ была предложена схема интерферометра с многократным отражением, обеспечивающая повышенную чувствительность к перемещению, а также новый способ градуировки скоростной шкалы, в основе которого лежит принцип измерения временных интервалов между последовательностью интерференционных импульсов [46].

Важными системами, определяющими ось  $Y$  для спектральных линий, являются *спектрометрическая* система и система *сбора, накопления и обработки* информации.

Спектрометрическая система, состоит из детектора излучения, усилителя и дискриминатора [5, 31]. В качестве стандартных детекторов гамма-излучения разработаны сцинтилляционные и пропорциональные детекторы. Кроме того, были предложены и реализованы различные типы резонансных детекторов [28, 47-50], в том числе резонансный детектор, не искажающий форму спектральной линии, и селективный резонансный детектор, чувствительный к состоянию поляризации мессбауэровского излучения. Были разработаны также детекторы для регистрации вторичных излучений: координатные и угловые лавинные детекторы [7], детекторы для одновременного съема информации от различных типов вторичных излучений при нормальной ( $90^\circ$ ) геометрии, высокотемпературный комбинированный проточный детектор электронов и рентгеновского излучения, и детектор для измерения в условиях скользящей геометрии [37]. В работе [38] с целью увеличения разрешающей способности предложен вариант *динамического* резонансного фильтра с изменяемыми параметрами сверхтонкой структуры.

Особое внимание было уделено системе сбора, накопления и обработки спектрометрической информации. В рамках этой проблемы были проанализированы различные варианты взаимодействия ЭВМ с экспериментальной установкой и их возможности для оптимального решения задачи [23, 31]. Анализ проблемы привел к необходимости введения в систему накопления и сбора информации дополнительного буферного накопителя, управляемого ЭВМ, который полностью разгружает ресурсы последней. Был предложен способ накопления с нулевым мертвым временем и соз-

дан специализированный накопитель 4К-24 [52, 53].

Электронная часть комплекса приборов выполнена в стандарте КАМАК. Модульный принцип построения дает возможность: 1) строить замкнутые системы, позволяющие решать на одном приборе комплекс задач от подготовки и исследования образца до полной обработки экспериментальных данных; 2) создавать приборы, обладающие достаточностью для решения конкретной проблемы, с минимальными затратами временных и материальных ресурсов; 3) делать проектируемую систему открытой, что позволяет непрерывно модифицировать прибор и учитывать потребности экспериментаторов, решающих различные задачи; 4) совершенствовать отдельные подсистемы прибора независимо друг от друга; 5) делать экономичным поиск оптимальных решений при создании приборов; 6) значительно сократить время на разработку и модификацию за счет применения изготовленных ранее модулей; 7) повысить надежность и ремонтпригодность прибора.

Кроме того, использование программно-управляемой архитектуры применительно к предложенному методу МПМС обусловлено необходимостью синтеза и задания различных законов движения, скоростных диапазонов, параметров спектрометрического тракта, а также оперативной диагностики используемых в спектрометре модулей и устанавливаемых параметров, что требуется для воспроизводимости результатов эксперимента. Все это диктует переход от аналоговых способов управления к цифровым. В качестве управляющей ЭВМ в процессе разработки использовались по мере доступности мини- и микро-компьютеры, которые в итоге были вытеснены персональными компьютерами класса IBM PC.

Для проведения температурных измерений были разработаны два типа криостатов. Безградиентный азотный криостат, на базе конструкции, описанной в работе [53], позволяющий проводить измерения в диапазоне от 80 до 300 К и проточный гелиевый криостат - для измерений в области температур от 2,5 до 90 К и от 78 до 300 К, отличающийся малым расходом хладагента (расход гелия составляет 2 литра/час при температуре 5 К и 0,05 л/час при температуре 20 К) [7].

Создана также ячейка сверхвысокого давления позволяющая проводить исследования при давлениях до 100 ГПа, в котором давление создается плоскими алмазными наковальнями (1/3-1/4 карат) [54, 55].

### 1.3. Комплекс приборов МПМС и программное обеспечение

Первые работы лаборатории были посвящены созданию «Спектрометра Мессбауэра базового»;

изготовлено три опытных образца, затем на его основе создан комплекс приборов МПМС, включающий приборы трех типов: *универсальные* (СМ2201 и СМ3201), *проблемно-ориентированные* (СМ2201DR и СМ1101TER) и *технологические* спектрометры (СМ2101Turbo, СМ1101С). Спектрометр СМ2201 изготовлен на заводе ЭЗНП (30 приборов) и в настоящее время эксплуатируется в научно-исследовательских и промышленных лабораториях России, СНГ и за рубежом для решения фундаментальных и прикладных задач. Кроме того, были изготовлены два опытных образца спектрометра СМ3201 и конструкторская документация на его изготовление передана на серийный завод.

При разработке комплекса приборов на основе анализа требований, предъявляемым к экспериментальной установке, к серийному прибору для научных исследований, к проблемно-ориентированному прибору, предназначенному для решения конкретной фундаментальной задачи, были выработаны основные принципы проектирования подробно изложенные в работе [19]. Ниже приводится краткое описание возможностей комплекса комплекса мессбауэровских спектрометров, их особенностей и областей применения.

Разработаны два типа *универсальных* мессбауэровских спектрометров (спектрометры СМ2201 и СМ3201), которые являются многофункциональными приборами и дают возможность проводить эксперименты с использованием многократной доплеровской модуляции энергии резонансного гамма-излучения и с применением резонансных преобразователей спектра: фильтров, поляризаторов, затворов, резонансных детекторов и т.д. [5, 56]. Спектрометры этого класса снабжены двумя или тремя системами доплеровской модуляции и удовлетворяют требованиям многомерной параметрической мессбауэровской спектрометрии. Они позволяют проводить исследования в следующих геометриях: 1) пропускания, 2) эмиссии, 3) рассеяния вперед, назад, углового рассеяния, 4) релеевского рассеяния мессбауэровского излучения, 5) селективно-индуцированного двойного эффекта Мессбауэра и 6) любой комбинации вышеуказанных геометрий.

