
**ИССЛЕДОВАНИЯ, ПРИБОРЫ, МОДЕЛИ
И МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

УДК 543.42.062:539.211+539.26+539.143

**© С. М. Иркаев, В. Г. Семенов, В. Е. Курочкин, Н. А. Макаров,
В. В. Панчук, А. Л. Тер-Мартirosян, К. П. Чернэуцану****МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ СПЕКТРОМЕТР
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ И ОБЪЕМА
КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД.
III. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ И РЕЗУЛЬТАТЫ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ**

Заключительная статья серии "Многофункциональный спектрометр для исследования поверхности и объема конденсированных сред" (см. "Научное приборостроение": 2004, т. 14, № 3; 2005, т. 15, № 1) посвящена изложению функциональных возможностей спектрометра для исследования поверхности и объема конденсированных сред. Описываются методика проведения экспериментальных исследований; пакет программ совместной обработки данных, полученных в режимах рентген-рефлектометрических, рентген-флуоресцентных и мёссбауэровских измерений, а также результаты исследований спиновой текстуры и определения профиля распределения элементов и фаз в многослойных синтетических структурах Fe/V и Fe/Cr.

ВВЕДЕНИЕ

Наибольшую трудность в экспериментах по спектрометрии в скользящей геометрии представляет процедура исходной ориентации поверхности исследуемого образца относительно падающего излучения, т. е. юстировка гамма-оптической схемы в области углов полного внешнего отражения (ПВО) [1, 2]. Это обусловлено тем, что углы падения излучения относительно плоскости образца необходимо выставлять в диапазоне углов от 1 до 30 мрад с точностью ± 0.2 мрад. В связи с этим юстировка является первым этапом проведения измерений.

На втором этапе измеряются рентген-флуоресцентные и мёссбауэровские спектры при падении излучения на образец в области углов θ от 1 до 90°. Этот этап обеспечивает предварительное определение элементного состава образца и мёссбауэровских параметров соединений (изомерный сдвиг, квадрупольное расщепление, магнитное сверхтонкое поле), находящихся на поверхности, а также оценки процентного соотношения их присутствия в спектрах нормального падения.

Третий этап заключается в установлении профиля изменения по глубине действительной и мнимой частей электронной восприимчивости изучаемой поверхности, который можно определить из анализа кривых зеркального отражения на основе предварительных данных об элементном и фазовом составе, полученных на предыдущем этапе.

Следующим этапом является определение диапазона и дискретности изменения углов для селективных по глубине элементного и фазового анализов. Эти диапазоны определяются исходя из глубины проникновения возбуждающего излучения, которая в свою очередь определяется из профиля распределения электронной восприимчивости.

На заключительном этапе измеряется серия рентгенфлуоресцентных и мёссбауэровских спектров при углах, определенных на предыдущих этапах, с целью восстановления профиля изменения по глубине элементов и фаз, находящихся на поверхности образца.

**1. ЮСТИРОВКА ГАММА-ОПТИЧЕСКОЙ
СХЕМЫ СПЕКТРОМЕТРА**

Первоначальной стадией на этапе юстировки является установка узлов спектрометра на гамма-оптическую ось. Для юстировки гамма-оптической схемы спектрометра нами был использован оптический способ с использованием лазерного источника излучения, установленного на месте источника рентгеновского или гамма-излучения.

Луч лазера, проходя через первый щелевой коллиматор, попадает на зеркало. Коллиматор выставляется таким образом, чтобы луч имел максимальную интенсивность при заданной ширине щели и попадал в центр зеркала. Затем на аналитическом столе размещается гониометр с зафиксированным на нем детектором, причем необходимо, чтобы отраженный от зеркала луч попадал в центр

детектора. После установки гониометра между зеркалом и образцом помещаются два щелевых коллиматора, и на гониометр устанавливается исследуемый образец так, чтобы проходящий через последний коллиматор луч попадал в центр образца.

Оптический способ определения оси является существенным достоинством спектрометра. Он обеспечивает не только надежную установку его узлов, но и позволяет производить контроль юстировки как перед началом каждого измерения, так и в процессе измерений.

На заключительной стадии юстировки определяются нулевые положения образца и регистрирующих устройств с использованием рентгеновской трубки, которая помещается на место лазера. Рентгеновское излучение после прохождения монохроматора и коллимационного устройства, отражаясь от поверхности исследуемого образца, попадает на детектор зеркально отраженного излучения. Путем вращения образца можно добиться максимальной интенсивности пучка рентгеновских квантов (рис. 1). Это положение определяется как предварительный нуль образца.

Необходимо отметить, что ширина пучка падающего излучения достаточна, чтобы в окрестностях нулевого положения образца регистрировать как прямое, так и зеркально отраженное излучения. Таким образом, установив образец на некоторый

небольшой угол (порядка 0.5 мрад), вращая детектор, можно наблюдать два максимума интенсивности (рис. 2).

Расстояние между ними определяет реальный угол скольжения (θ), а положение первого максимума — нуль детектора. Зная реальный и установленный углы скольжения можно скорректировать нулевое положение образца.

Оценка расходимости пучка рентгеновских квантов не вызывает дополнительных сложностей. Если обозначить ширину щели как h , а длину образца вдоль направления излучения как l , то расходимость пучка, обозначаемую как $\Delta\theta$, можно определить из следующего выражения:

$$\Delta\theta = \frac{h}{L_1} + \frac{l\theta}{L_1}. \quad (1)$$

Применимость этой формулы ограничена условием $l\theta \leq h$, т. е. когда проекция образца на плоскость, перпендикулярную направлению пучка, меньше ширины щели h . В противном случае $\Delta\theta = 2h/L_1$ (здесь L_1 — расстояние между входной щелью коллимационного устройства и образцом).

Конструкция спектрометра позволила при ширине щели 0.1 мм обеспечить расходимость пучка излучения $\Delta\theta \leq 0.2$ мрад.

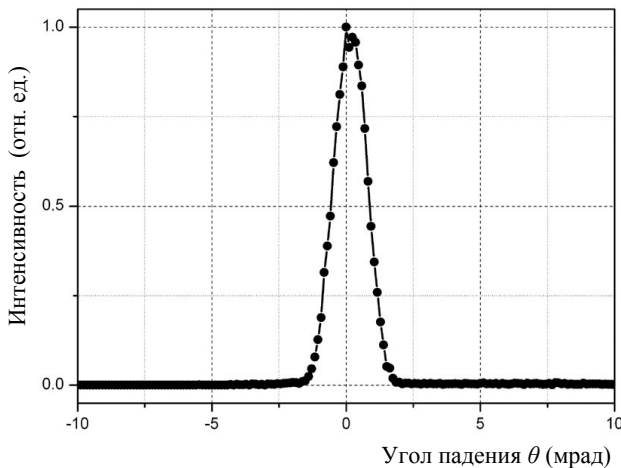


Рис. 1. Угловое распределение интенсивности падающего излучения

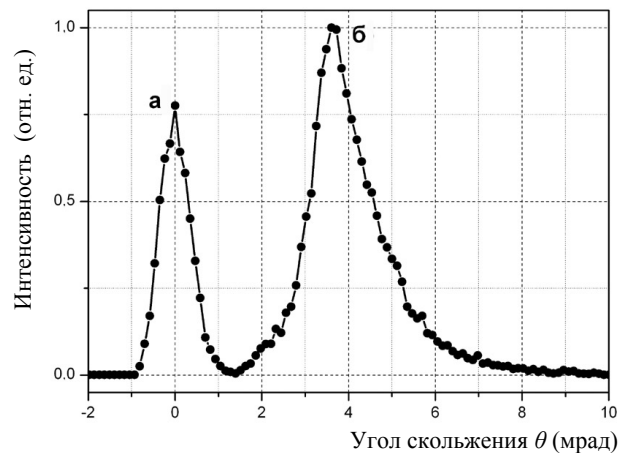


Рис. 2. Угловое распределение интенсивности прямого (а) и зеркально отраженного (б) пучков при угле падения излучения на образец 1.7 мрад

2. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

После этапа юстировки следует этап измерения. Для последующей обработки данных и определения диапазона сканирования по углам необходимо определить присутствующие в образце элементы, а также фазы, содержащие мёссбауэровский изотоп. Эту информацию можно получить, измерив рентген-флуоресцентные и мёссбауэровские спектры при нормальном угле падения. В данном случае не требуется монохроматизации, поэтому источник излучения (рентгеновская трубка или мёссбауэровский источник) устанавливается в нулевое положение по отношению к монохроматору, который исключается из схемы анализа. Первое поворотное устройство двухкружного гониометра, на который установлен комбинированный детектор с образцом, поворачивается на угол $\theta = 90^\circ$ относительно падающего излучения. Полупроводниковый детектор устанавливается под углом 45° по отношению к образцу. Таким образом, реализуются схемы классического рентген-флуоресцентного анализа и мёссбауэровской спектроскопии с регистрацией электронов конверсии.

Для проведения дальнейшего анализа необходимо определить длины волн возбуждающего излучения, которые будут использоваться в рефлектометрическом, рентген-флуоресцентном и мёссбауэровском режимах. Для последнего режима длина волны определяется энергией мёссбауэровского перехода (например, для Fe $\lambda = 0.086$ нм). В рентген-флуоресцентном и рефлектометрическом режимах длины волн выбираются исходя из элементов, находящихся в образце, и типа используемой рентгеновской трубки.

Основной целью рефлектометрических измерений является определение профиля электронной плотности по глубине анализируемой структуры. Исходя из этого, выбирается и длина волны. При малых длинах волн критический угол смещается в сторону малых значений, это приводит к "уплотнению" спектра по сравнению с кривыми отражения, измеренными для больших длин волн, что усложняет процедуру обработки. Поэтому для рефлектометрических измерений, как правило, используют рентгеновские трубки с медным анодом.

