

DAUGAVPILS UNIVERSITĀTE  
DABASZINĀTŅU UN MATEMĀTIKAS FAKULTĀTE  
FIZIKAS KATEDRA

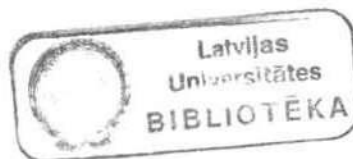
Mag. fiz. Edmunds Tamanis

Promocijas darbs

**Nanostrukturētu pārklājumu iegūšana  
ar Peninga šūnu, to fizikālo īpašību  
izpēte un modificēšanas iespējas**

Zinātniskais vadītājs:

Dr.phys. L.V. Kozlovskis un Prof. G. Liberts



2005

# Saturs

Ievads	4
<b>1. Promocijas darba mērķi un uzdevumi</b>	<b>6</b>
<b>2. Plānu kārtiņu iegūšana un īpašības.</b>	<b>7</b>
2.1. Plānu kārtiņu struktūra un tās veidošanās.	7
2.2. Plānu kārtiņu iegūšanas metodes	9
2.3. Plānu kārtiņu iegūšanas teorija	12
<b>3. Kārtiņu iegūšana ar modificētu Peninga šūnu</b>	<b>16</b>
3.1. Peninga šūna un tās īpašības	16
3.2. Peninga šūnas datorsimulācija	19
3.2.1. Laplasa vienādojuma risinājums.	20
3.2.2. Robežnosacījumu aproksimācija.	21
3.2.3. Kārtiņu biezuma vienmērības datorsimulācija	24
3.3. Modificētas Peninga šūnas īpašības	32
3.3.1. Uzputināšanas iekārtu izveide optimizējot elektrodu veidu un izkārtojumu	32
3.3.2. Kārtiņu biezuma vienmērības eksperimentāls novērtējums	36
3.3.3. Modificētas Peninga šūnas inerto gāzu atsūkņēšanas spēja	45
3.3.4. Kārtiņu uzputināšanas metodikas izstrādāšana	48
<b>4. Kārtiņu fizikālo īpašību pētīšana un modificēšana</b>	<b>50</b>
4.1. Kārtiņu kristalogrāfiskās struktūras pētījumi	50
4.1.1. Rentgenstruktūranalīzes metodika	50
4.1.2. Difraktometrisko datu apstrādes datorprogrammas izstrāde	52
4.1.3. Kristalogrāfiskās struktūras pētījumu rezultāti.	57
4.2. Termiskās apstrādes ietekme uz kārtiņu īpašībām	62
4.2.1. Atkvēlināšanas vakuumā ietekme uz kārtiņu kristalogrāfisko tekstūru	62
4.2.2. Atkvēlināšanas vakuumā ietekme uz kārtiņu magnētiskajām īpašībām	66
4.2.3. Nanostrukturēto kārtiņu sistēmu termiskās stabilitātes novērtēšana	85
4.3. Lāzerapstrādes ietekme uz plānu kārtiņu īpašībām	93
4.3.1. Lāzerapstrādes metodika pārklājumu īpašību modificēšanai	93

4.3.2. Lāzerapstrādes ietekme uz kārtiņu vadītspēju un magnētiskajām īpašībām . . . . .	96
<b>5. Promocijas darba galvenie rezultāti</b>	<b>104</b>
<b>6. Promocijas darba tēzes</b>	<b>108</b>
<b>Pateicības</b>	<b>109</b>
<b>Citētā literatūra</b>	<b>110</b>
<b>Publicēto darbu saraksts</b>	<b>119</b>
<b>Pielikums</b>	<b>121</b>

## Ievads

Pēdējos gados liela uzmanība tiek veltīta plānu magnētisku kārtiņu pētījumiem, tai skaitā daudzslāņu sistēmu, sastāvošu no magnētisku un nemagnētisku materiālu sekojošām submikronu biezuma kārtiņām. Šādām sistēmām piemīt unikālas magnētiskās, optiskās, mehāniskās u.c. īpašības [1–16], piemēram, ievērojamas koercivitātes izmaiņas, gigantiskā magnētpretestība, paaugstināta Kerra rotācija, perpendikulārā magnētiskā anizotropija u.c. Šīs īpašības ļauj plānās divdimensionālās magnētiskās kārtiņas (kuru biezums ir nesalīdzināmi mazāks par pārējām divām dimensijām) izmantot kā magnētiskās atmiņas ierīces [17–19], aktīvas un pasīvas mikrominiaturizācijas komponentes un ierīces [20–22], interferences filtrus, atstarojošos un antiatstarojošos pārklājumus [23, 24] u.t.t.

Viena no aktuālām problēmām ir pilnveidot kārtiņu uzputināšanas metodiku, lai efektīvā ceļā iegūtu tīras kārtiņas ar mazu aktīvo un inerto gāzu saturu un labu biezuma vienmērību. Labi zināms [25–27], ka kārtiņu ar mazu inerto gāzu saturu iegūšanai plazmas uzputināšanas ceļā kā darba gāzi tās relatīvi lielā atomsvara dēļ vēlams izmantot ksenonu. Citu darba gāzu gadījumā to koncentrācija kārtiņās var būt stipri palielināta un kārtiņas uzklāšanas procesā var tikt pakļautas ātru neitrālu daļiņu apstarojumam, kuras rodas katoda virsmā jonu bombardēšanas rezultātā. Pašreiz kārtiņu uzputināšana Xe vidē, ir maz izplatīta, jo Xe ir dārga gāze. Uzputināšanas procesā vajadzīgs uzturēt pastāvīgu darba gāzes spiedienu ( $10^{-4}$  tori), kas nodrošina pastāvīgu kārtiņu uzputināšanas ātrumu, taču tas prasa lielu darba gāzes patēriņu. Turklāt nopietna problēma rodas ar inertās darba gāzes atsūkņēšanu. Magnētizlādes vakuuma sūkņu izmantošana nav efektīva mazā inerto gāzu atsūkņēšanas ātruma dēļ, bet vairums citu pieejamo sūkņēšanas līdzekļu piesārņo darba kameru. Tāpēc aktuāls ir uzdevums izstrādāt kārtiņu uzputināšanas metodi ar mazu inertās darba gāzes patēriņu. Šajā sakarā radās ideja kārtiņu uzputināšanai izmantot modificētu (atvērtu) Peninga izlādes šūnu [28], kura tika realizēta promocijas darbā. Izstrādājot uzputināšanas iekārtas, kas balstās uz Peninga izlādi, ir nepieciešams izvēlēties tādu elektrodu konfigurāciju, lai telpā starp anodu un katodu potenciāla sadalījums būtu pietiekami tuvs ideālā Peninga slazda potenciāla sadalījumam [29]. Peninga šūnas dažādu konfigurāciju modelēšana un salīdzināšana ar ideālas šūnas gadījumu ļauj izveidot optimālu katodu un anodu konfigurāciju.

Promocijas darbs ietver galvenokārt nanostrukturētu magnētisko kārtiņu pētījumus. Ir zināms, ka kārtiņu kristāliskā struktūra, magnētiskās, optiskās un

mehāniskās īpašības ir atkarīgas no daudziem faktoriem, to skaitā pamatnes vai izmantotā apakšslāņa materiāla režģa perioda un kristalogrāfiskās orientācijas, kārtiņu biezuma, ārējā magnētiskā lauka u.c. parametriem [30–33]. Taču likumsakarības, kas ļautu precīzi prognozēt kārtiņas struktūru un tekstūras veidošanos, vēl nav pilnībā noskaidrotas. Nanostrukturās saglabāšanai un vēlamu magnētisko īpašību iegūšanai daudzslāņu kārtiņās izmanto dažāda sastāva nemagnētiskus starpslāņus. Tomēr ir neskaidrības jautājumā par starpslāņu struktūras un biezuma ietekmi uz Fe, Co, Ni u.c. kārtiņu magnētiskām un mehāniskām īpašībām [34–38]. Šo likumsakarību noskaidrošana ir viena no promocijas darba tēmām.

Aktuāla ir problēma par kārtiņu magnētisko u.c. īpašību mērķtiecīgas modifikācijas iespējām. Viens no modifikācijas paņēmieniem ir kārtiņu atkvēlināšana. Šajā jautājumā, it īpaši Ni kārtiņu gadījumā, trūkst sistemātisku pētījumu. Sakarā ar nanotehnoloģiju attīstību īpaša interese ir par kārtiņu īpašību lokālu modifikāciju, izmantojot lāzerstarojumu. Lāzera modifikācija vai tiešais lāzērieraksts dažādos materiālos - fotorezistos, keramikās, pusvadītājos u.t.t. tiek plaši izmantots mikroelektronikā, mikrooptikā, hologrāfijā, biotehnoloģijās [39–46]. Tāpēc ir interese par šīs tehnoloģijas izmantošanu iegūto daudzslāņu kārtiņu gadījumā.