Основное отличие мессбауэровского спектрометра СМ3201 заключается в том, что в нем применена система трехкратной доплеровской модуляции. За счет новой конструкции доплеровского модулятора и новой системы регулирования, обеспечивающей произвольный закон перемещения резонансных объектов в синхронном и асинхронном режимах, в нем достигнуты более высокие технические характеристики. Значительно усовершенствована также аналитическая стойка прибора.

Сравнение основных метрологических характеристик спектрометра CM3201 с параметрами лучших в настоящее время спектрометров MSII (WISSEL, ФПГ) и CM2201 показало, что он обладает более высокими точностными характеристиками, в частности значительно снижены нелинейность скоростной шкалы, скоростной шум и мертвое время на переключение каналов накопления. Технические характеристики и функциональные возможности этих приборов подробно обсуждены в работах [5-7, 19, 23, 56].

*Проблемно-ориентированные* мессбауэровские спектрометры предназначены для исследования динамических процессов (CM2201 DR) [57, 58] и поверхностных явлений (CM1101 TER) [59, 60]. Так как общим для такого рода экспериментов является длительное время измерений (от одной недели до нескольких месяцев), обусловленное, в основном, малой светосилой в применяемых гамма-оптических схемах, особое внимание было уделено исследованиям по оптимизации экспериментальных условий.

Высокочувствительный спектрометр CM2201 DR предназначен для регистрации мессбауэровских спектров в режимах селективно-индуцированного двойного эффекта Мессбауэра и релеевского рассеяния мессбауэровского излучения в условиях высокого разрешения и чувствительности. В отличие от двух экспериментальных установок, имеющих за рубежом, разработанный спектрометр за счет введения в гамма-оптическую схему эксперимента резонансных детекторов позволяет увеличить чувствительность, точность и сократить время измерения до 10 раз. Спектрометр оснащен двумя системами доплеровской модуляции. Точность настройки на требуемое значение постоянной скорости и отработки заданного закона движения составляет 0,04%. Спектрометр позволяет сделать новый шаг вперед в исследованиях динамических процессов. Основной областью применения спектрометра является исследование динамических процессов в конденсированных средах, содержащих и не содержащих ядра резонансного изотопа. К ним относятся: парамагнитная, спин-спиновая, спин-решеточная релаксация, диффузия, низкочастотные возбуждения вблизи фазовых переходов, ближний порядок и т.д.

*Проблемно-ориентированный* спектрометр Мессбауэра CM1101 TER предназначен для регистрации мессбауэровских спектров при скользящих углах падения, включающих область углов, где происходят процессы полного внешнего отражения. Спектрометр может быть использован для исследования особенностей взаимодействия излучения с конденсированной средой при скользящих углах падения и для неразрушающего селективного по глубине исследования ультратонких слоев поверхности. Подробное описание гамма-

оптической схемы и функциональных возможностей спектрометра приведено в работах [19, 56, 60].

*Технологический* спектрометр CM2101 Turbo - предназначен для проведения экспрессных исследований веществ, содержащих широкий круг изотопов, что достигается введением в гамма-оптическую схему прибора резонансных детекторов и синхронизированного двойного движения, и является универсальным спектрометром технологического применения [19]. Рекордная чувствительность достигается в эмиссионной геометрии. В геометрии пропускания спектрометр позволяет увеличить спектральное разрешение линий на 27% и чувствительность вплоть до 10 раз и значительно сократить время измерений. Так, например, при проведении экспериментов на соединениях железа с использованием в качестве конвертора резонансного детектора железной фольги, обогащенной изотопом  $^{57}\text{Fe}$  до 90% в эмиссионном варианте для второй и пятой линий расщепленного спектра получена величина эффекта 1200%. Эксперименты с двойной доплеровской модуляцией при настройке на внутреннюю линию конвертора резонансного детектора позволили получить рекордные значения ширины линий спектра стандартного образца  $\alpha\text{-Fe}$ : ширина внутренних линий составила величину  $(0,157 \pm 0,007)$  мм/с по сравнению с  $(0,210 \pm 0,007)$  мм/с при регистрации с применением серийных спектрометров.

Разработан также компактный мессбауэровский спектрометр CM1101 С для технологических применений в лабораториях и заводских условиях, а также в геологических партиях при проведении поисковых работ, отличительной особенностью которого является то, что аналитическая часть прибора минимизирована за счет встраивания детектора излучений внутрь полого штока доплеровского модулятора [19].

Программное обеспечение комплекса приборов состоит из двух частей: программ управления и программ обработки.

1) Программы управления работой спектрометра образуют интегрированную многоуровневую программную систему [19, 23, 56]. Верхний уровень системы образует программа-монитор, обеспечивающая диалоговый режим работы исследователя со спектрометром. Набор вложенных меню, соответствующих двум следующим уровням программной системы, дает возможность оперативно переключать спектрометр из режима в режим и инициировать выполнение требуемой операции. Самый нижний уровень программной системы образуют драйверы программно-управляемых устройств спектрометра.

Основными режимами работы программной системы и, соответственно, спектрометра, являются: «проверка исправности», «настройка», «ампли-

тудный анализ», «временной анализ», «работа со спектрами». В режиме «проверка исправности» программная система определяет текущую конфигурацию спектрометра, т.е. наличие программно-управляемых модулей и их позиции в крейте КАМАК, производит тестирование систем и узлов спектрометра с выдачей соответствующей диагностики о возможности дальнейшей работы.

В режиме амплитудного анализа программное обеспечение позволяет задавать требуемые значения коэффициента усиления спектрометрического тракта и высокого напряжения на детекторах, управляет набором амплитудного спектра (включение, остановка, сброс) и визуализацией его на экране монитора компьютера. По окончании амплитудного анализа программа позволяет при помощи маркеров устанавливать требуемые значения порогов дискриминации. В сервисные возможности программы входит отображение спектра в различной нормировке и определение отсчета в выбранном канале накопления.

Наиболее простым является режим временного анализа. Управление режимом состоит из включения накопления, его остановки и очистки буферного ОЗУ специализированного накопителя. Поскольку накопление мессбауэровских спектров осуществляется аппаратными средствами накопителя, компьютер в это время свободен для выполнения любых других задач. В режиме работы со спектрами программная система позволяет просматривать каталог спектров, визуализировать спектры, записанные в файлах, а также записывать накопленный спектр из специализированного накопителя в файл и, наоборот, загружать в накопитель спектр из файла для продолжения измерения.