В рентген-флуоресцентном режиме выбор длины волны определяется из двух условий. Во-первых, выбранная энергия должна возбуждать флуоресценцию всех элементов, находящихся в анализируемом образце, и, во-вторых, необходимо обеспечить максимальную светосилу эксперимента. Этим двум условиям отвечают характеристические линии рентгеновских трубок $Cu_{K\alpha}$ ($\lambda = 0.154$ нм), если в образце присутствуют элементы от Mg до Fe, или $Mo_{K\alpha}$ ($\lambda = 0.071$ нм), если необходимо определять более тяжелые элементы.

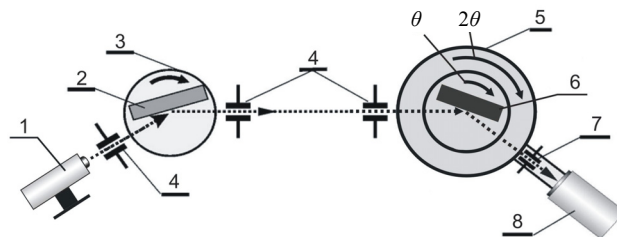


Рис. 3. Схема экспериментальной установки при проведении рефлектометрических измерений.

1 — источник рентгеновского излучения; 2 — монохроматор; 3, 5 — двухкружный гониометр; 4 — блок коллиматоров; 6 — образец; 7 — коллиматор; 8 — детектор

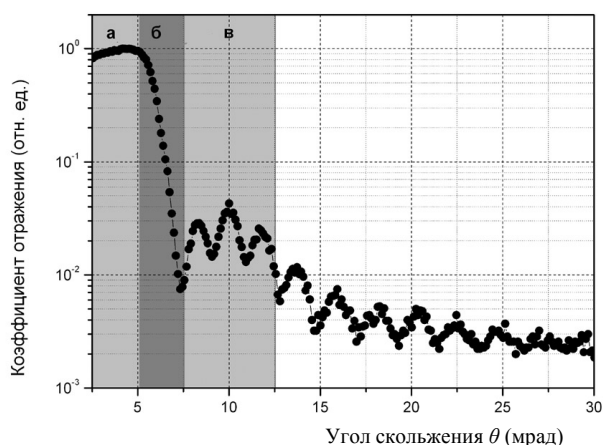


Рис. 4. Кривая зеркального отражения многослойной структуры $[Fe_{10 \text{ нм}} / V_{10 \text{ нм}}]_{25}$

2.1. Определение профиля электронной восприимчивости

Профиль распределения электронной восприимчивости по глубине определяется из кривых зеркального отражения, измеренных при разных длинах волн, что обусловлено использованием в ходе анализа излучений разных энергий, в то время как электронная восприимчивость сильно зависит от длины волны падающего излучения. Существует возможность пересчета распределения электронной восприимчивости, однако для этого необходимо знать точный профиль распределения по глубине всех находящихся в образце элементов, что на данной стадии измерений представляет значительные трудности.

Оптическая схема спектрометра для измерений в рефлектометрическом режиме показана на рис. 3.

Пучок излучения от рентгеновской трубки 1 формируется первым щелевым коллиматором 4 и падает на монохроматор 2, установленный на двухкругное гониометрическое устройство 3. Вращение гониометра осуществляется таким образом, что при повороте рентгеновской трубки на угол 2θ монохроматор поворачивался на угол θ . Таким образом, зеркально отраженное от монохроматора излучение распространяется параллельно оптической оси при любом значении θ .

После монохроматизации излучение, сформированное двумя щелевыми коллимационными устройствами 4, попадает на исследуемый образец 6, установленный на автоматизированный двухкругной гониометр 5, вращение которого осуществляется также в геометрии $(\theta-2\theta)$. Излучение, зеркально отраженное от образца, пройдя щелевое коллимационное устройство 7, регистрируется пропорциональным газовым детектором 8. В качестве демонстрации работы спектрометра в рефлектометрическом режиме на рис. 4 приведена кривая зеркального отражения от многослойной структуры $[\text{Fe}_{10\text{ нм}} / \text{V}_{10\text{ нм}}] \cdot 25$, измеренная при длине волны 0.154 нм.

2.2. Определение профиля распределения элементов

Для определения изменения элементного состава по глубине поверхности измеряется серия рентген-флуоресцентных спектров при разных углах падения возбуждающего излучения. Диапазон углов для измерения рентген-флуоресцентных спектров определяется из кривой отражения (от нуля до двух критических углов), измеренной при длине волны, которая будет использоваться для измерений.

На рис. 4 этот диапазон разбит на три области. Область (а) отвечает полному внешнему отражению, т.е. излучение "скользит" по поверхности образца (глубина проникновения составляет около 5 нм) и возбуждаются только элементы, находящиеся во внешнем слое анализируемой структуры, поэтому можно ограничиться измерением спектров для 2–3 углов из этой области. Следующая область (б) характеризуется резким изменением глубины проникновения возбуждающего излучения, поэтому для более точного восстановления профиля распределения элементов по глубине необходимо измерять спектры для большего числа углов (не менее 6). В последней области (в) излучение полностью проникает в объем образца, и наблюдается рост сигналов от элементов, находящихся на сравнительно больших глубинах (около 1 мкм). Рентген-флуоресцентные спектры в этой области достаточно измерить для 3–4 углов.

После определения угловых диапазонов сканирования можно приступить к измерениям рентген-

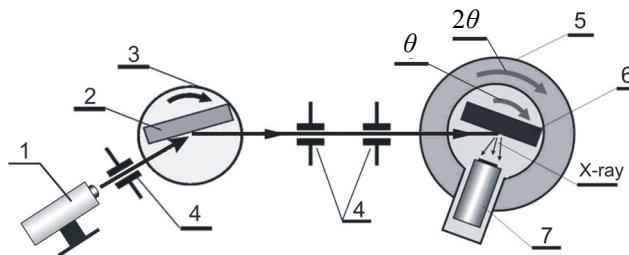


Рис. 5. Схема спектрометра в режиме рентген-флуоресцентной спектроскопии.

1 — источник рентгеновского излучения; 2 — монохроматор; 3, 5 — двухкругной гониометр; 4 — щелевые коллиматоры; 6 — образец; 7 — полупроводниковый детектор

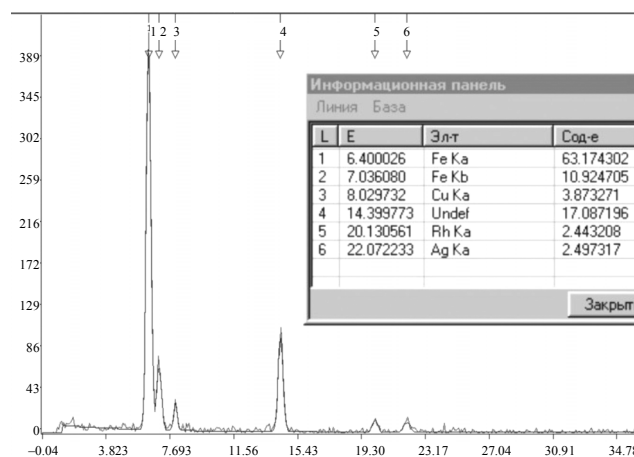


Рис. 6. Рабочее окно программы для обработки рентген-флуоресцентных спектров

флуоресцентных спектров. Схема спектрометра для измерений в рентген-флуоресцентном режиме показана на рис. 5.

Сформированное излучение, аналогично тому как это было сделано в рефлектометрическом режиме, попадает на анализируемый образец 6, вызывая при этом характеристическое флуоресцентное излучение. Вращая поворотное устройство гониометра 5, на оси которого расположен образец, устанавливается требуемый угол. Характеристическое рентгеновское излучение регистрируется полупроводниковым детектором 7, находящимся под углом 45° по отношению к образцу. Детектор, так же как и образец, устанавливается на поворотное устройство и вращается вместе с образцом. Расстояние между поверхностью анализируемого образца и входным окном детектора составляет 5 мм, что отвечает оптимальному расстоянию для максимального сбора квантов, вышедших из образца. При большем расстоянии образец—детек-

тор снижается количество квантов, попадающих в окно детектора, за счет того, что характеристическое излучение выходит под разными углами относительно поверхности образца. Уменьшение же этого расстояния приводит к тому, что при определенных углах детектор начинает перекрывать падающее на образец излучение.

На рис. 6 приведен рентген-флуоресцентный спектр от многослойной структуры

$$[\text{Fe}_{10 \text{ нм}} / \text{V}_{10 \text{ нм}}] \cdot 25$$

для угла скольжения 10 мрад, измеренный на излучении $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$ ($\lambda = 0.154 \text{ нм}$).

2.3. Определение профиля распределения фаз

Для определения профиля распределения фаз в качестве источника возбуждающего излучения используются мёссбауэровские источники.

Можно выделить две особенности таких измерений — низкая светосила эксперимента и высокая монохроматичность спектральной линии ($\Delta E \sim 10^{-8} \text{ эВ}$). Использование монохроматора в анализе позволяет только отсеять рентгеновское и высокоэнергетическое излучение, образующееся при ядерном распаде мёссбауэровского источника вместе с резонансной линией. Таким образом, использование монохроматора, понижающего интенсивность излучения, не является необходимым условием в мёссбауэровских измерениях, однако позволяет увеличить соотношение сигнал-шум в наблюдаемых спектрах. Поэтому включение в схему измерения монохроматора целесообразно только при использовании источников с высокой активностью. В настоящей работе был использован мёссбауэровский источник с общей активностью 50 мКи, поэтому монохроматор был исключен из схемы анализа. Гамма-оптическая схема проведения таких измерений приведена на рис. 7.