Promocijas darbs ietver arī pētījumus par nanostrukturēto daudzslāņu kārtiņu termisko stabilitāti. Temperatūras iedarbībā daudzslāņu sistēmās iespējami difūzijas un rekristalizācijas procesi, ķīmiskās reakcijas, kā rezultātā var veidoties cietie šķīdumi un ķīmiski savienojumi [47]. Lai nodrošinātu šādu sistēmu termisko stabilitāti, izmanto dažādus starpslāņus. Bieži par starpslāni kalpo oksīdi [47, 48], bet tiek izmantoti arī citi materiāli [49–53]. Optimāla starpslāņa meklējumos interesi izraisa amorfā oglekļa izmantošana, kurš ar magnētiskiem (Fe, Ni, Co) un virkni citu materiālu veido karbīdus, paverot pētīto sistēmu modifikācijas iespējas.

# 1. Promocijas darba mērķi un uzdevumi

## Darba mērķi:

Viens no promocijas darba mērķiem bija projektēt, izgatavot un izpētīt iekārtu nanostrukturētu (nanometru biezuma) vienslāņa un daudzslāņu kārtiņu iegūšanai plazmas uzputināšanas ceļā, šim nolūkam izmantojot modificētu Peninga šūnu ar ksenonu kā darba gāzi.

Izmantojot šo iekārtu, bija plānots iegūt nanostrukturētas magnētiskās kārtiņas, izpētīt to struktūru un magnētiskās īpašības, kā arī to modificēšanas iespējas termiskās apstrādes un lāzerstarojuma iedarbībā. Īpaša uzmanība pievērsta magnētisko kārtiņu biezuma, izmantoto metālu apakšslāņu un nemagnētisko starpslāņu un lomai kārtiņu struktūras veidošanā, un sakarību noskaidrošanai starpslāņu struktūru un īpašībām.

## Darba uzdevumi:

1. Projektēt un izgatavot plāno kārtiņu plazmas uzputināšanas iekārtu, izmantojot modificētu Peninga šūnu:
  - 1.1. modelēt dažādu Peninga šūnu ģeometriju potenciālu sadalījumu, salīdzināt to ar ideālas Peninga šūnas sadalījumu;
  - 1.2. modelēt ar modificētu Peninga šūnu iegūtas kārtiņas biezuma sadalījumu, salīdzināt ar praktiski iegūto, lai atrastu izputināto daļiņu sadalījumu pa izlidošanas leņķiem;
  - 1.3. izpētīt modificētas Peninga šūnas īpašības - iegūt voltampēru līknes dažādām katodu un anodu konfigurācijām, atrast optimālo;
  - 1.4. izpētīt šūnas Xe atsūkņēšanas spēju, ar mērķi izmantot to gāzes atsūkņēšanai mūsu iekārtā;
2. Iegūt vienslāņa un daudzslāņu Al, Fe, Ni, W, Mo, C/Al/ $\times 15$ /C, C/Ti/ $\times 15$ /C, C/Fe/ $\times 3$ , Al/Fe/ $\times 3$ , [Co/Fe/Ni] $\times n$  nanostrukturētās kārtiņas, izpētīt to struktūru un magnētiskās īpašības atkarībā no apakšslāņa (Ti, Hf, Zr) biezuma, tekstūras, atkvēlināšanas temperatūras u.c. parametriem;
3. Izpētīt iegūto nanostrukturēto kārtiņu termisko stabilitāti un tās mērķtiecīgas modifikācijas iespējas, izmantojot dažādus starpslāņus;
4. Izpētīt iegūto kārtiņu fizikālo īpašību lokālas modificēšanas iespējas ar lāzera palīdzību.

## 2. Plānu kārtiņu iegūšana un īpašības.

### 2.1. Plānu kārtiņu struktūra un tās veidošanās.

Elektronu mikroskopijas attīstība ļāva iegūt skaidru priekšstatu par plānu kārtiņu veidošanās procesu. Jau pirmajos darbos tika noteikts, ka kārtiņām ar mazu biezumu piemīt salu veida struktūra. Plānu kārtiņu veidošanās procesam ir vairākas stadijas:

1. Sākuma momentā rodas liels skaits salu - aizmetņu, pie tam, to parādīšanās ir pēkšņa un faktiski vienlaicīga.
2. Palielinoties salu lielumam un veidojoties kontaktiem starp tām notiek salu saplūšana. Šo procesu sauc par koalescenci. Koalescences rezultātā notiek daļiņu virsmas blīvuma samazināšanās uz paliktņa. Kondensāta kristālisko daļu saaugšana var notikt arī bez koalescences, saglabājoties robežām starp daļām. Šāds process piemīt metāliem ar lielu tvaika elastību, kuri arī uz neorientējošiem paliktņiem veido labi norobežotas kristāliskas daļas (Mg, Zn, Cd, Be).
3. Tālāka kondensējošā metāla daudzuma palielināšanās rezultātā veidojas vienots saaugušo daļu tīkls. Šī stadija raksturojas ar labirintveida struktūru. Starp daļām paliek kanāli ar vienādu platumu, kas veido sazarotu tukšumu sistēmu. Šajā etapā kārtiņai jau piemīt elektrovadītspēja. Ja kārtiņa šajā stadijā tiek karsēta, tad var notikt savienojumu starp salām trūkšana, jo salas cenšas ieņemt termodinamiski līdzsvarotu stāvokli, ko nosaka virsmas spraiguma spēki.
4. Kanālu aizaugšana un nepārtrauktas kārtiņas veidošanās.

Plānu kārtiņu praktiskai izmantošanai svarīgi ir zināt kritisko biezumu  $L_k$ , kas nosaka kārtiņas pāreju no nevadoša stāvokļa vadošajā. Šai pārejai atbilst biezumu intervāls, kurā aizpildās tukšumi starp salām. Kritiskais biezums ir arī cieši saistīts ar kārtiņas struktūras raksturlielumiem šajā stadijā.[54]

Galvenie kārtiņas struktūras raksturlielumi - izmērs, forma, kristālu orientācija, blīvums, kristālisko defektu sadalījums, spriegumi, virsmas reljefa attīstība ir cieši saistīti ar kārtiņas veidošanās kinētiku un sekundāriem procesiem kārtiņas veidošanās laikā vai pēc tās. Mainot kondensācijas apstākļus (paliktņa temperatūru, plūsmas blīvumu, gāzu sastāvu u.c.) var mainīt kārtiņas struktūru ļoti plašās robežās.

Lai iegūtu kārtiņas ar noteiktām strukturālām īpašībām, var izmantot arī epitaksiju, kas ir viena no svarīgākajām parādībām plānu kārtiņu fizikā. Epitaksijas būtība ir orientētā vienas vielas uzaudzēšanā uz citas vielas kristāliem, pie kam, augošā fāze tiek likumsakarīgi orientēta attiecībā pret kristālu-paliktņi. Šeit, atšķirībā no kārtiņas iegūšanas uz amorfa paliktņa, nosēstošās vielas aizmetņi tiek orientēti ar kādu noteiktu kristalogrāfisku plakni ne tikai paralēli paliktņim, bet tiem piemīt arī azimutāla orientācija, ko nosaka kristāls - paliktņis.

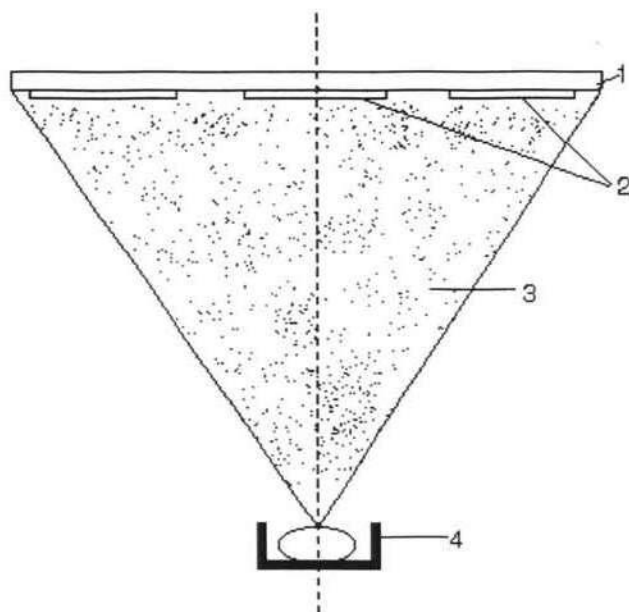
Epitaksijas teorijas veidošanas sākumstadijā hipotēzes balstījās uz idejas par nosēstošās vielas režģa parametru atbilstību paliktņa vielas režģa parametriem saskares plaknē. Izmantojot termodinamikas teoriju tika apskatīti plakana aizmetņa ar deformētu režģi veidošanās nosacījumi, kurš ir pilnībā saistīts ar paliktņa režģi. Ja režģa parametri stipri atšķiras, tad deformācijas enerģija kļūst tik liela, ka orientēta dīgļa veidošanās darbs kļūst lielāks nekā neorientēta, kā rezultātā veidojas neorientēta kārtiņa. Vēlāk tika parādīts, ka nosēstošā viela tiek deformēta pirms saskares ar paliktņi. Saskaņā ar šo teoriju, kondensāts līdz kāda kritiskā biezuma sasniegšanai atrodas pseidoamorfā stāvoklī un kārtiņas biezuma pieauguma rezultātā notiek enerģijas uzkrāšanās. Kritiskajā biezumā uz robežas starp kondensātu un paliktņi rodas dislokācijas, kas noņem papildus enerģiju. Pseidoamorfisma teorija dod "stiprās" epitaksijas aprakstu, kad kondensāta veidošanās sākums ir monoslāņa izveidošanās, uz kuru stipri iedarbojas paliktņa kristāliskais lauks. Vājo epitaksiju raksturo labi izteiktas starpfāzu robežvirsmas eksistence un kontaktējošiem režģiem neeksistē stingri ierobežojumi, kā stiprās epitaksijas gadījumā. Fiziski skaidra teorija šai parādībai vēl nav izstrādāta. Tas norāda uz šīs parādības sarežģīto raksturu. Pēc būtības, vājās epitaksijas parādība no tekstūras veidošanās atšķiras tikai ar to, ka epitaksijas gadījumā dīgļiem rodas papildus azimutālā orientācija. Šīs orientācijas fiksācija uz paliktņa režģa defektiem var notikt defekta enerģijas ietekmē, tā kā kristāla virsmas defekts ir stipra kristāliskā lauka perturbācija, kas satur sevī informāciju par kristāla-paliktņa simetriju. Tālāka orientētu dīgļu augšana var notikt bez saiknes ar apakšslāni, pie kam, režģu parametru attiecība var būt patvaļīga.[55, 56]