2) Интегрированное программное обеспечение комплекса содержит в себе также программы математической обработки резонансных спектров [62, 63]. С целью выбора оптимальных алгоритмов для пакета программ был проведен анализ существующих методов обработки экспериментальных данных, которые условно можно разделить на три типа: расчет и подгонка модельных спектров на основе рассмотрения гамильтонианов сверхтонкого взаимодействия, предварительная обработка спектров, подгонка параметров теоретической модели к экспериментальным данным. Создан пакет программ для персонального компьютера, в котором на базе интерактивного диалогового подхода соединен ряд алгоритмов по предварительной обработке и итеративной подгонке параметров экспериментальных спектров. Пакет дает возможность в пределах одного экрана проводить работу в графическом режиме, в режиме создания модели и в режиме обработки массивов данных, включающих 512 точек, аппроксимируя их функциями, содержащими до 50 варьируемых параметров.

Предварительная обработка включает в себя следующие операции со спектрами: удаление выбросов с использованием методов скользящей медианы и оптимальной линейной фильтрации Винера, 2) сглаживание на основе полиномиальных операторов Савицкого-Голея или фильтра Винера, 3) дифференцирование методом полиномиальных операторов, 4) повышение разрешения при помощи интегральных преобразований Афанасьева или решение обратной задачи интегральной свертки методом оптимальной фильтрации и 5) автоматическое определение количества спектральных линий с оцениванием параметров методами производной спектроскопии. Для окончательной подгонки параметров модели к экспериментальному спектру выбраны методы Ньютона-Рафсона и Левенберга-Марквардта.

#### 1.4. Экспериментальные исследования

С использованием разработанного комплекса приборов МПМС проводились исследования представляющие практический и теоретический интерес.

Проведены исследования магнитных свойств поверхности и объема эпитаксиальных пленок иттриевого феррита-граната и влияния на эти свойства внешних технологических воздействий (температура, имплантация ионов различных типов), которые позволили впервые установить: изменение распределения катионов железа по подрешеткам по мере приближения к поверхности, отличие в температурных зависимостях сверхтонких магнитных полей на поверхности и в объеме пленки и установить оптимальные режимы ионной имплантации [23].

На основе исследования различных лекарственных препаратов было установлено, что мессбауэровская спектроскопия может служить эффективным средством контроля качества препарата на различных стадиях технологической цепочки, а также установления оптимальной режимов приготовления лекарственных препаратов [65].

С использованием ячейки давления проведены исследования влияния давления на температуру Кюри и сверхтонкие магнитные поля на ядрах  $^{119}\text{Sn}$  в сплавах Гейслера  $\text{Co}_2\text{MnSn}$  и  $\text{Ni}_2\text{MnSn}$  [54, 55]. Сплавы Гейслера являются полуметаллическими ферромагнетиками, интерес к которым возник, благодаря открытию гигантского керровского вращения плоскости поляризации. Они рассматриваются в настоящее время как перспективные

\* Автор благодарен член-корреспонденту РАН А.М. Афанасьеву за предоставление алгоритма программы интегральных преобразований.

материалы для магнитооптической записи информации. Были проведены также исследования на редко применяемом в мессбауэровской спектроскопии изотопе  $^{67}\text{Cu}$  в геометриях пропускания и эмиссии с целью наблюдения перезарядки атомов меди в соединении  $\text{AgCl}$ , а также идентификации зарядового состояния атомов в решетках ряда высокотемпературных сверхпроводников [66, 67]. В работах [68, 69] изучались нестандартные состояния атомов олова в сложных галогенидах серебра и олова со структурой  $\text{NaCl}$ , электрическая активность изоэлектронной примеси серебра в галогенидах олова.

## 2. СКОЛЬЗЯЩАЯ МЕССБАУЭРОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

В связи с необходимостью исследований особенностей химических и магнитных свойств ультратонких поверхностных слоев (1-20 нм), имеющих большое практическое значение для современной микроэлектроники, рентгеновской и синхротронной оптики, представляется чрезвычайно актуальной задача увеличения поверхностной чувствительности мощного неразрушающего аналитического метода — мессбауэровской спектроскопии.

Нами предложен новый метод исследования физико-химического состояния ультратонких слоев поверхности и границ раздела — скользящая мессбауэровская спектроскопия (СМС), объединившая возможности двух физических явлений: эффекта Мессбауэра и эффекта полного внешнего отражения резонансного излучения [8-10, 71, 72, 76].

В процессе разработки метода создана теория и методология СМС. Уже первые экспериментальные исследования [10, 69, 7] показали, что метод позволяет проводить исследования с недоступной для традиционных схем разрешающей способностью по глубине, которая конкурирует с различными способами электронной спектроскопии и дает дополнительную информацию для других методов исследования ультратонких слоев поверхности. Кроме того, получаемые результаты имеют уникальный характер, так как позволяют одновременно определять на количественном уровне микро- и макроскопические характеристики поверхности. Эти задачи не могут быть решены с помощью других методов.

### 2.1. Физические принципы и разновидности метода

При рассмотрении взаимодействия мессбауэровского излучения с резонансной средой необходимо, в отличие от зеркальной рентгеновской оптики, учитывать две составляющие электронной

восприимчивости среды: электронную и ядерную резонансную. Расчеты показывают, что, например, при использовании в экспериментах изотопа  $^{57}\text{Fe}$ , в области углов ПВО для зеркала из металлического железа глубина проникновения резонансного излучения с энергией 14,4 кэВ, определяющая одновременно разрешающую способность по глубине уменьшается до  $\sim 2$  нм, и эта величина определяет поверхностную чувствительность метода. В рамках развития метода нами была предложена новая гамма-оптическая схема, в основе которой лежит одновременный съем информации по всем каналам реакции исследуемого объекта на падающее излучение.

В работах [9, 72, 73, 75] рассмотрены особенности формирования мессбауэровских спектров отражения и вторичных излучений для общего случая анизотропной многослойной среды. Получено аналитическое выражение для амплитуды зеркально отраженной волны. Это выражение и составляет основу математического моделирования спектров зеркально отраженного и вторичного излучений.