Радиоактивный источник 2, помещенный на доплеровский модулятор 1 движется с изменяющейся вдоль оптической оси скоростью. Испущенное источником гамма-излучение с энергией, определяющейся скоростью движения, формируется двумя щелевыми коллиматорами 3. Сформированный таким образом пучок попадает на образец 5, находящийся в объеме комбинированного детектора 8 [3], который установлен на ось поворотного устройства гониометра 4.

При резонансном поглощении излучения ядрами возбуждается мёссбауэровский переход. Снятие возбуждения с мёссбауэровского ядра сопровождается выходом вторичного излучения, разные виды которого регистрируются комбинированным детектором 8. Спектры зеркально отраженного мёссбауэровского излучения регистрируются детектором 7 в геометрии ($\theta—2\theta$).

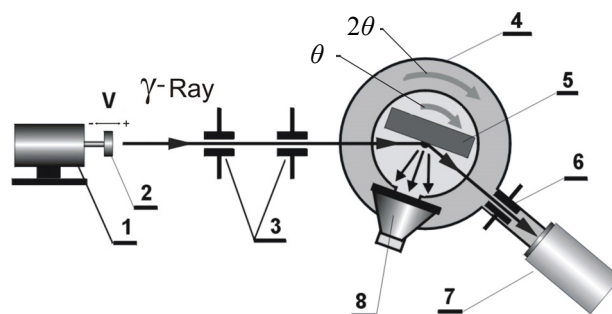


Рис. 7. Схема спектрометра в режиме мёссбауэровской спектроскопии.

1 — доплеровский модулятор; 2 — мёссбауэровский источник; 3 — блок коллиматоров; 4 — двухкрусный гониометр; 5 — образец; 6 — коллиматор; 7 — детектор зеркально отраженного излучения, 8 — детектор

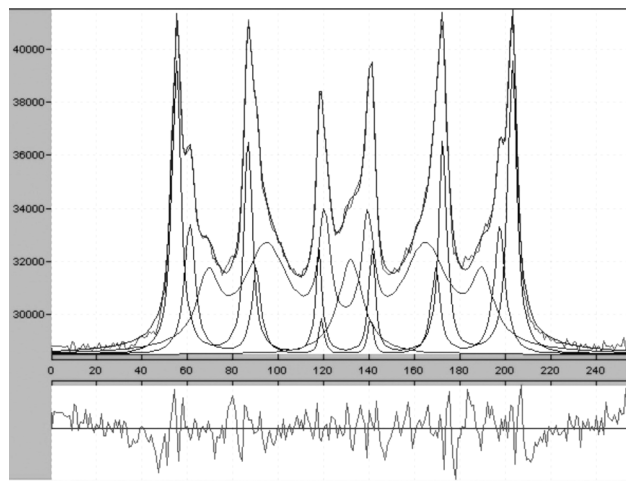


Рис. 8. Рабочее окно программы для обработки мёссбауэровских спектров

Углы, при которых измеряются мёссбауэровские спектры для селективного по глубине фазового анализа, определяются аналогично выбору углов при рентген-флуоресцентных измерениях; причем для этой цели анализируется кривая зеркального отражения, измеренная при длине волны мёссбауэровского перехода (0.086 нм). Учитывая малую светосилу эксперимента можно ограничиться измерением спектров всего при нескольких углах — при угле ПВО, в критическом угле и при угле после спада кривой отражения, но меньшем, чем $2\theta_{\text{кр}}$.

Для примера работы спектрометра в описываемом режиме на рис. 8 продемонстрирован мёссбауэровский спектр от многослойной структуры $[\text{Fe}_{10 \text{ нм}} / \text{V}_{10 \text{ нм}}] \cdot 25$, измеренный при угле падения излучения, составляющем 10 мрад.

3. МЕТОДИКА ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

Задача определения элементного и фазового профилей по глубине анализируемой структуры заключается в создании модели, не противоречащей экспериментальным данным, полученным с помощью всех используемых режимов измерения.

На первом этапе обработки модель искомой структуры формируется на основе рентген-флуоресцентных и мёссбауэровских данных, полученных при 90° геометрии эксперимента. В качестве начального приближения при задании параметров модельной структуры можно воспользоваться табличными данными для амплитуд электронного рассеяния [4].

На втором этапе обработки, варьируя параметры модели, такие как количество и толщину слоев, мнимую и вещественную части показателя преломления каждого слоя, а также шероховатость, подгоняют получаемую кривую коэффициента отражения для данной модели к экспериментально измеренной кривой зеркального отражения. Полученный таким образом профиль распределения вещественной и мнимой частей электронной плотности по глубине используется для восстановления элементного и фазового профилей присутствующих в анализируемом образце элементов.

По данным, полученным из серии рентген-флуоресцентных спектров, измеренных при разных углах, определяется зависимость интенсивности флуоресцентной линии каждого элемента от угла падения возбуждающего излучения. В процессе обработки в тот или иной слой модельной структуры помещается определяемый элемент путем добавления в этот слой параметров, характеризующих вероятность испускания характеристического излучения. На основе этих параметров рассчитывается интенсивность флуоресцентного излучения в зависимости от угла падения. Полученная таким образом расчетная зависимость подгоняется к экспериментальным спектрам путем варьирования параметров (номер слоя и относительное содержание элемента в нем).

Восстановление профиля распределения по глубине фазового состава осуществляется введением в каждый набор сверхтонких взаимодействий мёссбауэровского изотопа, определяемых из мёссбауэровского спектра, измеренного в условиях нормального падения излучения на исследуемый образец. Далее рассчитывается зависимость доли каждой фазы, характеризующейся своим набором сверхтонких взаимодействий, от угла падения излучения на образец. Варьируя параметры модели, такие как содержание фаз в том или ином слое, подгоняют рассчитанные зависимости к зависимостям, определенным из серии мёссбауэровских спектров, измеренных при разных углах.

4. ПАКЕТ ПРОГРАММ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Для извлечения селективной по глубине информации об элементном и фазовом составе анализируемого образца разработан программный пакет обработки экспериментальных данных. Основная особенность данного пакета заключается в том, что все программы, входящие в его состав, являются согласованными, т. е. информация, полученная из одной программы, используется во всех остальных и наоборот. Кроме того, так как для определения элементного и фазового состава проводятся измерения серии спектров, то необходимо их обрабатывать совместно, используя единые параметры для всех спектров этой серии.

Первоначальная задача обработки заключается в разложении рентген-флуоресцентных и мёссбауэровских спектров на отдельные компоненты. Для рентген-флуоресцентных спектров такими компонентами являются флуоресцентные линии, при

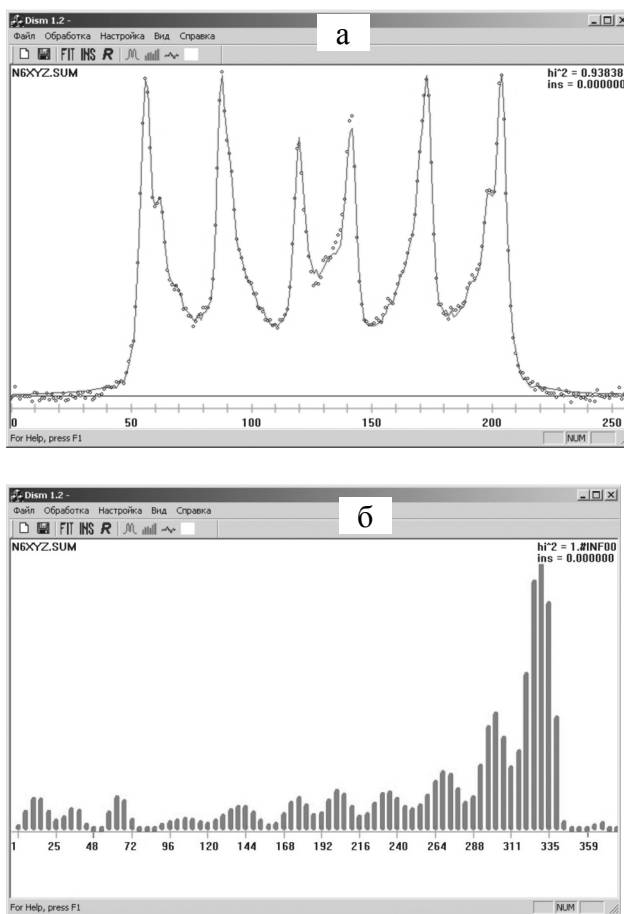


Рис. 9. Рабочее окно (а) и результат работы (б) программы для определения вероятностей распределений параметров сверхтонких взаимодействий

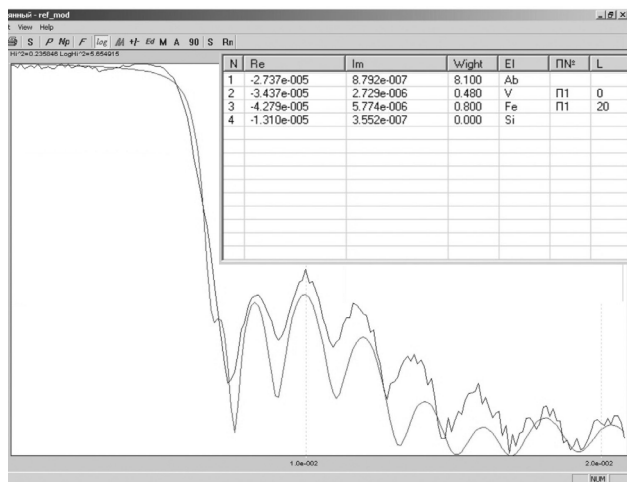


Рис. 10. Рабочее окно программы для обработки кривых зеркального отражения и зависимостей выходов вторичного излучения

определении которых извлекается информация об элементном составе (длина волны или энергия линии) и относительном содержании элементов (интенсивность пика или площадь под линией). С целью решения этой задачи была разработана программа, раскладывающая рентген-флуоресцентный спектр на отдельные линии, в которых теоретические точки распределены по закону Гаусса. Подгонка теоретической кривой, которая является суперпозицией всех линий, определенных в спектре, к экспериментальным точкам осуществляется нелинейным методом наименьших квадратов (МНК).