Jāpiezīmē, ka kārtiņu struktūras veidošanās un epitaksijas mehānisms līdz šim laikam pilnībā nav izskaidrots, kaut arī eksistē ļoti plašs empīriskas informācijas klāsts.



## 2.2. Plānu kārtiņu iegūšanas metodes

Parasti ir nepieciešamas kārtiņas ar noteiktām īpašībām - ir jābūt lielai kārtiņas biezuma vienmērībai, kārtiņas materiāla tīrībai u.c. Eksistē vairākas plānu kārtiņu iegūšanas metodes, kuras var izvēlēties atkarībā no nepieciešamajām iegūstamās kārtiņas īpašībām un no ekonomiskiem apsvērumiem. Viena no pirmajām plānu kārtiņu iegūšanas metodēm ir termiskās iztvaicēšanas metode.



### 2.2.1. zīmējums.

Termiskās iztvaicēšanas metode.

1 - pamatne, 2- paraugi, 3 - molekularā plūsma, 4 - uzputināmais materiāls.

Šīs metodes pamatprincips ir uzputināmās vielas iztvaicēšana pamatnes priekšā (2.2.1. zīm.). Te ir nepieciešams pietiekoši augsts vakuums, lai novērstu gāzes molekulu sadursmi ar uzputināmās vielas molekulām un to izkliedi ceļā līdz pamatnei. No formulas (1),

$$\lambda = \frac{5 \cdot 10^{-1}}{p} \quad (1)$$

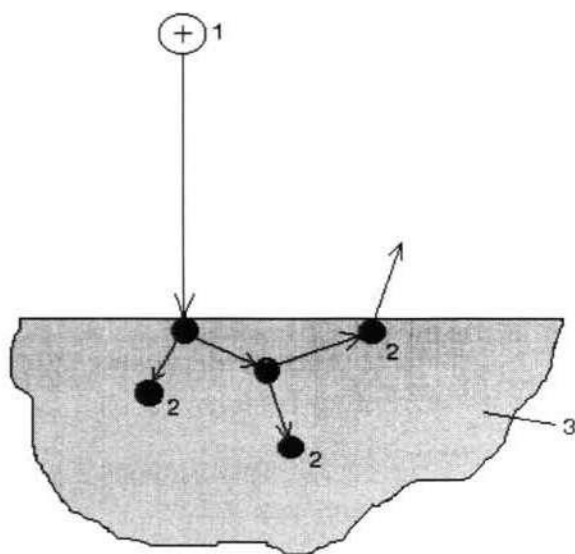
kur  $p$  - spiediens tori,

$\lambda$  - brīvā ceļa garums cm, kas raksturo gaisa molekulu brīvā ceļa garumu pie 20°C un noteikta spiediena

seko, ka jau pie  $p = 10^{-4}$  tori vidējais gaisa molekulu brīvā ceļa garums ir 50 cm. Tas pārsniedz attālumu līdz paliktņim, kas parasti ir ne lielāks par 30 cm.

Tāpēc, lai nodrošinātu uzputināmās vielas molekulu taisnvirziena kustību, starp uzputinātāju un paliktņi ir nepieciešams spiediens  $10^{-5} - 10^{-7}$  tori. Tiek izmantoti dažādi iztvaicētāji un dažāda uzputināšanas metodika, lai iegūtu kārtiņas ar pēc iespējas lielāku biezuma vienmērību un palielinātu uzputināšanas ātrumu. Tomēr ar šo metodi iegūto kārtiņu biezuma nevienmērība ir 10 - 20 %.[57]

Kā atsevišķu plānu kārtiņu iegūšanas metožu grupu var izdalīt jonu uzputināšanas metodes. Šo metožu darbības princips pamatojas uz tādām parādībām kā gāzes daļiņu jonizācija, nepastāvīgā izlāde vakuumā un vielas izputināšana, bombardējot to ar paātrinātiem atomiem. Jonu izputināšanas shematiskais attēls redzams 2.2.2. zīmējumā.



### 2.2.2. zīmējums.

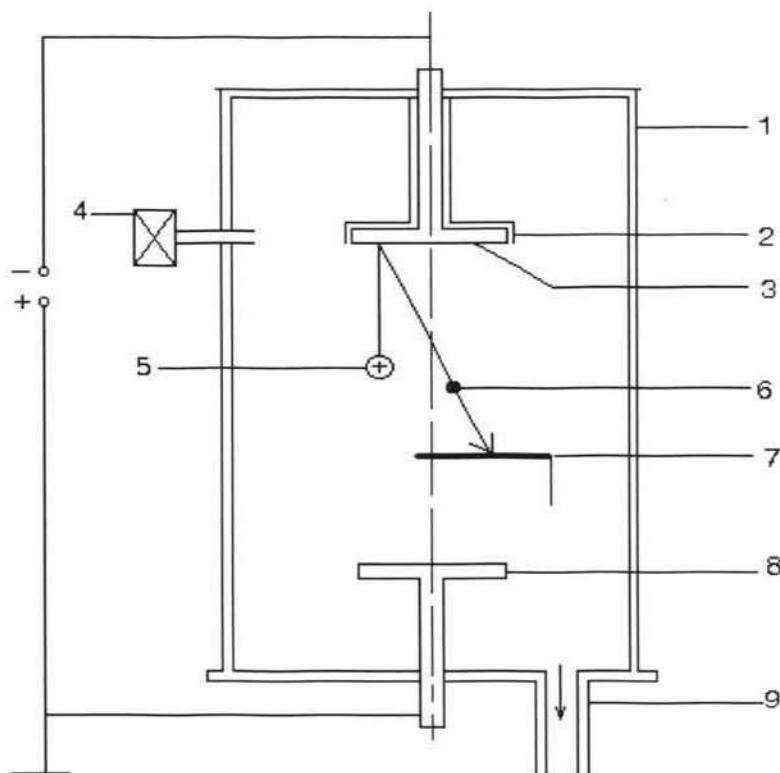
Jonu izputināšanas mehānisms.

1 - jons, 2 - vielas virsmas atomi, 3 - viela.

Šo metodi var izskaidrot no impulsu mehānikas pozīcijas, kad paātrinātie joni iedarbojas uz materiāla augšējā slāņa daļiņām. Atomu mērogā šo parādību var salīdzināt ar divu biljarda bumbu saduršanos, no kurām viena ir krītošs jons, bet otra - cietās vielas atoms. Jons atdot impulsu vielas atomam, kas, savukārt, var nodot impulsu citām vielas daļiņām.[57]

Eksistē vairāki jonu uzputināšanas metodes realizācijas varianti. Izplatītākās ir katodu izputināšanas un magnetronās sistēmas. Katodu izputināšanas metode tiek izmantota plānu atsevišķu elementu vadītāju un arī izolatoru kārtiņu

iegūšanai. Materiāls, kurš ir jāizputina nepastāvīgā izlādē, tiek izmantots par katodu, bet paliktnis tiek novietots anoda apgabalā, un uz tā kondensējas no katoda izlidojošās daļiņas (2.2.3. zīm.).



### 2.2.3. zīmējums.

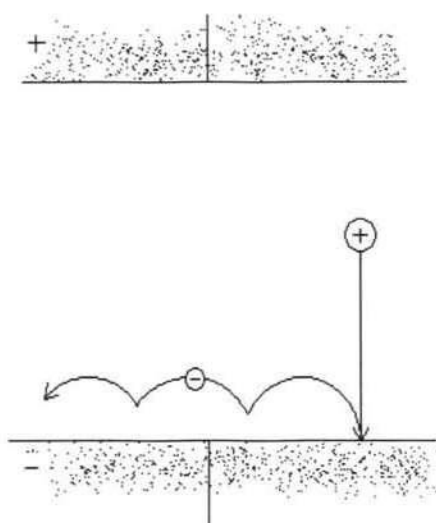
Kārtiņu iegūšana katodu izputināšanas iekārtā.