Успешные эксперименты по возбуждению ядерных уровней синхротронным излучением (СИ) и рекордно высокая спектральная плотность излучения в области энергий низколежащих ядерных резонансов, синхротронов третьего поколения стимулировали работы по выявлению новых возможностей метода СМС, которые могли бы проявиться при использовании отличительных особенностей пучка СИ, а именно его уникальной естественной коллимации, что имеет принципиальное значение для экспериментов при скользящих углах падения, импульсный временной характер, поляризационные свойства, длина когерентности и т.д., что вселяло определенную надежду открыть новые грани мессбауэровской оптики и спектроскопии.

Эти работы представляли интерес как с фундаментальной точки зрения изучения ядерно-оптических эффектов возникающих при взаимодействии стационарного и нестационарного резонансного излучения с поверхностью конденсированных сред в области углов полного внешнего отражения, так и практической интерес для решения проблем сверхмонохроматизации синхротронного излучения — при отработке технологии создания фильтров сверхвысокого разрешения, использующих принцип полного внешнего отражения.

Работы по дифференциальной по энергии и времени скользящей мессбауэровской спектроскопии выполняются впервые в мировой практике. Необходимо отметить наш приоритет в данной области исследований на всех стадиях: теоретического обоснования, создания первой экспериментальной установки и проведения исследований,

включая сравнительные измерения с использованием стационарного радиоактивного источника и импульсного источника синхротрона.

## 2.2. Экспериментальная установка

Для реализации метода СМС в ИАНП РАН на основе мессбауэровского спектрометра СМ1101 TER создана уникальная экспериментальная установка [8, 60]. Особенностью установки является то, что она предоставляет возможность проводить одновременную регистрацию информации по всем четырем каналам реакции среды на излучение, падающее на поверхность исследуемого образца в широком интервале углов скольжения, а именно: 1) гамма-излучения, зеркально отраженного ядрами и электронами атомов; 2) электронов конверсии и Оже-электронов, излученных атомами; 3) характеристического рентгеновского излучения и 4) гамма-излучения, резонансно рассеянного ядрами.

Такая регистрация позволила не только значительно сократить время, затрачиваемое на измерение, но и повысить достоверность и надежность экспериментальных результатов, поскольку вся информация извлекается в течение одного эксперимента от образца, находящегося в идентичных условиях. Полученные при этом результаты дополняют друг друга и дают возможность получать более полные данные как о структуре ультратонких слоев исследуемой поверхности и многослойных синтетических структур, так и об особенностях взаимодействия излучения с веществом в скользящей геометрии.

Для изучения чувствительности и разрешающей способности метода были проведены исследования двух образцов: пленки металлического железа толщиной 50 нм и ультратонкой пленки железа в трехслойной структуре Sc(1,3 нм)/Fe(1,0 нм)/Sc(1,3 нм).

Были впервые получены спектры, которые показывают различный отклик на процесс взаимодействия резонансного излучения с поверхностью. Это связано как с особенностями взаимодействия излучения с веществом, так и с фазовым состоянием среды. Исследования спектров зеркально отраженного и вторичного излучений от пленки Sc/Fe/Sc при нескольких углах скольжения показали высокую чувствительность метода и позволили впервые наблюдать в зеркально отраженном излучении все теоретически ожидаемые формы мессбауэровских спектров.

Подобные установки создаются в настоящее время в Венгрии и Бельгии, однако до настоящего времени отсутствуют публикации, свидетельствующие о реализации экспериментального комплекса.

## 2.3 Наблюдение коллективных эффектов в условиях полного внешнего отражения

Уже первые эксперименты по резонансному рассеянию гамма-квантов показали, что *когерентность* играет существенную роль при формировании экспериментального спектра. При этом необходимо учитывать, что коллективный характер взаимодействия может проявляться как процесс внутриатомной интерференции (интерференция между ядерным и электронным рассеяниями), временной когерентности (когерентное ядерное рассеяние в направлении падающего излучения — «рассеяние вперед») и пространственной когерентности рассеяния от ансамбля ядер (брэгговское рассеяние). Согласно фундаментальным теоретическим представлениям, развитым в работах Кагана-Афанасьева и Хэннона-Траммеля, гамма-квант, попадая на вещество, содержащее резонансные ядра, возбуждает не то или иное конкретное ядро, но с определенной амплитудой вероятности каждое (по принципу суперпозиции состояний). Такое возбуждение является делокализованным по всему кристаллу — *ядерным экситоном*. Распад ядерного экситона происходит не изотропно, а только по выделенным направлениям и намного быстрее чем распад возбужденного состояния изолированного ядра. Динамическая теория ядерного резонансного рассеяния в случае взаимодействия синхротронного излучения с конденсированной средой, развитая этими же авторами, предсказывала дополнительно и другие проявления когерентности в дифференциальных по времени спектрах: квантовые биения, обусловленные суперпозицией различных путей рассеяния через разные ядерные резонансы в ансамбле ядер, динамические биения, возникающие благодаря многократному рассеянию при прохождении излучения через вещество.

В первых экспериментах по СМС с использованием стационарного радиоактивного источника [70] нами было обнаружено новое явление — *эффект асимметрии базовой линии* мессбауэровского спектра в диапазоне углов ПВО и *изменение ее знака* при переходе через критический угол. Это явление могло быть обусловлено *резонансной зависимостью* выхода вторичных *нерезонансных* фотоэлектронов. Расчеты выхода резонансных и вторичных электронов, проведенные в работах [73-75] и дальнейшие исследования этого процесса на специально приготовленной многослойной структуре Zr/[nFe<sub>x</sub>/Cr<sub>1-x</sub>]/Cr/стекло [78], в которой впервые наблюдалась дисперсионная форма выхода вторичных резонансных и нерезонансных электронов, показали, что причиной резонансной зависимости служит формирование в исследуемом образце *мессбауэровской стоячей волны* (МСВ).

Другим следствием проявления МСВ является, обнаруженное нами в экспериментах на синхротроне ESRF [78-84], образование квантовых биений в дифференциальных по времени спектрах и возникновение интерференционных максимумов начального возбуждения вблизи критического угла для интегральной задержанной интенсивности ядерного зеркального отражения импульсов СИ. В этих же экспериментах был обнаружен эффект ускорения распада ядерного экситона. Как показали измерения, время жизни коллективного возбуждения ядерной подсистемы в условиях ПВО уменьшается до рекордно низких значений ~ 5 нсек (по сравнению с временем распада изолированного ядра, составляющего 142 нсек).