В качестве примера на рис. 9, а показано рабочее окно программы при обработке рентген-флуоресцентного спектра многослойной структуры $[\text{Fe}_{10 \text{ нм}} / \text{V}_{10 \text{ нм}}] \cdot 25$, измеренного при угле падения возбуждающего излучения 10 мрад.

С целью получения более надежных результатов в алгоритм программы включена возможность нормировки каждой линии (интенсивность или площадь) на величину массового коэффициента поглощения элемента, соответствующего этой линии для длины волны возбуждающего излучения, и выхода флуоресценции определенной линии.

При обработке серии спектров, измеренных при разных углах, существует возможность их нормировки единым временем накопления. Кроме того, программа определяет зависимости интенсивностей (или площадей) линий от угла падения возбуждающего излучения на образец для всех определенных элементов. Такие зависимости используются для восстановления элементного состава по глубине.

В мёссбауэровских спектрах каждая компонента (гипотеза), соответствующая резонансному ядру в том или ином окружении, может содержать несколько линий, связанных между собой набором параметров сверхтонких взаимодействий. Результирующий теоретический спектр содержит суперпозицию таких гипотез, а его подгонка к экспериментальным точкам осуществляется нелинейным методом наименьших квадратов. Площади под гипотезами определяют относительное содержание атомов, находящихся в соответствующем окружении.

Как было отмечено выше, для мёссбауэровского эксперимента характерна малая светосила. Поэтому измеряемые спектры содержат высокую долю случайного шума. Для устранения этого шума в алгоритм программы включены методы цифрового сглаживания, основанные на использовании полиномиального фильтра Савицкого—Галлея с разными степенями сглаживания [5].

Наличие в тонких пленках или многослойных структурах переходных областей между соприкасающимися фазами (интерфейсных областей) приводит к уширению спектральных линий. Это уширение объясняется набором входящих в спектр компонент со слабо изменяющимися параметрами сверхтонких взаимодействий, что обусловлено наличием распределения по окружениям резонансных атомов в интерфейсах. Так как линии в получаемых спектрах от подобных структур плохо разрешены, то разложение таких спектров на отдельные гипотезы связано со значительными трудностями. Существует другой способ их обработки. Суть его заключается в том, что экспериментальный спектр описывается суперпозицией компонент спектров с непрерывно изменяющимися параметрами сверхтонких взаимодействий. Веса таких компонент соответствуют вероятности нахождения резонансных атомов в том или ином окружении. Для реализации этого способа обработки была разработана специальная программа, рабочее окно и результат работы которой представлены на рис. 9, б.

Распределения сверхтонких параметров (химических сдвигов, магнитных полей, квадрупольных расщеплений) позволяют достаточно точно определять структуру и долю интерфейсных областей, однако не дают информацию о том, находятся эти области на поверхности или в объеме структуры.

Обработка кривых зеркального отражения и зависимостей выхода вторичных излучений от угла падения возбуждающего излучения осуществляется сопоставлением экспериментально определенных кривых с теоретическими зависимостями, рассчитанными для модельных дискретных структур. Для решения этой задачи нами была разработана программа, алгоритм которой основан на подходе, использующем характеристические матрицы пространства [1]). На первом этапе обработки

строится дискретная модель анализируемой структуры. В качестве параметров каждого слоя задаются вещественная и мнимая части восприимчивости, а также толщина слоя. Варьированием этих параметров осуществляется "подгонка" рассчитанной зависимости коэффициента отражения от этой структуры к кривой зеркального отражения, измеренной для анализируемого образца. Таким образом, восстанавливается профиль распределения электронной плотности по глубине, а также толщины слоев анализируемой структуры. На рис. 10 представлено рабочее окно программы при обработке кривой отражения, измеренной для многослойной структуры $[Fe_{10\text{ нм}} / V_{10\text{ нм}}]_{25}$.

Обработка рентген-флуоресцентных спектров зависимостей выходов вторичного излучения с целью восстановления элементного состава по глубине анализируемой структуры осуществляется добавлением к полученной модели параметров, характеризующих процессы образования и поглощения средой характеристического излучения. К таким параметрам относятся: массовый коэффициент поглощения (μ/ρ) возбуждающего излучения тем слоем, в котором находится анализируемый атом; выход флуоресценции линии, используемой в обработке; (μ/ρ) характеристического излучения вышележащих слоев. Сопоставляя рассчитанные зависимости, получаемые варьированием доли атомов в каждом слое с экспериментальными зависимостями, можно определить профили распределения элементов по глубине анализируемой структуры.

Профиль распределения фаз, содержащих мёсбауэровский изотоп, определяется аналогичным образом. Отличие заключается в том, что при расчетах используется не только электронная часть восприимчивости, определенная при обработке кривой зеркального отражения, но и ядерная, которая вычисляется с использованием выражений, приведенных в работе [2].

Большая часть параметров, использующихся описанными программами для обработки экспериментальных данных, являются табличными значениями. К таким параметрам относятся электронные восприимчивости элементов, их массовые коэффициенты поглощения для разных длин волн, энергии и выходы характеристических излучений. В качестве источника этих параметров при создании программ нами были использованы базы данных физической лаборатории Национального института стандартов и технологий США (NIST).

5. ИССЛЕДОВАНИЕ МНОГОСЛОЙНЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ СТРУКТУР

Настоящий раздел посвящен демонстрации возможностей селективного по глубине элемент-

ного и фазового анализа при исследовании сверхрешеток, примером которых являются многослойные синтетические структуры.

Многослойные синтетические структуры, включают в себя попеременно нанесенные слои нанометровой толщины. В таких системах проявляются новые фундаментальные законы низкоразмерного магнетизма, а сами они служат основой для создания электронных устройств, имеющих большие промышленные приложения. Кроме того, такие структуры в последнее время активно используются в элементах рентгеновской оптики.

При использовании этих структур особое внимание уделяется качеству их получения (размер слоев, шероховатость, доля интерфейсных областей). В связи с этим возникает потребность в методах контроля изготовления сверхрешеток, т. е. отличия полученных систем от технологически задаваемых параметров.

5.1. Определение спиновой текстуры в сверхрешетках Fe/V

Мёсбауэровская спектроскопия представляет собой одну из наиболее эффективных экспериментальных методик для изучения магнитного поведения многослойных металлических систем, включающих Fe в качестве магнитного элемента.

Для изучения низкоразмерных магнитных систем развито большое количество экспериментальных и теоретических методов, однако данные разных групп и их интерпретация часто противоречат друг другу. С одной стороны, это связано с особенностями приготовления образцов, когда даже при близких режимах эпитаксиального роста или магнетронного напыления макроскопические свойства образцов существенно различаются. С другой стороны, с тем, что большинство экспериментальных методов дают лишь косвенную информацию о магнитной структуре на атомном масштабе и для их интерпретации требуется микроскопическая модель.

В мёсбауэровских спектрах магнитоупорядоченных систем соотношения интенсивностей (площадей) линий магнитной сверхтонкой структуры всегда отличаются от теоретических значений для образца с хаотической ориентацией осей квантования. Это обусловлено в значительной степени текстурой. Текстурой принято называть предпочтительную ориентацию ансамбля. Ансамбль могут составлять спины, атомы, домены, кристаллиты и т. д. Процессы роста, осаждения, кристаллизации, особенно в магнитных или электрических полях, пластическая деформация и т. д. приводят к появлению текстуры. Мёсбауэровская спектроскопия несет информацию о спиновой текстуре, которая, в свою очередь, несет информацию как о магнитной анизотропии, так и о текстуре

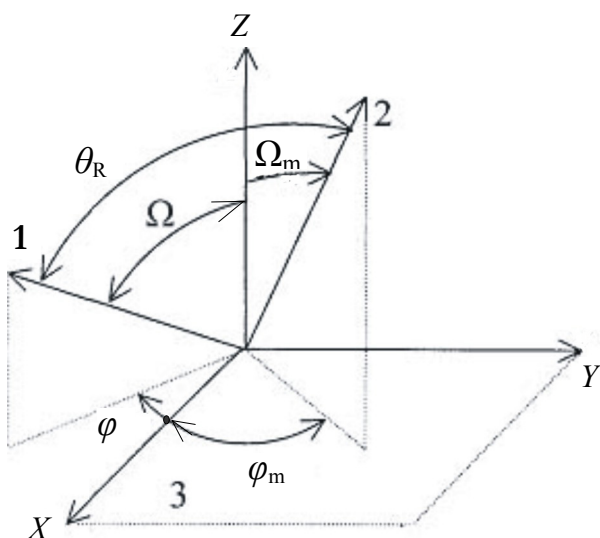


Рис. 11. Система координат, связанная с образцом, текстура которого исследуется.

1 — направление падающего на образец (исходящего) излучения, **2** — ось квантования, **3** — поверхность образца

главных осей ГЭП, отражающей кристаллографические особенности строения твердого тела. В ряде случаев мёссбауэровская спектроскопия является единственным методом исследования тексту-

ры, например, тонких поверхностных слоев аморфных металлических сплавов, когда обычные методы рентгеновской дифракции для определения текстуры неприменимы.