- 1 - vakuumkamera, 2 - ekrāns, 3 - katods, 4 - gāzes ielaidējs, 5 - joni, 6 - izputinātās daļiņas, 7 - paliktnis, 8 - anods, 9 - izeja uz vakuumsūkni.

Parasti plēvju uzputināšanas ātrums šādās iekārtās ir daži angstrēmi sekundē. Šo iekārtu priekšrocība - izputinātās frakcijas neieskrienas pirms nosēšanās uz paliktņi, tāpēc ir iespējams iegūt sarežģītu savienojumu kārtiņas. Katodu izputināšanas metodē ir iespējama precīza iegūstamās kārtiņas biezuma un sastāva kontrolēšana. Šīs metodes trūkumi - nepieciešamība uzturēt izlādi augstā darba gāzes spiedienā, kas palielina kārtiņas piesārņojumu ar gāzi. Pie tam, izputinātās daļiņas izkļiedējas uz gāzes joniem, kā rezultātā daļiņu plūsma ir haotiska, un to nevar izmantot dažādu masku uzputināšanai. [57, 58]

Magnetronās jonu uzputināšanas iekārtas ir izveidotas uz katodu izputināšanas iekārtu bāzes, tās pilnveidojot. Šīs iekārtas atšķiras ar elektriskā un gredzen-

veida magnētiskā lauka eksistenci piekatoda apgabalā, pie tam šie lauki ir vērsti perpendikulāri viens otram . Šo lauku ietekmē elektroni kustas pa cikloīdām (2.2.4. zīm.).



**2.2.4. zīmējums.**

Elektronu kustība magnetronā sistēmā.

Emitētie elektroni nevar kustēties uz anodu perpendikulārā virzienā, jo nokļūst magnētiskā lauka radītā slazdā. Līdz brīdim, kamēr nenotiks vairākas elektronu un gāzes atomu sadursmes, elektroni kustēsies šajā slazdā. Liela elektronu enerģijas daļa tiek patērēta gāzes atomu jonizācijai katoda tuvumā, kur rodas liela pozitīvo jonu koncentrācija. Rezultātā pieaug katoda bombardēšanas intensitāte un, līdz ar to, uzputināšanas ātrums. Kārtnu uzputināšanas ātrums magnetronās sistēmās ir 100 - 200 nm/s.[57] Iekārtas, kurās izmanto Peninga izlādi, ir pieskaitāmas magnetronajām sistēmām.

Atsevišķi ir jāizdala plānu metāla kārtnu iegūšanas metodes. Bez augstāk minētajām metodēm metāla kārtnas tiek iegūtas elektrolīzes, pirolīzes, ķīmiskās atjaunošanas, metālu karbonīlu sadalīšanas u.c. ceļos.[58]

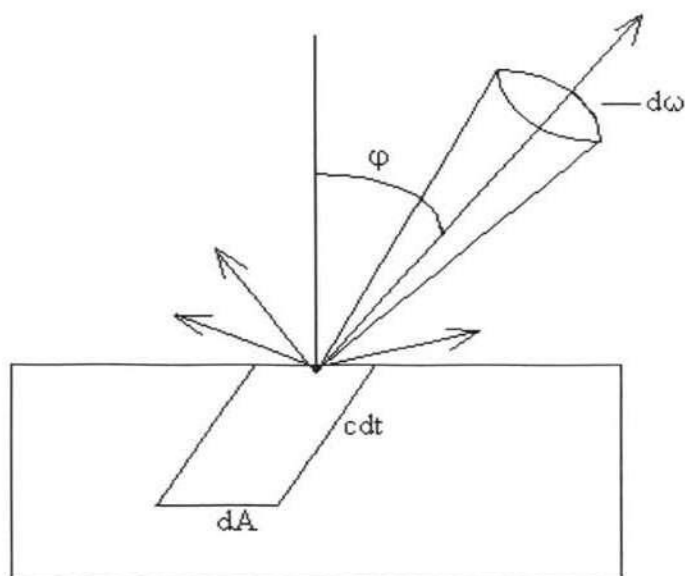
### **2.3. Plānu kārtnu iegūšanas teorija**

Dažādu pārklājumu iegūšanu ar uzputināšanas metodi atklāja Grūvs, 1852 g. Šis atklājums bija ļoti svarīgs, jo radīja iespēju iegūt ļoti plānas dažādu materiālu kārtnas, tai skaitā metālu, pusvadītāju, amorfu vielu, vielas un inertās gāzes sajaukumu, u.c., kas ir pamatā mūsdienu mikroelektronikas tehnoloģijām. Līdz ar

parādības atklāšanu tika meklētas pieejas tās teorētiskai aprakstīšanai. Pirmajās uzputināšanas iekārtās tika izmantota vielu termiskās iztvaicēšanas metode. Iz-  
tvaikošanas parādības interpretācijai tika pielietota gāzu kinētiskā teorija. Līdz ar  
to tika radīta iztvaikošanas procesa teorija. Lielākie nopelni šīs teorijas radīšanā  
ir Hercam, Knudsenam un Lembergam.[59–61]

Iegūstot plānas kārtiņas ar pašu konstruētu iekārtu, ir svarīgi izpētīt šīs ie-  
kārtas parametrus. Viens no tiem - iegūto kārtiņu biezumu nevienmērība, kas  
ir būtiski atkarīga no izputināto daļiņu sadalījuma pa izlidošanas leņķiem. Ap-  
skatīsim šāda sadalījuma iegūšanas iespējas.

Daļiņu sadalījums pa izlidošanas leņķiem vēsturiski vispirms tika iegūts iz-  
tvaicēšanas procesam, izmantojot daļiņu sadalījumu pēc kinētiskajām enerģijām.  
Tika izmantota ideāla Knudsenā iztvaicēšanas šūna ( 2.3.1. zīm.),



**2.3.1. zīmējums.**

Efūzija no izotermiska apvalka caur mazu atveri.

un iegūts sekojošs vienādojums (2):

$$d^4 N_{e,c}(\varphi) = \frac{N}{V} c \Phi(c^2) d c d A_e d t \cos \varphi \frac{d \omega}{4 \pi}, \quad (2)$$

kur  $N_{e,c}(\varphi)$  - daļiņu ar ātrumu  $c$  un virzienu

$\varphi$ , skaits

$c$  - daļiņu ātrums,

$\varphi$  - daļiņas izlidošanas virziena leņķis ar normāli,

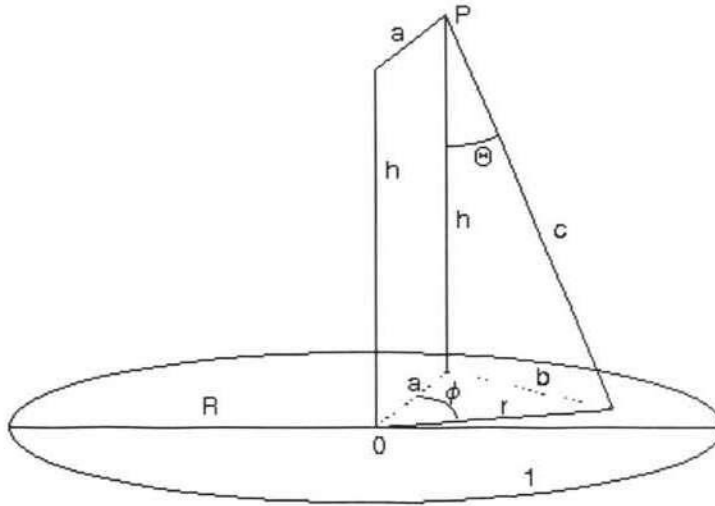
$dA_e$  - virsmas elements,  
 $\Phi(c^2)$  - daļiņu sadalījuma pēc ātrumiem funkcija,  
 $N/V$  - daļiņu koncentrācija,  
 $d\omega$  - telpas leņķis,  
 $dt$  - laiks.

Integrējot šo vienādojumu pēc ātrumiem, iegūstam pilno molekulu skaitu telpas leņķī  $d\omega$  (3):

$$d^3 N_e(\varphi) = \frac{1}{4} \frac{N}{V} \bar{c} dA_e dt \cos \varphi \frac{d\omega}{\pi}, \quad (3)$$

$$\text{kur } \bar{c} = \int_0^{\infty} c \Phi(c^2) dc$$

Gāzu efūzijas kosinusiodālā likuma pareizību pirmoreiz pārbaudīja Knudsens. Viņš parādīja, ka šis likums ir spēkā, ja tvaiku spiediens ir pietiekami mazs. [61]



### 2.3.2. zīmējums.

Ģeometrisko parametru shematiskais attēls.

1 - mērķkatods, P - punkts uz paliktņa.