#### 2.4. Экспериментальные исследования

Возможности метода дифференциальной по энергии и по времени СМС были продемонстрированы на примере исследований ультратонких пленок и многослойных синтетических структур, имеющих важное прикладное значение. В работе [77] приводятся результаты селективных по глубине исследований трехслойных синтетических структур  $Sc/^{57}Fe/Sc$  и  $^{57}Fe/Sc/^{57}Fe$ . Измерения показали, что качество прослоек  $^{57}Fe$  в двух образцах различны. В первом образце ( $Sc/^{57}Fe/Sc$ ) слои  $^{57}Fe$  имеют резкую границу со слоями  $Sc$ , а мессбауэровский спектр конверсионных электронов обнаружил наличие магнитного сверхтонкого расщепления в пленке  $^{57}Fe$ , помещенной между слоями  $Sc$ , характерное для  $\alpha$ -железа (~ 33 Т). Для второго образца ( $^{57}Fe/Sc/^{57}Fe$ ) спектр конверсионных электронов содержит большой вклад немагнитных фаз, а также слабо расщепленный уширенный магнитный секстет, который соответствует сверхтонкому магнитному полю ~ 26 Т, что существенно меньше поля в  $\alpha$ -железе. Обработка кривых зеркального отражения рентгеновского излучения для образца  $^{57}Fe/Sc/^{57}Fe$  обнаружила более размытую структуру, чем в случае первого образца: электронные плотности слоев  $^{57}Fe$  оказались значительно меньше, чем плотность  $\alpha$ -железа, а их толщины — существенно больше, чем следует из технологических условий. По-видимому, верхний слой атомов железа частично окислился, а часть атомов  $Fe$  из нижнего слоя перемешалась со стеклянной подложкой, что привело к частичному расслоению пленки и подложки (об этом свидетельствует обнаруженный экспериментально глубокий минимум в распределении электронной плотности на глубине ~ 10 нм).

В работах [69, 78] были исследованы фазовые превращения в тонких пленках железа, подвергнутых различным режимам термообработки с использованием радиоактивного источника и син-

хротронного излучения. В результате подгонки дифференциальных по времени спектров резонансного отражения были восстановлены ступенчатые профили распределения по глубине плотности ядер  $^{57}Fe$  с заданным типом сверхтонких расщеплений, соответствующих разложению дифференциального по энергии спектра конверсионных электронов. Полученная модель распределения сверхтонких полей разумным образом коррелирует с профилем изменения по глубине электронной плотности. Уменьшение вблизи поверхности плотности ядер, имеющих магнитное расщепление, характерное для  $\alpha$ - $Fe$ , несколько компенсируется формированием фазы магнетита в тонком поверхностном слое. Это приводит к немонотонному профилю изменения с глубиной электронной и ядерной плотности. Существование вблизи поверхности тонкого (~2 нм) немагнитного слоя объясняется возникновением на поверхности кластеров немагнитных окислов. Во то же время, немагнитные кластеры существуют не только на поверхности, но и проникают вглубь пленки вплоть до границы раздела между пленкой и подложкой, существенно уменьшая общую электронную плотность по всей толщине пленки (такое явление называется питтинговой коррозией).

Изучению резонансных свойств многослойных структур  $Zr/[nFe_x/Cr_{1-x}]/Cr/стекло$  (в дальнейшем, структура  $Fe_xCr_{1-x}$ ) были посвящены работы [80, 81]. Следует отметить, что циркониевые покрытия ядерных зеркал являются возможным вариантом антиотражающих фильтров нерезонансных частот в области углов скольжения вблизи критического для оптики синхротронного излучения. Реализация проблемы подавления рентгеновского отражения в области углов ПВО существенно зависит от технологии приготовления пленок.

Для многослойной структуры  $^{57}Fe_xCr_{1-x}$ , известно, что при  $x < 0,7$  магнитное сверхтонкое взаимодействие на ядрах  $^{57}Fe$  отсутствует. Всего в разных технологических режимах с небольшими вариациями толщины «антиотражающего» слоя  $Zr$ , числа и толщин перемежающихся слоев  $^{57}Fe$ ,  $Cr$  было изготовлено 8 образцов. Измерения показали, что только один образец состава  $Fe_{0,6}Cr_{0,4}$  (образец № 1) имел нерасщепленную линию в резонансном спектре. Этот образец, а также для сравнения образец состава  $Fe_{0,65}Cr_{0,35}$  (образец № 2), имеющий характерное для  $\alpha$ - $Fe$  магнитное расщепление спектра, были отобраны для дальнейших исследований.

Кривые зеркального отражения для этих образцов, измерялись на синхротроне ESRF на излучении с длиной волны  $\lambda = 0,086$  нм. Профили электронной плотности и фотоэлектрического поглощения, полученные при обработке этих кривых показали, что получившаяся структура пленок от-



личается от заданной. Наличие магнитного упорядочения во втором образце объясняется тем, что не произошло перемешивания слоев Fe и Cr. На это же указывает и брэговский максимум, соответствующий периоду 3,3 нм. Плотность пленки Zr оказалась неоднородной по глубине, что добавляет к вышечисленным проблемам изготовления антиотражающих пленок проблему «прилипания» пленки Zr к пленке  $^{57}\text{Fe}_x\text{Cr}_{1-x}$ .

Ярким свидетельством высокой поверхностной чувствительности метода СМС и его селективного по глубине неразрушающего характера служит наблюдаемое для второго образца аномальное уменьшение величины сверхтонкого магнитного расщепления при уменьшении угла скольжения. Такой результат не мог быть обнаружен никакими другими поверхностно-чувствительными методами.

Сравнительные измерения образцов структуры  $\text{Fe}_x\text{Cr}_{1-x}$  позволили уточнить условия образования немагнитной фазы, выявить детальные отличия синтезированных структур от расчетных. Эти данные важны для доработки технологии напыления.

Исследование резонансных пленок с антиотражающим покрытием показали принципиальную возможность создания ядерных резонансных монокроматоров, которые могут быть в дальнейшем использованы как источники высококогерентного ( $\Delta E/E = 10^{-12}$ ) излучения. Кроме того, расчеты, проведенные в [81], косвенно свидетельствуют о возможности эффективной ядерной монохроматизации слабообогатненными резонансными пленками.