Изучение магнитной текстуры с помощью мёссбауэровской спектроскопии началось с развития теории поляризации и угловых зависимостей интенсивностей линий и проведения первых экспериментов по изучению взаимодействия поляризованного гамма-излучения с веществом. Для определения текстуры необязательно использование источников поляризованного излучения, поэтому при рассмотрении теории, методики эксперимента, а также интерпретации мёссбауэровских спектров будем предполагать использование источников неполяризованного излучения.

Введем систему координат, связанную с образцом (рис. 11). Направление потока мёссбауэровских квантов зададим углами Ω и φ , а направление ориентации оси квантования — углами Ω_m и φ_m . Ограничимся рассмотрением чисто магнитного дипольного взаимодействия ($\mu H_{эфф} > eq\Omega$) или чисто электрического квадрупольного взаимодействия ($\mu H_{эфф} < eq\Omega$) и будем считать, что имеется аксиальная симметрия. Наблюдаемый спектр будет обусловлен взаимной ориентацией двух направлений (т. е. углом θ_R): падающего на образец (или выходящего из него) излучения и оси квантования в исследуемом слое вещества.

Табл. 1. Соотношение интенсивностей линий в зависимости от направления падающего излучения

Характер распределения осей квантования относительно падающего излучения	Соотношение интенсивностей $A_{1,6} : A_{2,5} : A_{3,4}$	Нормированное соотношение интенсивностей
Случайное в трех измерениях	3 : 2 : 1	12 : 8 : 4
Оси квантования лежат в плоскости образца, направление излучения перпендикулярно плоскости образца ($\theta_R = 90^\circ$)	3 : 4 : 1	9 : 12 : 3
Оси квантования лежат перпендикулярно плоскости образца, направление излучения перпендикулярно плоскости образца ($\theta_R = 0^\circ$)	3 : 0 : 1	18 : 0 : 6
Оси квантования лежат в плоскости образца, направление излучения — вдоль осей X или Y (см. рис. 11)	3 : 1.33 : 1	13.5 : 6 : 4.5

Пусть образец является тонким монокристаллом с изотропным фактором вероятности резонансного поглощения f , а ось квантования ориентирована под углами Ω_m и φ_m к его поверхности. Из теоретических расчетов известна зависимость между соотношениями линий мёссбауэровского спектра и углом θ_R :

$$A_{1,6} : A_{2,5} : A_{3,4} = \frac{3}{4}(1 + \cos^2 \theta_R) : (1 - \cos^2 \theta_R) : \frac{1}{4}(1 + \cos^2 \theta_R), \quad (2)$$

где $\cos \theta_R$ определяется выражением:

$$\cos \theta_R = \sin \Omega_m \sin \Omega \cos \varphi_m \cos \varphi + \sin \Omega_m \sin \Omega \sin \varphi_m \sin \varphi + \cos \Omega_m \cos \Omega. \quad (3)$$

В поликристаллическом образце с хаотической ориентацией кристаллитов и изотропным фактором f интенсивности мёссбауэровских линий за счет усреднения по всем направлениям соотносятся между собой следующим образом:

$$A_{1,6} : A_{2,5} : A_{3,4} = 3 : 2 : 1. \quad (4)$$

Основная задача определения текстуры с помощью мёссбауэровской спектроскопии состоит в нахождении функции (Ω_m, φ_m) , описывающей распределение относительных объемов областей, в которых $H_{\text{эф}}$ или ГЭП ориентированы в единичном телесном угле вдоль направления (Ω_m, φ_m) (см. рис. 11). В табл. 1 приведены теоретические соотношения интенсивностей линий мёссбауэровского спектра в зависимости от распределения осей квантования относительно направления падающего излучения.

Проведенное выше рассмотрение позволяет легко получать для текстурированных образцов спектры, свободные от текстуры. Это имеет важное значение при фазовом анализе, когда асимметрию линий часто объясняют наличием какой-либо дополнительной фазы. Можно предложить следующие процедуры получения свободных от текстуры спектров. Если известно направление главной оси Z , то нужно сложить два спектра, которые измерены при одном и том же значении угла $\Omega = 54.7^\circ$. Значение угла θ_1 можно взять любым, а $\theta_2 = \theta_1 + \pi/2$. В общем случае необходимо сложить четыре спектра, соответствующие $\Omega = 54.7^\circ$: значение угла θ_1 любое, $\theta_2 = \theta_1 + \pi/2$; $\theta_3 = \theta_1 + \pi$, $\theta_4 = \theta_1 + 3\pi/2$.

В данной работе мы представляем данные мёссбауэровских измерений для сверхрешеток $[\text{Fe}_{20}/\text{V}_{10}]_{25}$, $[\text{Fe}_{10}/\text{V}_5]_{20}$, $[\text{Fe}_7/\text{V}_{10}]_{29}$ и $[\text{Fe}_5/\text{V}_5]_{20}$. Для определения текстуры в этих образцах спектры конверсионных электронов измерялись при трех взаимно-перпендикулярных углах падения излучения на образец. В качестве примера на рис. 12

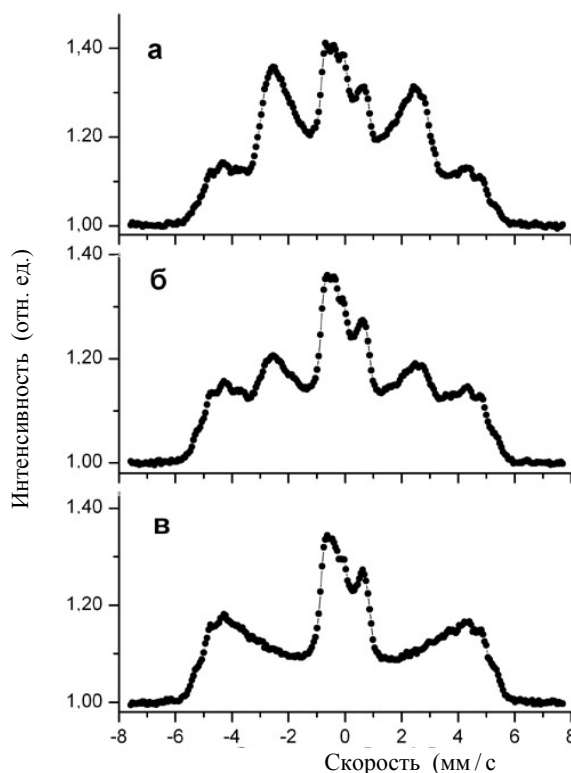


Рис. 12. Спектры конверсионных электронов сверхрешетки $\text{Fe}_7/\text{V}_{10}$, снятые: при нормальном падении на поверхность (а), скользющем вдоль сторон (б), падении вдоль диагонали образца (в)

приведены мёссбауэровские спектры сверхструктуры $[\text{Fe}_7/\text{V}_{10}]_{29}$, измеренные в указанных условиях. Из таких наборов спектров были получены "бестекстурные" спектры (с соотношением линий 3 : 2 : 1), из которых было найдено распределение сверхтонких полей для всех образцов (рис. 13).

Анализ спектров показал, что все исследуемые сверхрешетки обладают значительной магнитной анизотропией, что свидетельствует об их монокристаллической структуре в пределах каждого слоя. Магнитные моменты не только лежат в плоскости образца, но и выстроены там вдоль выделенных направлений. При падении излучения вдоль диагонали образца наблюдается резкое уменьшение 2 и 5 линий (рис. 12, в), что говорит о сильной магнитной анизотропии вдоль этого направления.

При анализе функций распределения сверхтонких полей (рис. 13, б) удалось проследить также динамику изменения доли интерфейсных областей с ростом толщины структуры. На основе полученных данных можно сделать вывод, что доля интерфейсной области уменьшается с ростом толщины слоя Fe, причем ее толщина не зависит от толщи-

ны слоя и остается примерно равной 0.3 нм с каждой стороны. Это определяется как шероховатостью, так и взаимным проникновением слоев друг в друга. Кроме того, анализируемые сверхрешетки демонстрируют достаточно широкое распределение сверхтонких полей, особенно при уменьшении толщины слоев Fe и увеличении толщины слоев V. Это говорит о существенном перемешивании атомов в интерфейсных областях в процессе изготовления образца.

5.2. Анализ многослойной структуры $Zr_{9.5 \text{ нм}} / [Cr_{0.49 \text{ нм}} / Fe_{0.91 \text{ нм}}] \cdot 26 / Cr_{50 \text{ нм}} / \text{стекло}$

Для демонстрации возможностей спектрометра и оценки правильности получаемых результатов была проанализирована сверхрешетка Cr/Fe, нанесенная на стеклянную подложку и закрытая слоем циркония:

$Zr_{9.5 \text{ нм}} / [Cr_{0.49 \text{ нм}} / Fe_{0.91 \text{ нм}}] \cdot 26 / Cr_{50 \text{ нм}} / \text{стекло}$.

Структура этой сверхрешетки приведена на рис. 14.