Attīstoties uzputināšanas tehnoloģijām un parādoties jaunām uzputināšanas iekārtām, uzputināšanas procesi matemātiski tiek aprakstīti līdzīgā veidā. Tā, piemēram, darbos [59, 60] tiek parādīts, ka dažādās magnetronu uzputināšanas

iekārtās kārtiņas biezuma sadalījumu var atrast (4):

$$T = \int_0^{2\pi} \int_0^R E(r) \cos^n(\Theta) \frac{r}{c^2} dr d\phi, \quad (4)$$

kur  $E(r)$  - izputināšanas ātrums,

$$c^2 = b^2 + h^2,$$

$$b^2 = r^2 + a^2 - 2 \arccos(\phi),$$

$$\tan \Theta = b/h.$$

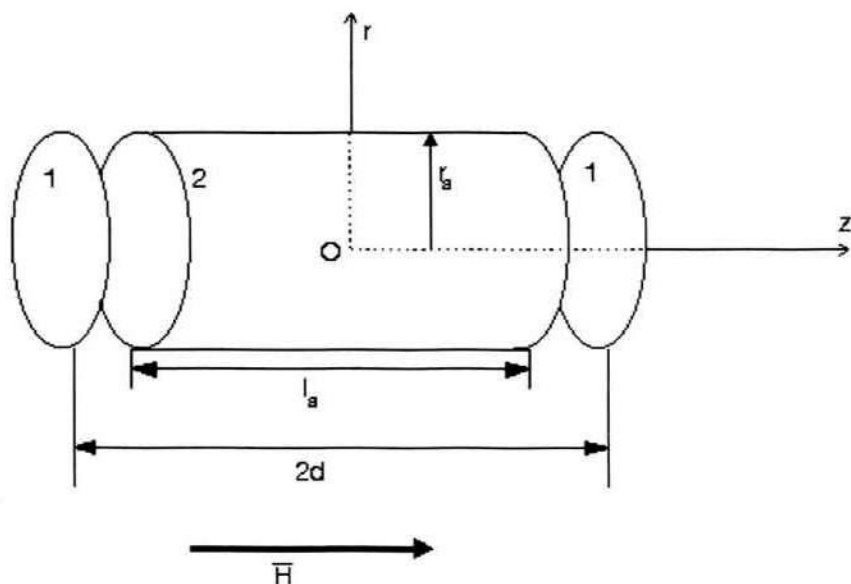
Šie ģeometriskie parametri parādīti zīmējumā 2.3.2.. Indekss  $n$  attēlo izputināto daļiņu telpiskā sadalījuma raksturu, un ir atkarīgs no uzputināšanas iekārtas parametriem - mērķkatodu skaita, to savstarpējā izvietojuma, un paliktņa izvietojuma. Tā, piemēram, darbā [60] izmantotajai magnetronu uzputināšanas iekārtai atbilst  $n=1/4$ . Vienkāršotā gadījumā, ja ir viens mērķkatods, un paliktņis ir paralēls tam, var izmantot Knudsenā likumu. Analogiski rīkojoties, var atrast teorētisku kārtiņas biezuma sadalījumu arī Peninga šūnas gadījumā.

### 3. Kārtiņu iegūšana ar modificētu Peninga šūnu

#### 3.1. Peninga šūna un tās īpašības

Pašreizējā laikā Peninga šūna dažādās modifikācijās tiek plaši izmantota - kā vakuummeters, daļiņu slazds, uzputināšanas iekārta u.c. [62-66]. Mūsu laboratorijā šī šūna tiek izmantota gan kā vakuumsūkns, gan uzputināšanas iekārta.

Peninga izlāde, jeb izlāde ar oscilējošiem elektroniem, ir elektriskā izlāde, kas notiek zemā spiedienā, magnētiskajā laukā un telpā, kuru norobežo cilindrisks anods un divi katodi, kas novietoti anoda galos. 3.1.1. zīmējumā ir redzams anoda, katodu un magnētiskā lauka izvietojums.



3.1.1. zīmējums.

Peninga šūna.

1-katodi, 2-anods.

Šādu sistēmu izlādei ar aukstajiem katodiem piedāvāja Penings 1937. gadā. Tā tika izmantota magnētiskajā jonizācijas manometrā, lai mērītu spiedienu  $10^{-3}$  -  $10^{-5}$  tori.

Peninga izlāde notiek pie zema gāzes spiediena, kad daļiņu brīvā noskrējiena ceļa garums ir lielāks par izlādes sūniņas ģeometriskajiem izmēriem. Elektronus atstarojoša elektriskā lauka konfigurācija un magnētiskais lauks palielina elektronu atrašanās laiku izlādes telpā un ļauj iedegties izlādei augstā vakuumā.



Neviendabīgo elektrisko lauku stipri izkropļo izlādē esošais telpiskais lādiņš. Eksperimenti rāda, ka zemo spiedienu apgabalā izlāde notiek izlādes šūniņas  $z$  ass tuvumā un anoda dobuma iekšpusē. Potenciālu sadalījumu šajā telpas apgabalā apraksta formula (5):

$$U(r, z) = \frac{(U_a - U_0)r^2}{r_a^2} + \frac{U_0 z^2}{d^2} + U_0, \quad (5)$$

kur  $U_a$  - anoda potenciāls,  
 $r_a$  - anoda rādiuss,  
 $2d$  - attālums starp katodiem,  
 $U_0$  - potenciāls izlādes telpas centrā.

Ja apskata elektrona kinētiku šūniņā, kuras elektrisko lauku apraksta iepriekš minētā formula, tad magnētiskā lauka kritiskais lielums  $H_{kr}$ , pie kura elektrona trajektorija pieskaras anodam, ir šāda (6) :

$$H_{kr} = \frac{2c \sqrt{\frac{2m}{e} (U_a - U_0) \frac{r_a^2 - r_0^2}{r_a^2} + \frac{m^2}{e^2} r_0^2}}{r_a \left(1 - \frac{r_0^2}{r_a^2}\right)}, \quad (6)$$

kur  $r_0, \dot{r}_0$  - sākuma koordināte un ātrums elektrona rašanās vietā,  
 $m, e$  - attiecīgi elektrona masa un lādiņš,  
 $c$  - gaismas ātrums.

Gāzes jonizācija zemo spiedienu apgabalā ir iespējama, ja  $H > H_{kr}$ . Šādos magnētiskos laukos elektrona trajektorija stacionārā režīmā ir cikloīda. Vienlaicīgi elektrons izdara svārstības starp katodu plaknēm  $z$  ass tuvumā, un pārvietojas anoda virzienā elastīgu un neelastīgu sadursmju ar gāzes atomiem rezultātā.

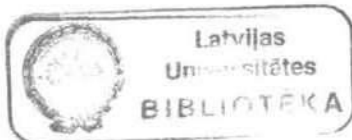
Joni, kas rodas uz  $z$  ass, kustas taisnvirziena kustībā uz katodiem, bet joni, kas rodas kādā attālumā  $r_0$  no ass, veic svārstību kustību attiecībā pret izlādes asi un tāpat virzās uz katodu. Šo svārstību skaits ir atkarīgs no izlādes parametriem un no jona rašanās vietas.

Apskatot izlādes mehānismu, viens no pamatjautājumiem ir izlādes iedegšanās. Izlādes iedegšanās parametrus saista sakarība (7):

$$\ln(B\omega) = NM + \ln\left(\frac{\omega}{\beta}\right)^2, \quad (7)$$

kur

$$B = \left(\frac{mr_a}{2eU_i}\right)^{\frac{1}{2}}, \quad (8)$$



$$M = \frac{1 + (1 - \beta^2/\omega^2)^{\frac{1}{2}}}{2(1 - \beta^2/\omega^2)^{\frac{1}{2}}}, \quad (9)$$

$$\beta^2 = \frac{2e(U_a - U_0)}{mr_a^2}, \quad (10)$$

$$\omega = \frac{eH}{2mc}, \quad (11)$$

$$N = \frac{\ln \frac{1}{\gamma}}{\bar{W}_i}, \quad (12)$$

$\gamma$  - elektronu otrās emisijas efektīvais koeficients,

$\bar{W}_i$  - vidējā jonizācijas pa rādiusu varbūtība.

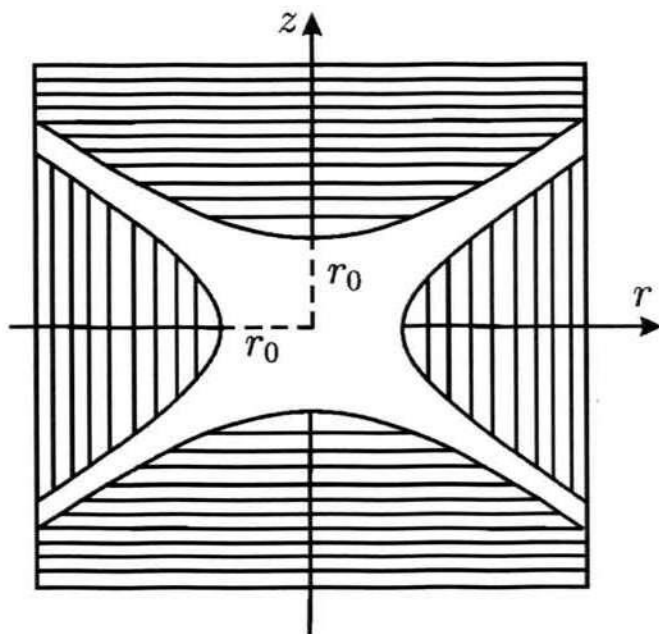
Mazu  $H$  vērtību apgabalā negatīvais telpiskais lādiņš neietekmē potenciāla sadalījumu, kā arī iedegšanās potenciālu. Augstu  $H$  vērtību apgabalā parādās šīs izlādes īpatnība - negatīva telpiska lādiņa uzkrāšanās vēl pirms aizdegšanās.