Следует отметить, что проведенные нами сравнительные измерения образцов с использованием стационарного и нестационарного источников излучения являются пока единственным в мировой практике исследованием такого рода. Они показывают, что использование двух режимов СМС, дополняя друг друга, открывают новые не реализованные до настоящего времени возможности при структурных и физико-химических исследованиях ультратонких слоев поверхности и границ раздела.

Необходимо отметить, что для энергетических мессбауэровских спектров зеркального отражения ядерное резонансное рассеяние, формируя в среде *мессбауэровскую стоячую волну*, влияет на нерезонансные процессы (например, выход фотоэлектронов). В то же время на временных спектрах обнаруживается обратное влияние: взаимодействие с электронной подсистемой в начальный момент времени формирует *рентгеновскую стоячую волну*, так что ядерное возбуждение оказывается различным при разных углах скольжения и имеет максимум в критическом угле, как любой другой вторичный процесс в условиях ПВО.

Более подробный обзор особенностей скользкой мессбауэровской спектроскопии и результатов экспериментальных и теоретических исследо-

ваний с использованием этого метода приведен нами в работах [82, 83].

### 3. ПЕРСПЕКТИВЫ

Обнаруженный эффект возникновения мессбауэровской стоячей волны открывает возможности для создания универсального метода для изучения границ раздела в многослойных системах с разрешением по глубине порядка 0,1-0,2 нм. В этой связи представляется весьма перспективными исследования влияния на формирование экспериментальных спектров *мессбауэровской* стоячей волны (являющейся превалирующим процессом при использовании стационарного радиоактивного источника) и *рентгеновской* стоячей волны (в случае использования СИ), при этом регистрация флуоресцентного излучения в этих условиях, позволит изучать также распределение по глубине *нерезонансных* элементов.

Кроме того, исследования ядерно-оптических эффектов, возникающих при взаимодействии резонансного гамма-излучения с поверхностью в области критических углов ПВО, особенно результаты по расчетам выхода вторичного излучения, свидетельствуют, что другим перспективным направлением развития СМС является дифференциальный по энергии и углу вылета вторичного электронного излучения вариант метода. В этом случае предлагается проводить совместный анализ мессбауэровских спектров путем селекции электронов по энергии, а также путем установления функции пространственного распределения выхода вторичных излучений.

Несомненный практический интерес представляют также работы по сверхмонохроматизации СИ, особенно при использовании антиотражающих пленок с небольшим обогащением их резонансными изотопами, с целью получения неискаженной спектральной резонансной линии.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Постановка работ по мессбауэровской спектроскопии в институте была инициирована генеральным директором НТО АН СССР членом-корреспондентом РАН В.А. Павленко.

Автор выражает глубокую признательность академику В.И. Гольданскому за поддержку исследований в области многомерной параметрической мессбауэровской спектроскопии. Автор благодарен руководителям и сотрудникам СКБ АП (М.А. Бережковский, Е.В. Ланин, Л.П. Романков, М.С. Осипов, В. В. Самолетов, С.Е. Потапов, И.Л. Замятин), НТО АН СССР (Д.Е. Житников, Л.Г. Атливаник), экспериментального завода на-

учного приборостроения (И.М. Курапов, И.М. Илларионов, Ю. Н. Кобызев), НПО «Буревестник» (Н.И. Комяк, А.А. Александров, Д.А. Гоганов), СП «ВА Инструментс» (С.В. Протопопов), ИАНП РАН (Р.Н. Галль, Л.Н. Галль, В.И. Николаев, В.А. Готлиб), УПИ (В.В. Семенкин, В.Е. Вахонин, А.С. Коссе), МГУ (М.А. Андреева), СПбГУ (В.Г. Семенов), МИФИ (Ю.В. Петрикин), ИФВД (Г.Н. Степанов), БГУ (А.Л. Холмецкий, В.Л. Гурачевский, О.В. Мисевич), ФТИ РАН (А.С. Камзин), КРИОВАКС (М.П. Ларин), а также С.Н. Косниковскому, разработавшему дизайн комплекса приборов. Особая благодарность зав. отделом Института физики микроструктур Н.Н. Салащенко за приготовление тонких пленок и многослойных синтетических структур, а также сотрудникам синхротрона ESRF А.А. Чумакову и Р. Рюфферу за помощь при проведении экспериментов.