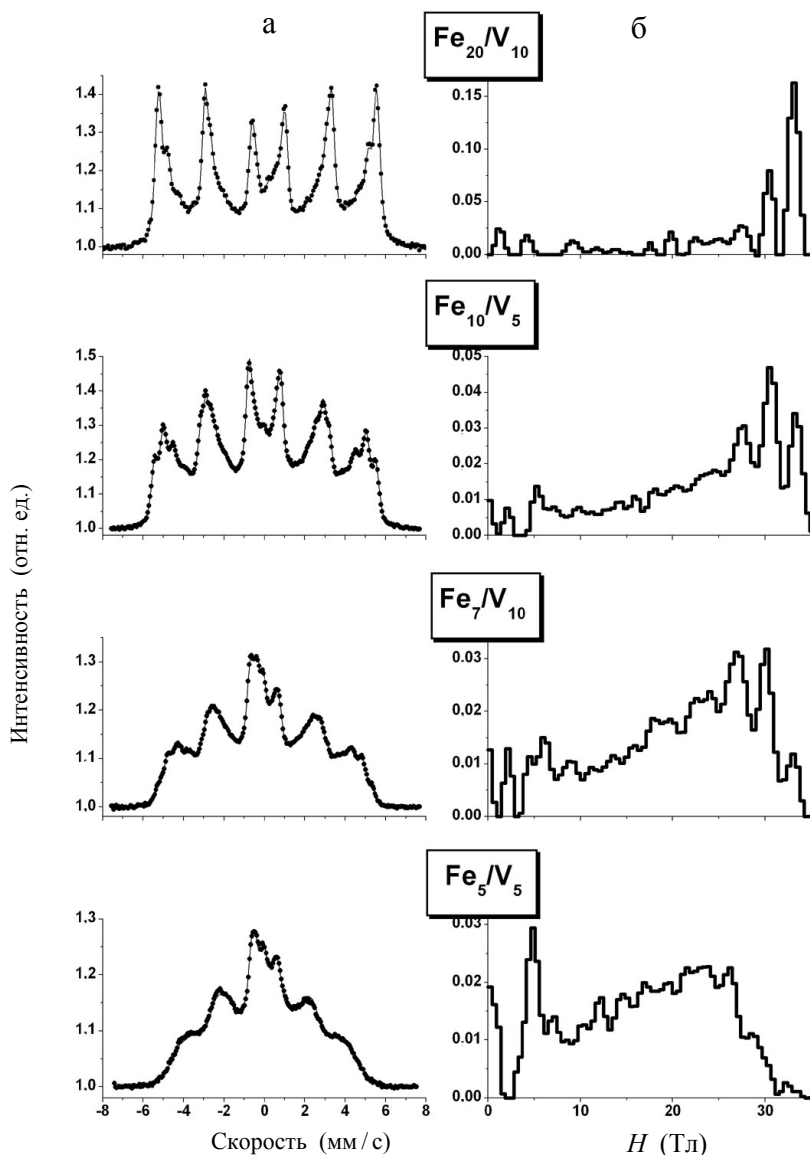


Рис. 13. "Бестекстурные" спектры конверсионных электронов (столбец а) и соответствующие им распределения сверхтонких полей (столбец б) сверхрешеток Fe/V с различными толщинами слоев Fe и V

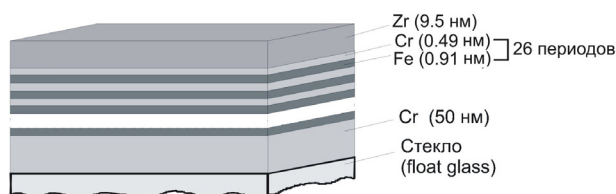


Рис. 14. Схема расположения слоев в многослойной структуре Fe/Cr

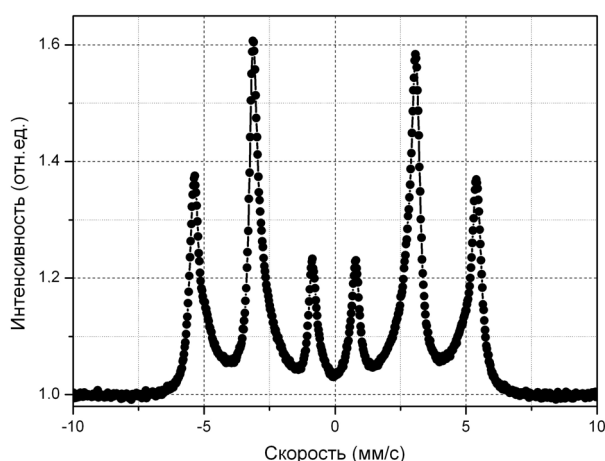


Рис. 15. Мёссбауэровский спектр конверсионных электронов для структуры Fe/Cr, измеренный в нормальной геометрии падения излучения на образец

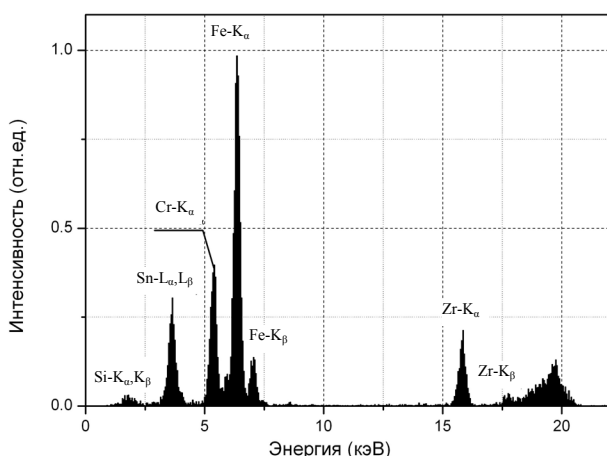


Рис. 16. Рентген-флуоресцентный спектр для структуры Fe/Cr, измеренный в нормальной геометрии падения излучения на образец

На первой стадии анализа, согласно описанной ранее методике измерений, были измерены мёссбауэровский спектр на конверсионных электро-

нах (рис. 15) и рентген-флуоресцентный спектр (рис. 16) с длиной волны возбуждающего излучения 0.063 нм (Mo-K β) в нормальной (90°) геометрии падения излучения на образец.

Использование в качестве возбуждающего излучения Mo-K β объясняется, с одной стороны, тем, что в данной структуре необходимо определять содержание тяжелых элементов (Zr), и, с другой стороны, цирконий, находящийся на поверхности образца, эффективно поглощает Mo-K α излучение.

Результаты обработки рентген-флуоресцентного спектра показали, что помимо элементов, входящих в анализируемую структуру, наблюдается наличие Sn. Это объясняется присутствием в стеклянных подложках типа "float glass" проди-фундировавших атомов олова.

5.2.1. Мёссбауэровская спектроскопия

Из приведенного на рис. 15 мёссбауэровского спектра видно, что в анализируемом образце наблюдается магнитное сверхтонкое расщепление. Характер этого расщепления говорит о том, что окружение атомов Fe в пределах одного образца может меняться от образования немагнитного состояния до образования α -Fe. Анализ спектра конверсионных электронов образца говорит о том, что для ~60 % атомов железа сверхтонкое поле составляет величину ~330 кЭ, что соответствует фазе α -Fe.

Типичной трудностью при интерпретации мёссбауэровских спектров ультратонких пленок и многослойных структур является наличие вклада от интерфейсной области в результирующий спектр. Толщина интерфейсного слоя d_{inter} зависит от многих факторов: от кинетической энергии распыляемых частиц; температуры подложки; растворимости атомов, образующих один слой в веществе соседнего слоя; межслойной диффузии и шероховатости границы между слоями. В этом случае эффективная толщина чистого слоя (без примеси атомов от соседних слоев) будет отличаться от идеальной на величину переходного слоя, тогда как период сверхрешетки d остается неизменным. При этом чем больше относительная доля интерфейсной области, тем больше ее вклад в результирующий мёссбауэровский спектр. Отличительная особенность этого вклада состоит в том, что параметры сверхтонкой структуры на ядрах резонансных атомов, входящих в эту область, отличаются от параметров для ядер атомов, находящихся в объеме слоя. Кроме того, эти параметры могут сильно изменяться внутри самой интерфейсной области, сильно усложняя интерпретацию экспериментальных спектров. В нашем случае это приводит к асимметричному уширению резонансных линий. Для обработки спектров таких образцов и получения функции распределения