Izlādes aizdegšanās augstā vakuumā ( $10^{-9}$  -  $10^{-11}$  tori) notiek ar zināmu aizkavēšanos, kuras ilgums palielinās līdz ar spiediena samazināšanos. Šo aizkavēšanos nosaka laiks, kas nepieciešams negatīvā telpiskā lādiņa uzkrāšanai. Lai šo laiku samazinātu, nepieciešams lietot papildus elektronu avotus.[67]

Peninga izlāde pašlaik tiek plaši izmantota dažādās tehniskās un eksperimentālās fizikas nozarēs. Elektriskais lauks, ko rada elektrodi, un magnētiskais lauks virs 500 Erstediem notur elektronus izlādes telpā pietiekami ilgi, kā rezultātā jonizējošas sadursmes notiek pat spiedienā  $10^{-10}$  tori.[67]

Peninga šūnas var tikt izmantotas kā lādētu atomdaļiņu slazdi, taču pēdējā laikā šim nolūkam tiek izmantotas tā saucamie ideālie Peninga slazdi - iekārtas, kuru elektrodu virsmas ir rotācijas hiperboloīdu virsmu daļas.[68]

3.1.2. zīmējumā ir redzama ideāla Peninga slazda šķērsriezums ar plakni, kas satur rotācijas simetrijas asi ( $z$  asi).



### 3.1.2. zīmējums.

Ideālais Peninga slazds.

Treknās līnijas rāda ekvipotenciālās virsmas, kuras rada elektrodi. Noslēdzošos elektrodus - katodus (horizontāli iesvītrotais laukums) apraksta vienādojums (13):

$$2z^2 - x^2 - y^2 = 2r^2. \quad (13)$$

Riņķveida elektrodus - anodus (vertikāli iesvītrotais laukums) apraksta vienādojums (14):

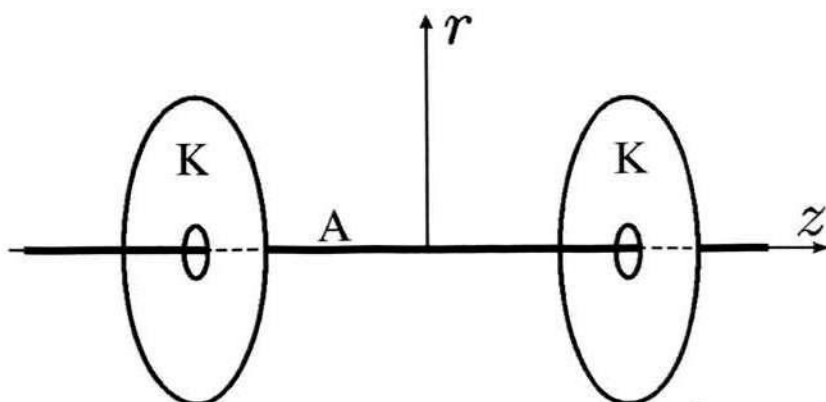
$$2z^2 - x^2 - y^2 = -r^2. \quad (14)$$

Elektrodu potenciāli atbilstoši ir  $(2/3)U$  un  $(-1/3)U$ . Vienmērīgais magnētiskais lauks tiek uzdots kā  $\vec{B} = B\vec{k}$ . Dotajos apstākļos potenciālu telpā starp anodiem un katodiem apraksta vienādojums (15):

$$\Phi(x, y, z) = \frac{U}{2z_0^2 + r_0^2}(2z^2 - x^2 - y^2). \quad (15)$$

## 3.2. Peninga šūnas datorsimulācija

Izstrādājot izputināšanas iekārtas, kas balstās uz Peninga izlādi, ir nepieciešams izvēlēties tādu elektrodu konfigurāciju, lai telpā starp anodu un katodu potenciāla sadalījums būtu pietiekami tuvs ideālā Peninga slazda potenciāla sadalījumam [29, 69].



### 3.2.1. zīmējums.

Peninga šūna ar stienveida anodu.

Viens no šī darba mērķiem ir Laplasa vienādojuma atrisināšana elektrodu ģeometrijai, kas parādīta 3.1.1. zīmējumā, ideālam Peninga slazdam (3.1.2. zīm.), un ģeometrijai, kas parādīta 3.2.1. zīmējumā.

### 3.2.1. Laplasa vienādojuma risinājums.

Izvēlamies cilindrisku koordinātu sistēmu. Elektrostatiskais potenciāls, kuru rada elektrodi atbilst Laplasa vienādojumam (16):

$$\frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{\partial u}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2 u}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = 0. \quad (16)$$

Aksiālai elektrodu simetrijai, kā tas ir mūsu gadījumā, vienādojums vienkāršojas (17):

$$\frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{\partial u}{\partial \rho} \right) + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = 0. \quad (17)$$

Analītisks šī vienādojuma risinājums tiek atrasts tikai vienkāršām elektrodu konfigurācijām. Skaitliski šo vienādojumu var atrisināt jebkurai elektrodu konfigurācijai ar datora palīdzību, balstoties uz to, ka parciālie atvasinājumi punktā  $(\rho_i, z_i)$  var tikt aptuveni izskaitļoti izmantojot potenciālu vērtības atbilstošajos vienmērīga tīkla punktos, kurš sadala telpu šūnās (18):

$$\frac{\partial u}{\partial \rho}(\rho_i, z_j) = \frac{u(\rho_i, z_j) - u(\rho_{i-1}, z_j)}{h}, \quad (18)$$

$$\frac{\partial^2 u}{\partial z^2}(\rho_i, z_j) = \frac{u(\rho_i, z_{j+1}) - 2u(\rho_i, z_j) + u(\rho_i, z_{j-1}))}{h^2}. \quad (19)$$

Vienmērīgam tīklam no iepriekšējiem vienādojumiem (18) un (19) seko:

$$u(\rho_i, z_j) = \frac{(h + \rho_i)u(\rho_{i+1}, z_j) + \rho_i(u(\rho_{i-1}, z_j) + u(\rho_i, z_{j+1}) + u(\rho_i, z_{j-1}))}{h + 4\rho_i}. \quad (20)$$

Skaitļošanas algoritms, kas balstās uz formulu (20) ir sekojošs. Pirmajā etapā tiek uzdoti tīkla mezgla punktu potenciāli uz elektrodiem un patvaļīgas potenciālu vērtības pārējos punktos. Pēc tam, no vienādojuma (20) tiek izskaitļotas  $\vec{u}(\rho_i, z_j)$  vērtības, tālāk pēc šīm vērtībām izskaitļo sekojošu vērtību sēriju  $\vec{u}^1(\rho_i, z_j)$  un vislielākās vērtības starpību moduli:

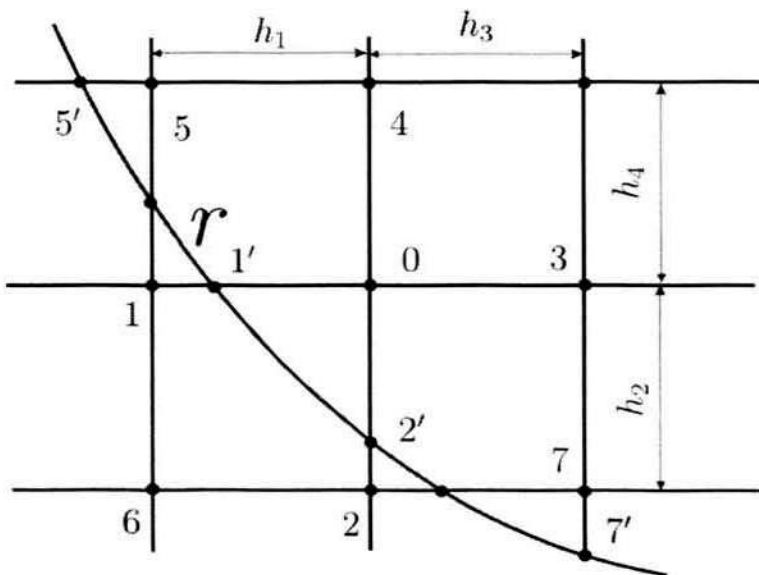
$$\Delta = |u(\rho_i, z_j) - u^1(\rho_i, z_j)|. \quad (21)$$

Skaitļošana turpinās tikmēr, kamēr skaitļojuma precizitāte  $\Delta$  nesasniedz doto vērtību. Tiek pieņemts, ka šūnas ir ievietotas cilindriskā caurulē ar diametru 100 mm, kurai ir nulles potenciāls.