Последняя по очереди, но не по значимости, благодарность сотрудникам лаборатории «Резонансной спектроскопии» (М.М. Соколов, Ю.Н. Мальцев, Б.И. Ржанов, Ю.В. Гладков, А.Г. Бородин, В.В. Куприянов, Н.В. Маслова) за многочисленные дискуссии, порой нелицеприятные. Их научные, творческие усилия и энтузиазм определили уровень выполненных работ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. *Иркаев С.М., Семенкин В.А., Соколов М.М.* // Геофизическая аппаратура. 1983. Т. 77. С. 86-98.
2. *Иркаев С.М., Семенкин В.А., Соколов М.М.* // Геофизическая аппаратура, 1983. Т. 80. С.80-100.
3. *Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А., Соколов М.М.* Способ гамма-резонансной спектроскопии. А.С. № 1124714.
4. *Галль Р.Н., Иркаев С.М., Соколов М.М.* и др. Разработка программы создания комплекса мессбауэровских спектрометров и подготовка ТЗ на ОКР по разработке базовой модели. НИР № 0145. Л.: НТО АН СССР. 1982. 15 с.
5. *Иркаев С.М., Куприянов В.В., Гордеев О.А.* и др. Исследование метода и создание комплекса аппаратуры многомерной параметрической мессбауэровской спектроскопии. НИР №0147/712. Л.: НТО АН СССР. 1982. 243 с.
6. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н., Ржанов Б.И.* и др. Научно-методическое руководство по созданию спектрометра Мессбауэра. НИР №0187. Л.: НТО АН СССР. 1988. 83 с.
7. *Гладков Ю.В., Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н.* и др. Исследование метода многомерной параметрической мессбауэровской спектроскопии и принципов построения мессбауэровских спектрометров для исследования поверхности. НИР № 0114/ 0248. Л.: ИАП АН СССР. 1991. 173 с.
8. *Irkaev S.M., Andreeva M.A., Belozerskii G.N.* et.al. // Nucl. Instr. Meth. 1993. V. B74. P.545-553.
9. *Irkaev S.M., Andreeva M.A., Belozerskii G.N.* et.al. // Nucl. Instr. Meth. 1993. V. B74. P.554-564.
10. *Irkaev S.M., Andreeva M.A., Belozerskii G.N.* et.al. // Nucl. Instr. Meth. 1995. V. B103. P.351-358.
11. *Andreeva M.A., Gittsovich V.N., Irkaev S.V., Semenov V.G.* // Proceeding SPIE, 1997. V. 239. P.412-421.
12. *Андреева М.А., Андреева Н.В., Иркаев С.М.* и др. // Труды национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов. Дубна: ОИЯИ. 1997. С. 27-39.
13. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н., Красильникова Н.А.* и др. Исследование и разработка методов электронной мессбауэровской спектроскопии и полного внешнего отражения для анализа поверхности". НИР № 0139. Л.: ИАП АН РАН. 1993. 120 с.
14. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н., Маслова Н.В.* и др. Разработка и исследование нового метода изучения ультратонких слоев поверхности – мессбауэровской спектроскопии при скользящих углах падения излучения, НИР № 0139, СПб.: ИАНП РАН. 1996. 62 с.
15. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н., Маслова Н.В.* и др. Разработка и исследование методологических основ дифференциальной скользящей мессбауэровской спектроскопии. НИР 133. СПб.: 1999, 90 с.
16. *Иркаев С.М., Андреева М.А., Семенов В.Г.* и др. Разработка физических основ метода дифференциальной скользящей мессбауэровской спектроскопии для исследования поверхности и пленочных структур. Грант РФФИ № 96-02-19139.
17. *Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г.* и др. Теоретическое и экспериментальное исследование принципов ядерной монохроматизации синхротронного излучения. Грант РФФИ № 97-02-17686.
18. *Семенов В.Г., Андреева М.А., Иркаев С.М.* и др. Разработка физических основ мессбауэровской рефлектометрии синхротронного излучения - селективного по глубине метода исследования структуры и свойств пленки, поверхности и границ раздела. (1999-2001). Грант РФФИ № 99-02-17838.
19. *Иркаев С.М.* Многомерная параметрическая мессбауэровская спектроскопия. Диссертация на соискание уч. степени д.ф.-м. н.. Санкт-Петербург. 1994. 228 с.

20. *Морозов В.В.* Исследование резонансных селективных методов повышения разрешающей способности мессбауэровской спектроскопии. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м. н. Ленинград. 1982.
21. *Вахонин М.Е.* Разработка и исследование систем многократной доплеровской модуляции в мессбауэровской спектроскопии. Диссертация на соискание уч. степени к.т. н. Ленинград. 1989.
22. *Куприянов В.В.* Исследование и разработка методов и средств регистрации эффекта Мессбауэра. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м. н. Ленинград. 1991.
23. *Мальцев Ю.Н.* Анализ состояния поверхности и объема твердого тела методами мессбауэровской спектроскопии. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м. н. Санкт-Петербург. 1993.
24. *Гришин О.В.* Мессбауэровская спектроскопия в скользящей геометрии и ее применение для анализа ультратонких поверхностных слоев. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м. н. Санкт-Петербург. 1993.
25. *Иркаев С.М., Соколов М.М.* // Измерительная техника. 1980. Т. 10. С. 32.
26. *Иркаев С.М., Семенкин В.А., Соколов М.М.* // Письма в ЖТФ. 1979. Т. 5. С.984-985.
27. *Белоногов А.М., Граммаков А.Г., Иркаев и др.* // ЖТФ. 1981. Т. 8. С.1723-1733.
28. *Иркаев С.М., Морозов В.В.* // ЖТФ. 1982. Т. 52. С.122-124.
29. *Иркаев С.М., Семенкин В.А., Соколов М.М.* // ПТЭ. 1981. Т. 5. С.58-60.
30. *Иркаев С.М., Морозов В.В.* // ЖТФ. 1984. Т. 54. № 5. С.948-952.
31. *Иркаев С.М.* Мессбауэровская спектроскопия (Физические принципы, аппаратура и методика). С-Петербург. 1997. 65 с.
32. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н.* Препринт № 48, Л.: ИАП АН СССР, 1991, 26 с.
33. *Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н.* // ПТЭ. 1995. Т. 5. С.182-186.
34. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Семенкин В.А., Морозов В.В.* // Межвузовский сборник «Физические методы исследования твердого тела». 1982. Вып. 4. Свердловск.: изд-во УПИ. С.72-78.
35. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Семенкин В.А.* // Научное приборостроение. Теоретические и экспериментальные исследования. 1984. Л.:Наука. С.102-112.
36. *Иркаев С.М., Камзин А.С., Куренин И.Ю.* и др. // Препринт № 49. Л.: ИАП АН СССР. 1991. 17 с.
37. *Иркаев С.М., Камзин А.С., Мальцев Ю.Н. Григорьев Л.Г.* // ПТЭ. 1993. Т. 1. С.80-89.
38. *Иркаев С.М., Баранов Ю.А., Морозов В.В.* Резонансный фильтр. Авторское свидетельство №896692.
39. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А.* Устройство управления доплеровским модулятором мессбауэровского спектрометра. Авторское свидетельство № 1014381.
40. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А.* Мессбауэровский спектрометр. Авторское свидетельство № 1119468.
41. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А.* Способ регулирования диапазонов скорости в мессбауэровском спектрометре. Авторское свидетельство № 1190759.
42. *Иркаев С.М., Камзин А.С., Куренин И.Ю.* и др. Способ управления доплеровским модулятором мессбауэровского спектрометра. Авторское свидетельство № 172503.
43. *Вахонин М.Е., Галль Р.Н., Иркаев В.В., Куприянов В.В.* Мессбауэровский спектрометр. Авторское свидетельство № 1290883.
44. *Гурачевский В.Л., Иркаев С.М., Куприянов В.В.* и др. Ядерный гамма-резонансный спектрометр. Авторское свидетельство № 1365925.
45. *Иркаев С.М., Куприянов В.В., Мальцев Ю.Н.* и др. Способ гамма-резонансной спектроскопии. Авторское свидетельство № 1609290.
46. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М.* и др. Способ градуировки скоростной шкалы мессбауэровского спектрометра. Авторское свидетельство № 1189210.
47. *Иркаев С.М., Морозов В.В., Соколов М.М.* Резонансный детектор. Авторское свидетельство № 896692.
48. *Вахонин М.Е., Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А.* Мессбауэровский спектрометр с резонансным детектором. Авторское свидетельство № 1012677.
49. *Иркаев С.М., Куприянов В.В., Семенкин В.А.* Резонансный детектор. Авторское свидетельство № 1014379.
50. *Гурачевский В.Л., Иркаев С.М., Куприянов В.В.* и др. Резонансный детектор. Авторское свидетельство № 1311439.
51. *Иркаев С.М., Камзин А.С., Куренин И.Ю.* и др. Устройство накопления мессбауэровского спектрометра. Авторское свидетельство № 1721485.
52. *Иркаев С.М., Камзин А.С., Куренин И.Ю.* и др. Препринт № 43. Л.: НТО АН СССР. 1990. 30 с.
53. *Головнин В.А., Иркаев С.М., Кузьмин Р.Н.* // ПТЭ. 1969. Т. 1. С.111-112.
54. *Gavriluk A. G., Irkaev S.M.* // Journ. Appl. Phys. 1995. V.77. P.2649-2651.
55. *Гаврилюк А.Г., Иркаев С.М., Сидоров В.А.* и др. // Ежегодник ИФВД (1994). С.2-56.