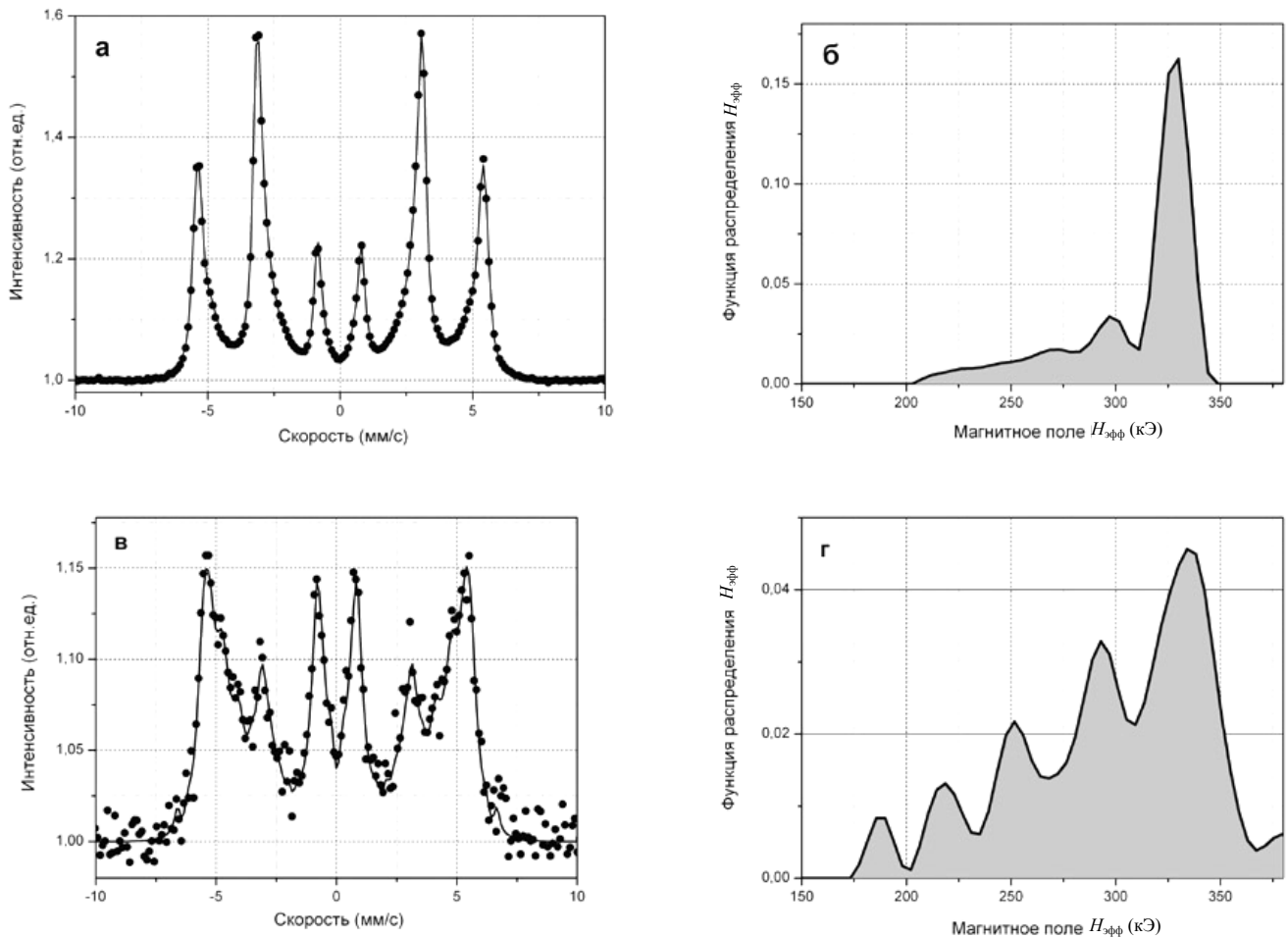


Рис. 17. Мессбауэровские спектры конверсионных электронов (а, в) и функции распределения сверхтонких полей $H_{\text{эфф}}$ (б, г), полученные при обработке спектров

сверхтонких полей $P(H_{\text{эфф}})$ мы использовали программу для определения распределений параметров сверхтонких взаимодействий. На рис. 17, а представлен экспериментальный спектр конверсионных электронов от анализируемой структуры, измеренный при нормальном угле падения гамма-излучения на поверхность образца. Спектр конверсионных электронов от этой структуры в брэгговском максимуме (см. рис. 17, б), равно 13.53 мрад, приведен на рис. 17, в. Результирующие функции распределения сверхтонких полей $P(H_{\text{эфф}})$ для этих углов приведены на рис. 17, б, г соответственно.

Для интерпретации таких спектров, удобнее представить распределение $P(H_{\text{эфф}})$ в виде суммы гауссовских функций. Такая замена означает, что мы разбиваем весь набор сверхтонких полей на группы, соответствующие наиболее вероятным конфигурациям в окружении атомов железа, а отклонения от этих конфигураций распределены по гауссовскому закону. Свертка каждой гауссовской

функции с лоренцевской линией мессбауэровского спектра дает функцию Фойгта, интеграл от которой и определяет вклад каждой выделенной конфигурации.

При математической обработке спектра были введены ограничения на соотношение интенсивностей линий в магнитных секстетах для всех спектров, вносящих вклад в суммарный спектр. В результате были получены следующие соотношения линий сверхтонкого магнитного взаимодействия: 2.73 : 3.51 : 1 — для спектра нормального падения и 3 : 0.73 : 1.3 — для спектра, измеренного в скользящей геометрии.

Полученные зависимости интенсивности линий соответствуют сильной плоскостной анизотропии сверхтонких магнитных полей. Из этого можно сделать естественное предположение, что пространственная ориентация сверхтонких полей обладает аксиальной симметрией относительно нормали к поверхности образца.

Из функции распределения $P(H_{\text{эфф}})$ для спектра нормального падения видно, что основная часть атомов железа находится в двух наиболее вероятных окружениях. Первое из них с $H_{\text{эфф}} = 330$ кЭ соответствует объемной фазе α -Fe. Его доля составляет 64.8 %. Второе окружение с долей 18.3 % характеризуется пониженным значением $H_{\text{эфф}}$ (297 кЭ), что объясняется появлением атомов Cr в ближнем окружении атомов Fe. Для остальных атомов Fe (16.9 %) наблюдается тенденция уменьшения их доли с уменьшением $H_{\text{эфф}}$. (т. е. с увеличением доли Cr в окружении атомов Fe) вплоть до нулевого значения при $H_{\text{эфф}} = 202$ кЭ.

Функция распределения $P(H_{\text{эфф}})$ для спектра, измеренного при угле 13.53 мрад, имеет пять максимумов, что соответствует пяти наиболее вероятным окружениям атомов Fe. Причем вклад атомов Fe, находящихся в фазе α -Fe ($H_{\text{эфф}} = 330$ кЭ), резко уменьшился за счет увеличения доли атомов Fe, находящихся в переходных областях. Это объясняется увеличением чувствительности сигнала от интерфейсных областей при углах падения излучения в окрестностях брэгговского максимума. Известно, что при таких углах образуется стоячая электромагнитная волна, обладающая селективностью по глубине слоя [2]. Стоячие рентгеновские волны в многослойных периодических средах в условиях брэгговского отражения характеризуются осциллирующей структурой с периодом многослойной структуры. При этом взаимодействие с полем усиливается в максимумах стоячей волны. В условиях резонансного взаимодействия смещение пучности стоячей волны с изменением угла скольжения позволяет селективно исследовать сверхтонкие взаимодействия по глубине слоя.

С учетом вышесказанного можно сделать предположение, что доля интерфейсной области в анализируемой структуре не превышает 40 % от всего периода сверхрешетки.

5.2.2. Результаты рефлектометрических измерений

Для анализа изменения электронной плотности по глубине были выполнены измерения кривых зеркального отражения излучений Cu-K $_{\alpha}$ ($\lambda = 0.154$ нм), Mo-K $_{\beta}$ ($\lambda = 0.063$) и мёссбауэровского излучения ($\lambda = 0.086$ нм). Данные кривые приведены на рис. 18.

Необходимость измерения кривых отражения на всех длинах волн, использующихся в анализе, обусловлена тем, что мнимая и вещественная части электронной восприимчивости используются не только для восстановления электронной плотности анализируемой структуры по глубине, но и в обработке экспериментальных данных, полученных от мёссбауэровских и рентген-флуоресцентных измерений.

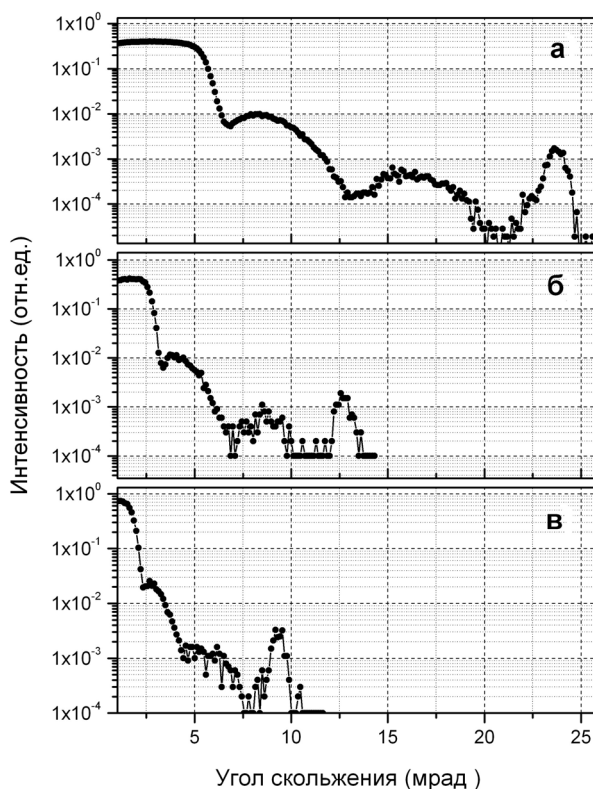


Рис. 18. Кривые зеркального отражения излучения для различных длин волн от структуры Fe/Cr. а — $\lambda = 0.154$ нм; б — $\lambda = 0.086$ нм и в — $\lambda = 0.063$ нм (профили нормированы на значение электронной плотности α -Fe)

Присутствующий на кривых отражения брэгговский максимум соответствует периоду 3.3 нм переперебившихся мультислоев.

Таким образом, по результатам обработки кривых зеркального отражения получены следующие значения параметров анализируемой структуры: толщины слоев ^{57}Fe и Cr — 1.7 и 1.6 нм соответственно; толщина добавочного слоя Cr — 50 нм; период структуры — 3.3 нм; толщина слоя Zr — 10 нм соответствует технологически задаваемым параметрам, однако плотность этой пленки оказалась неоднородной по глубине.

5.2.3. Элементный анализ многослойной структуры

Для восстановления распределения элементов, находящихся в анализируемой структуре была измерена серия рентген-флуоресцентных спектров при углах падения возбуждающего Mo-K $_{\beta}$ излучения на поверхность образца в области углов полного внешнего отражения. Эти спектры представлены на рис. 19.