### 3.2.2. Robežnosacījumu aproksimācija.

Gadījumā, kad mezglu punkti nav uz elektrodiem ar potenciālu  $u_0$  virsmas, tiek izmantota Kollatca aproksimācija (22):

$$u_{1'} = u_1 \frac{l_{01'}}{l_{01}} - u_0 \frac{l_{11'}}{l_{01}}; u_{5'} = u_5 \frac{l_{45'}}{l_{45}} + u_4 \frac{l_{55'}}{l_{45}}; u_{2'} = u_2 \frac{l_{02'}}{l_{02}} - u_0 \frac{l_{22'}}{l_{02}}. \quad (22)$$



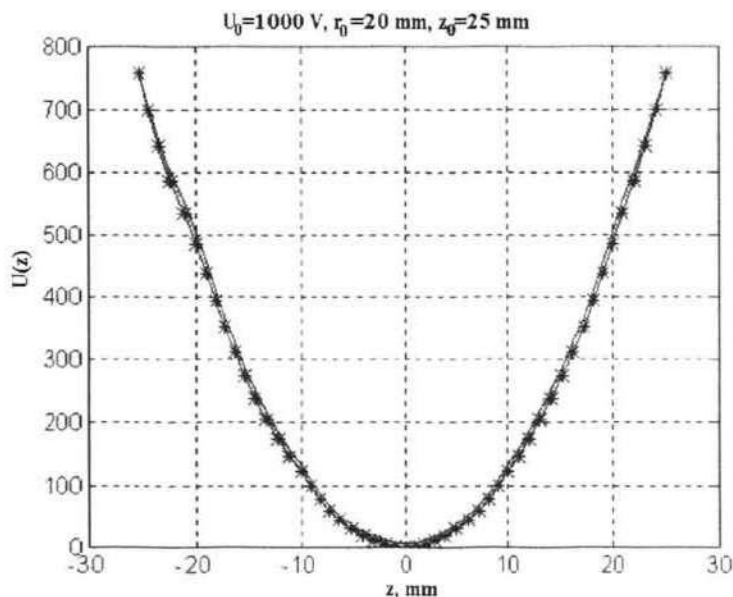
#### 3.2.2.1. zīmējums.

Lauka tīkls.

Vienādojumos (22)  $l_{p,q}$  ir attālums starp punktiem p,q (3.2.2.1. zīm.), pie kam ekstrapolācija tiek veikta mezgla punktos, kuri ir vistuvākie tīkla robežpunktiem, t.i.

$$l_{01'} \geq \frac{1}{2} l_{01}; l_{02'} \geq \frac{1}{2} l_{02}. \quad (23)$$

Ideālas Peninga šūnas gadījumā ir precīzs atrisinājums (formula) potenciāla sadalījumam starpelektrodu telpā. Tas ļauj pārbaudīt skaitliskā atrisinājuma pareizību salīdzinot potenciāla vērtības, kuras iegūtas ar skaitlisko metodi un pēc formulas tajos pašos telpas punktos. Rezultāti parādīti 3.2.2.2. zīmējumā un liecina par pietiekošu skaitliskā Laplasa vienādojuma risinājuma precizitāti.

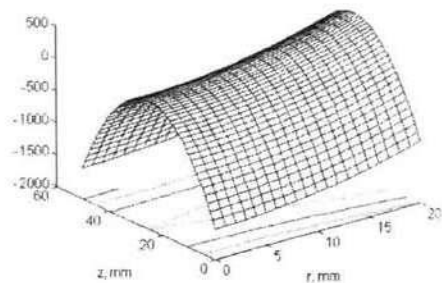


### 3.2.2.2. zīmējums.

Datu, kas iegūti ar skaitlisko paņēmieni un ar precīzo analītisko risinājumu, salīdzinājums.

— precīzais risinājums, —\*— skaitliskais risinājums.

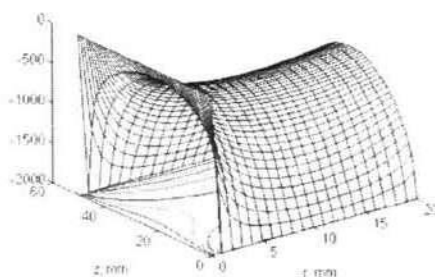
Zīmējumos 3.2.2.3. - 3.2.2.5. attēlotie dati liecina par to, ka potenciāla sadalījums šūnām ar cilindrisku un stienveida anodu nozīmīgi atšķiras no ideāla Peninga slazda potenciāla sadalījuma tikai katodu malu tuvumā un to centrā atbilstoši.



### 3.2.2.3. zīmējums.

Potenciāla sadalījums ideālā Peninga šūnā.

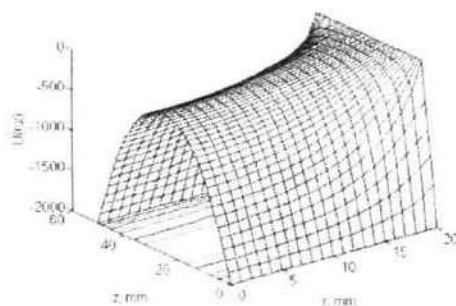
$$r_0 = 20\text{mm}, z_0 = 25\text{mm}.$$



### 3.2.2.4. zīmējums.

Potenciāla sadalījums Peninga šūnai ar stieņveida anodu.

Attālums starp katodiem 50 mm,  $U_a = 0$  kV,  $U_k = -2000$  V. Anoda diametrs neievērojami mazs.



### 3.2.2.5. zīmējums.

Potenciālu sadalījums Peninga šūnai ar cilindrisku anodu.

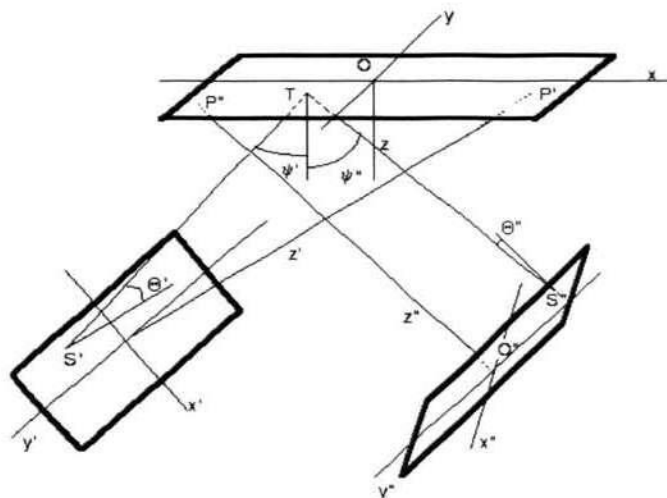
Katoda rādiuss  $r_k$  vienāds ar anoda rādiusu  $r_a$ , attālums starp katodiem  $2d = 50\text{mm}$ , anoda garums  $l_a = 50\text{mm}$ , katodu potenciāls 2000 V.

### 3.2.3. Kārtiņu biezuma vienmērības datorsimulācija

Viens no galvenajiem plānu kārtiņu raksturlielumiem ir to biezuma vienmērība. Praktiski liela nozīme ir teorētiskai biezuma vienmērības aprēķināšanai, ja ir doti eksperimentālās uzputināšanas iekārtas ģeometriskie parametri. Kārtiņām, kas ir iegūtas ar jonu uzputināšanas metodi, biezuma vienmērība ir būtiski atkarīga no izputināto daļiņu sadalījuma pa izlidošanas leņķiem. Sadalījums pa izlidošanas leņķiem  $\Theta$ , virknē gadījumu var tikt aproksimēts ar sekojošu funkciju:  $((n + 1)/2\pi) \cos^n \Theta$  [59, 60]. Ir svarīgi noskaidrot, vai iespējams ar šo aproksimējošo funkciju aprakstīt katodu izputināšanu Peninga izlādē.

Datorprogrammas, kura modelē Peninga šūnā notiekošos procesus, pamatā ir tālāk sekojošā teorija.

Peninga šūnā izputināšana notiek no diviem katodiem (3.2.3.1. zīm.)



3.2.3.1. zīmējums.

Peninga šūnas ģeometrisku parametru shematisks attēlojums.