56. Галль Р.Н., Иркаев С.М., Романков Л.П. // Научная аппаратура (Приборы и средства автоматизации для научных исследований). 1987. Т. 2, №3. С.71-74.
57. Гладков Ю.В., Иркаев С.М., Мальцев Ю.Н. и др.// Препринт № 50. Л.:1991. 20 с.
58. Irkaev S.M., Maltsev Y.N., Semenov V.G. et.al.// Nucl. Instr. Meth. 1995. V. B95. P.253-259.
59. Александров М.Л., Белозерский Г.Н., Иркаев С.М. и др.// Препринт № 46. Л.: 1991. 25 с.
60. Alexandrov M.L., Irkaev S.M., Semenov V.G. et.al.//Hyperfine Intereactions. 1992. V. 71. P.1461-1463.
61. Иркаев С.М., Камзин А.С., Мальцев Ю.Н., Маслова Н.В.// Алгоритмы и математическое обеспечение для физических задач (материалы по математическому обеспечению ЭВМ). 1987. Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе АН СССР. С.56-59.
62. Бородинов А.Г., Иркаев С.М., Нахабцев Д.В. и др.// Препринт № 47. Л.: ИАП АН СССР. 1991. 37 с.
63. Белозерский Г.Н, Мальцев Ю.Н., Иркаев С.М. и др.// Вопросы точности в ядерной спектроскопии. 1992. Вильнюс.: Институт физики. С.55-61.
64. Александров М.Л., Гладков Ю.В., Иркаев С.М. и др.// Препринт № 41. НТО АН СССР. 1990. 12 с.
65. Иркаев С.М., Серегин П.П., Ермолаев А.В.// ФТТ. 1995. Т. 37. С.3184-3186.
66. Мастеров В.Ф., Серегин П.П., Иркаев С.М. и др.// ФТТ. 1995. Т. 37. С.3400-3406.
67. Мастеров В.Ф., Серегин П.П., Иркаев С.М. и др.// ФТТ. 1996. Т. 38. С.3308-3331.
68. Мастеров В.Ф., Серегин П.П., Иркаев С.М. и др.// ФТП. 1997. Т.31. С.381-383.
69. Andreeva M.A., Irkaev S.M., Semenov V.G. et. al.// Phys. Stat.Sol. (a). 1991. V.127. P.455-464.
70. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г. и др.// Письма в ЖЭТФ. 1992. Т. 55. С.62-65.
71. Иркаев С.М., Андреева М.А., Семенов В.Г. и др.// Научное приборостроение. 1992. Т. 2, № 3. С.70-84.
72. Иркаев С.М., Андреева М.А., Семенов В.Г. и др.// Научное приборостроение, 1992. Т. 2, № 4. С.46-61.
73. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г.// ЖЭТФ. 1994. Т.108. С.1-18.
74. Andreeva M.A., V., Irkaev S.M., Semenov V.G. et.al.// Hyperfine Interactions. 1995. V. 95. P. 11-22.
75. Andreeva M.A., Irkaev S.M., Semenov V.G.// Hyperfine Interactions, 1996. V. 97/98. P.605-623.
76. Иркаев С.М., Андреева М.А., Семенов В.Г.// Научное приборостроение. 1996. Т. 6. С. 59-66.
77. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г. и др.// Поверхность. 1997. Т.12. С.62-72.
78. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г.// Изв. РАН. Сер. физ.. 1998. Т.62. № 2. С.406-417.
79. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г. и др.// Рентгеновская оптика. Материалы Всероссийского Совещания. Нижний Новгород. 1998. Изд-во Института физики микроструктур РАН. С.69-77.
80. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г. и др.// Поверхность. 1999. Т. 1. С.59-72.
81. Андреева М.А., Иркаев С.М., Семенов В.Г. и др.// Поверхность, 1999. Т. 2 С.114.
82. Семенов В.Г., Андреева М.А., Иркаев С.М.// Научное приборостроение. 1999. Т.9, №1. С.4-17.
83. Семенов В.Г., Андреева М.А., Иркаев С.М.// Научное приборостроение. 1999. Т. 9. № 2. С. 3-13.
84. Andreeva M.A., Irkaev S.M., Semenov V.G. et al. // J. of Alloys and Compounds. 1999. V. 286. P.322.

## RESEARCH AND DEVELOPMENT IN THE FIELD OF MÖSSBAUER SPECTROSCOPY INSTRUMENTS AND METHODS

S.M. Irkaev

*Institute for Analytical Instrumentation RAS, St. Petersburg*

Investigations carried on in the Laboratory of Resonance Spectroscopy are aimed at the development of the Mössbauer effect methodology, i.e. the theory, measurement techniques, and conducting experimental studies in specific directions of theoretical and practical interest.