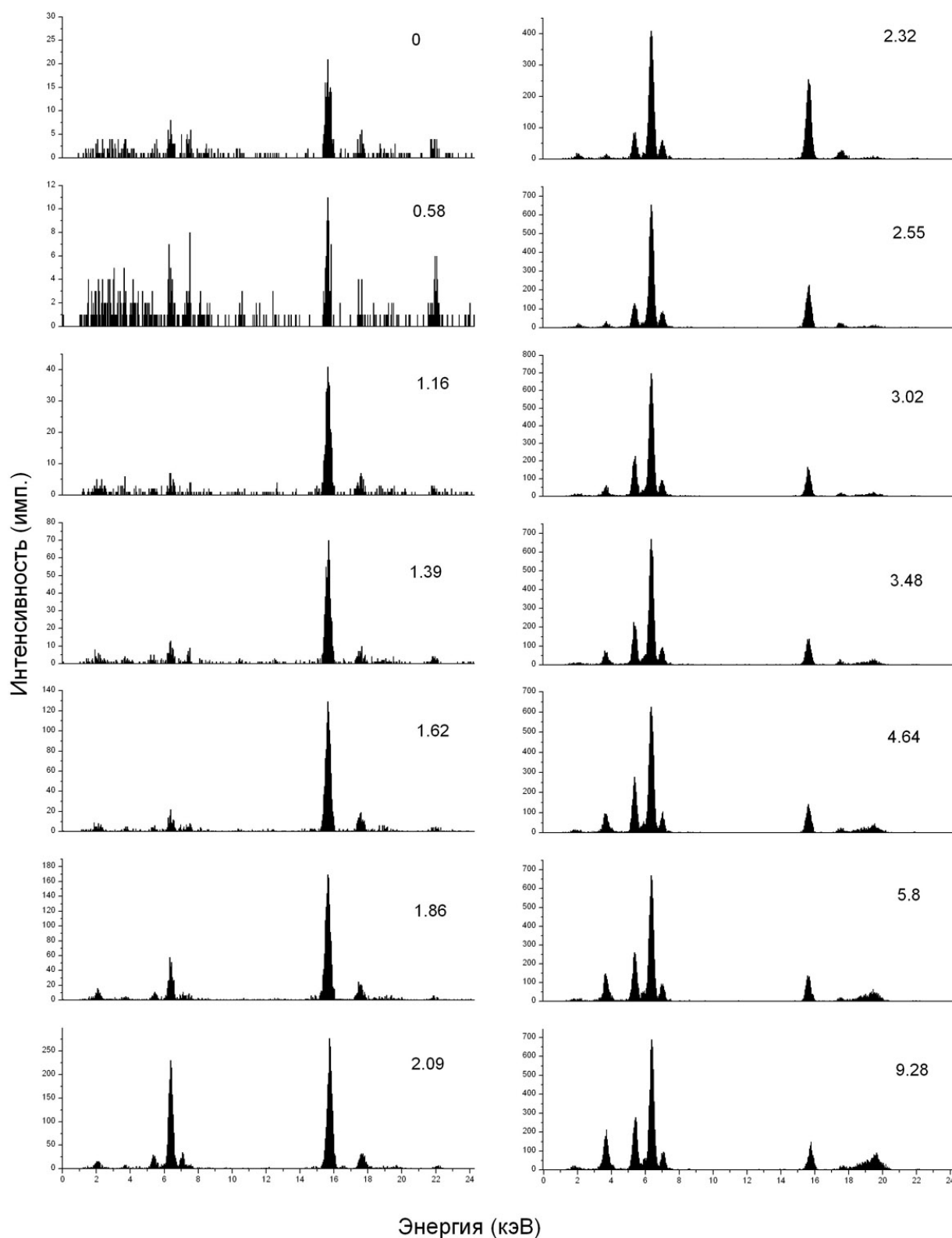


Рис. 19. Рентген-флуоресцентные спектры от структуры Fe/Cr, измеренные для разных углов падения возбуждающего излучения на поверхность образца. Углы приведены в мрад на поле рисунка

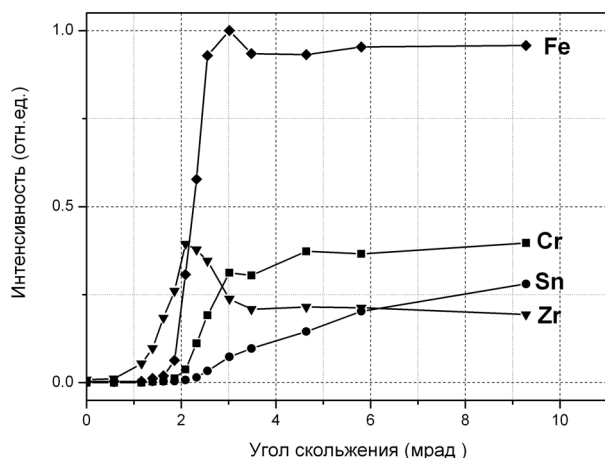


Рис. 20. Зависимости интенсивностей характеристических линий от угла скольжения для элементов структуры Fe/Cr

На рис. 19 отчетливо видно, что характеристическое излучение Zr присутствует в спектре уже при углах ПВО. При увеличении угла скольжения в рентген-флуоресцентных спектрах начинают расти вклады от элементов Fe и Cr, а относительная интенсивность линии Zr уменьшается. Заметный вклад от материала подложки (Sn и Si) появляется только после перехода через критический угол. При более детальном разложении спектров на отдельные компоненты была определена зависимость интенсивностей флуоресцентных линий от угла скольжения для элементов, обнаруженных в образце (рис. 20).

На основе модели, полученной из обработки кривой зеркального отражения излучения Mo-K β , путем подгонки теоретически полученных зависимостей интенсивности флуоресцентных линий от угла скольжения к экспериментальным данным был восстановлен профиль изменения по глубине

элементного состава. В табл. 2 проведено сопоставление экспериментальных данных с технологически задаваемыми параметрами при изготовлении многослойной структуры.

Завышение значений, экспериментально определенных толщин Fe и Cr в периоде сверхрешетки по сравнению с технологически заданными значениями можно объяснить значительным перемешиванием слоев при изготовлении анализируемой структуры.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты экспериментальных исследований показывают, что применение различных методик, реализованных в разработанном спектрометре (рентгеновская рефлектометрия, рентген-флуоресцентная и мёссбауэровская спектроскопии), позволяет не только восстанавливать распределение элементного и фазового составов по глубине от поверхности, но и определять такие важные параметры, как доля и состав интерфейсных областей.

Возможность получения подобной информации позволит использовать разработанный подход при контроле качества полученных наноструктур.

Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. М.А. Андреевой за плодотворные дискуссии и помощь при разработке алгоритмов программ математической обработки экспериментальной информации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Irkaev S.M., Andreeva M.A., Semenov V.G. et al. Grazing Incidence Mössbauer Spectroscopy: New Method for Surface Layers Analysis // Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. 1993. V. B74. P. 545–553. Ibid., P. 554–564. Ibid., 1995. V. B103. P. 351–358.

Табл. 2. Сравнение экспериментально определенных параметров с технологически заданными параметрами многослойной синтетической структуры Zr_{9,5нм}/[Cr_{0,49нм}/Fe_{0,91нм}] \cdot 26/Cr_{50нм}/стекло

Параметр	Технологически заданное значение	Измеренное значение
Толщина слоя Zr, нм	9.5	10.0 \pm 1.0
Толщина слоя Cr, нм	0.49	1.6 \pm 0.2
Толщина слоя Fe, нм	0.95	1.7 \pm 0.3
Период решетки Fe/Cr, нм	1.4	3.3 \pm 0.5
Число периодов	26	26
Толщина добавочного слоя Cr, нм	50	50 \pm 1.0

2. *Иркаев С.М. и др.* Серия статей "Многофункциональный спектрометр для исследования поверхности и объема конденсированных сред" в ж. "Научное приборостроение": 2004, т. 14, № 3, с. 3–10; 2005, т. 15, № 1, с. 46–35.
3. *Иркаев С.М., Семенов В.Г.* Комбинированный детектор для измерений в скользящей геометрии // Научное приборостроение. 2000. Т. 10, № 1. С. 94–96.
4. *Chantler C.N.* Theoretical form factor, attenuation and scattering tabulation for $Z=1-92$ from $E=1-10$ eV to $E=0.4-1.0$ MeV // J. Phys. Chem. Ref. Data. 1995. N 24. С. 71.
5. *Savitzky A., Golay M.J.T.* // Anal. Chemistry. 1964. V. 36. С. 1906.

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Иркаев С.М., Курочкин В.Е., Чернэуцану К.П.)

Санкт-Петербургский государственный университет (Семенов В.Г., Макаров Н.А., Панчук В.В.)

ЗАО "Полупроводниковые приборы" (Тер-Мартirosян А.Л.)

Материал поступил в редакцию 23.03.2007.

MULTI-PURPOSE SPECTROMETER FOR CONDENSED MEDIA SURFACE AND BULK STUDIES. III. EXPERIMENTAL PROCEDURE AND INVESTIGATION RESULTS

**S. M. Irkaev, V. G. Semenov¹, V. E. Kurochkin, N. A. Makarov¹,
V. V. Panchuk¹, A. L. Ter-Martirosyan², K. P. Cherneutsanu**

Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg

¹*Saint-Petersburg State University*

²*Closed Joint-Stock Company PÓLUPROVODNIKOVYE PRIBORY*

The third part of paper "Multi-purpose spectrometer for condensed media surface and bulk studies" (see "Nauchnoe Priborostroenie", v. 14, N 3 (2004) and v. 15, N 1 (2005)) describes functional capabilities of the spectrometer designed to study the surface and bulk of condensed media. Herein, the experimental procedure, software for jointly processing the data acquired by the X-ray reflectometry, X-ray fluorescence, and Mössbauer methods, and also results of studying the spin structure and metering the profile of elements and phase distribution in multi-layer synthetic structures Fe/V and Fe/Cr are described.