$Oxyz$  ir atskaites sistēma ar elementārvektoriem  $\vec{i}, \vec{j}, \vec{k}$ , kuras  $Oxy$  plakne sakrīt ar paliktņa virsmu. Tiek ieviestas jaunas koordinātu sistēmas  $O'x'y'z'$ , kuras  $O'x'y'$  plakne sakrīt ar pirmā katoda virsmu, un atbilstoši, koordinātu sistēma  $O''x''y''z''$ . Tad  $\alpha'_1, \alpha'_2, \alpha'_3$  ir punkta  $O'$  koordinātas paliktņa atskaites sistēmā. Izvēlamies vektoru  $\vec{O'P'}$  perpendikulāru katoda plaknei, kur  $P'(p'_1, p'_2, 0)$  ir punkts paliktņa plaknē. Tad katoda atskaites sistēmas elementārvektors  $\vec{k}^j$  būs:  $\vec{k}^j = \vec{O'P'} / |\vec{O'P'}|$ , kura komponentes ir  $k'_x = \gamma_{31} = (p'_1 - \alpha'_1) / |\vec{O'P'}|$ ,  $k'_y = \gamma_{32} = (p'_2 - \alpha'_2) / |\vec{O'P'}|$ ,  $k'_z = \gamma_{33} = -\alpha'_3 / |\vec{O'P'}|$ , kur  $|\vec{O'P'}| = ((p'_1 -$



$\alpha'_1)^2 + (p'_2 - \alpha'_2)^2 + \alpha'_3)^{1/2}$ . Elementārvektors  $\vec{i}'$ , būs ar sekojošām komponentēm:  $i'_x = \gamma_{11} = 0$ ,  $i'_y = \gamma_{12} = \gamma_{33}/(\gamma_{32}^2 + \gamma_{33}^2)^{1/2}$ ,  $i'_z = \gamma_{13} = -\gamma_{32}/(\gamma_{32}^2 + \gamma_{33}^2)^{1/2}$ . Vektora  $\vec{j}$  komponentes var atrast:  $\vec{j}' = \vec{k}' \times \vec{i}'$ .

Mēs izvēlamies patvaļīgu punktu  $T(t_1, t_2, 0)$  uz paliktņa virsmas. Var atrast punkta  $T$  koordinātas katoda sistēmā  $t'_1, t'_2, t'_3$  un elementārvektora  $\vec{k}'$ , kurš ir perpendikulārs paliktņim, komponentes  $k'_1, k'_2, k'_3$ , izmantojot formulas (24):

$$t'_i = \sum_{j=1}^3 \gamma_{ij}(t_j - \alpha'_j), \quad (24)$$

$$k'_j = \gamma_{i3} ; i, j = 1, 2 .$$

Daļiņu skaits  $N$ , kas tiek izputinātas laika vienībā no laukuma  $dx'dy'$  punkta  $S'(s'_1, s'_2, 0)$  apkārtne ir:

$$N = kj(x', y')/e, \quad (25)$$

kur  $j(x', y')$  - katoda jonu strāvas blīvums,  $k$  -izputināšanas koeficients katoda materiāliem ar Xe joniem,  $e$  - elektrona lādiņš.

Daļiņu skaitu  $dN$  telpiskajā leņķī  $d\Omega$  var noteikt pēc formulas:

$$dN = N\tau d\Omega, \quad (26)$$

kur  $\tau$  ir izputināto daļiņu telpisko sadalījumu aprakstoša funkcija. Pieņemsim, ka funkcija  $\tau$  ir neatkarīga no azimutālā leņķa, un tai ir forma  $((n+1)/2\pi) \cos^n \Theta$  [59, 60].

Lai  $d\sigma_2$  ir paliktņa laukuma elements punktā  $T$ , tad:

$$d\Omega = d\sigma \cos\psi / |\vec{TS}'|^2, \quad (27)$$

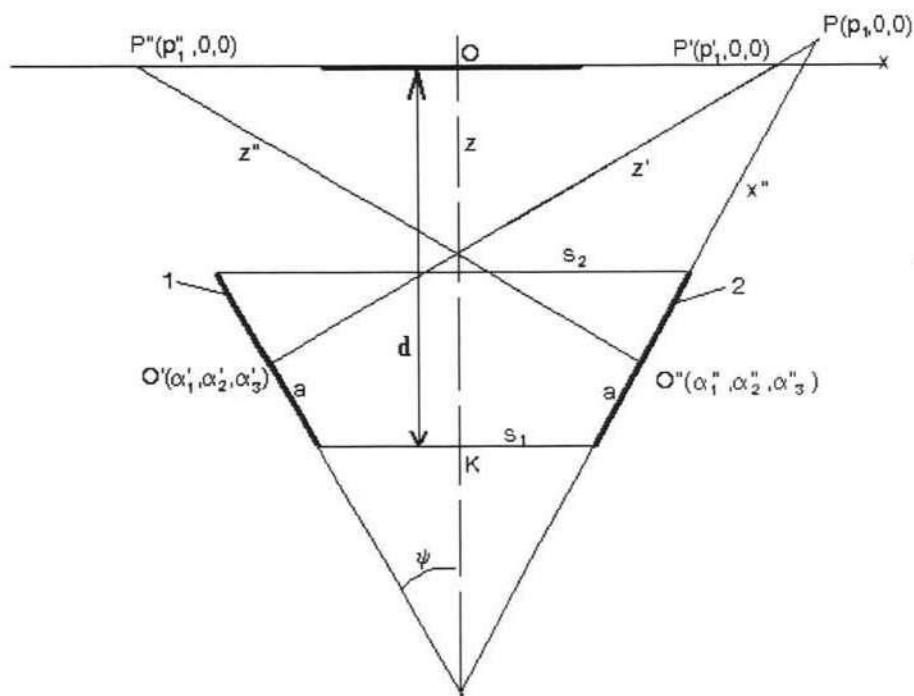
kur  $\psi$  ir leņķis starp parauga virsmas normāli un  $\vec{TS}'$ .

Ņemot vērā šo faktu, no pirmā katoda virsmas  $G$  izputināto daļiņu plūsmu punktā  $T$  atrod pēc formulas (28):

$$\frac{dN_1}{d\sigma_1} = \iint_G k \frac{j(x', y')}{e} \frac{\cos\psi}{|\vec{TS}'|^2} \tau \cdot dx'dy', \quad (28)$$

No otra katoda iegūsim identisku plūsmu  $dN_2/d\sigma_2$ . Pilnā plūsma  $dN/d\sigma$  punktā  $T$  būs abu plūsmu  $dN_1/d\sigma_1$  un  $dN_2/d\sigma_2$  summa.

Praktiski punktus  $P'$  un  $P''$  izskaitļo izmantojot citus ģeometriskos parametrus (3.2.3.2. zīm.).



### 3.2.3.2. zīmējums.

Peninga šūnas ģeometriskos parametru shematiska diagramma.

1 - pirmais katods, 2 - otrais katods.

Ja katodu platums ir  $a$ ,  $OK = d$  un  $s_1$  un  $s_2$  ir attālums starp katodu malām, tad (29):

$$\psi = \arcsin \frac{s_2 - s_1}{2a}. \quad (29)$$

Punkta  $O'$  koordinātas  $u_1$ ,  $u_2$ ,  $u_3$  punkta  $P$  koordināti  $p_1$  sistēmā  $O''x''y''z''$  var atrast (30), (31), (32):

$$u_1 = -\frac{s_1 + s_2}{2} \sin \psi, \quad (30)$$

$$u_2 = \frac{s_1 + s_2}{2} \cos \psi, \quad (31)$$

$$u_3 = 0,$$

$$p_1 = u_3 \operatorname{tg}(2\psi) + u_1. \quad (32)$$

Punktu  $O'$ ,  $O''$ ,  $P'$  un  $P''$  koordinātas var iegūt (33), (34), (35):

$$\alpha_1'' = \frac{s_1 + s_2}{4}, \quad (33)$$

$$\alpha_2'' = 0,$$

$$\alpha_3'' = d - \frac{a}{2} \cos \psi, \quad (34)$$

$$\alpha_1' = -\alpha_1'', \alpha_2' = 0, \alpha_3' = \alpha_3'',$$

$$p''_1 = \frac{s_1 + s_2}{4} - \alpha_3'' \tan \psi, \quad (35)$$

$$p'_1 = -p''_1.$$

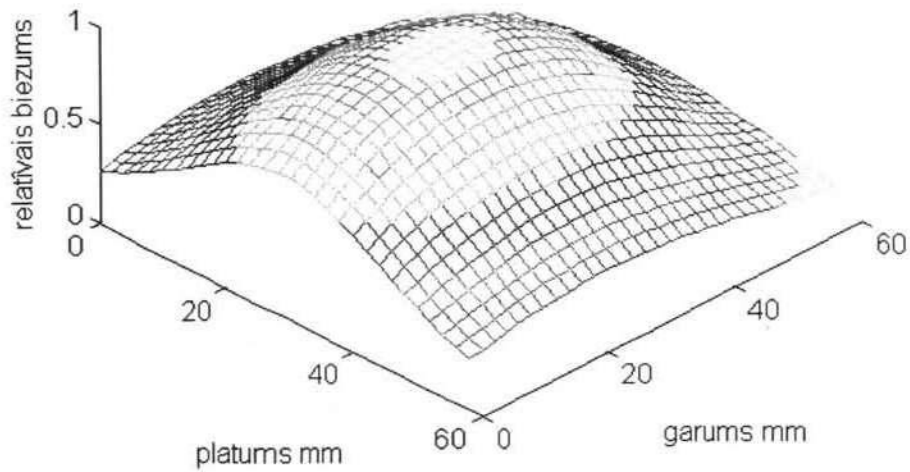
Aprēķinos jonu strāvas blīvums tiek pieņemts kā konstants un var tikt ņemts kā puse no izlādes strāvas.

Izputināšanas koeficientu  $k$  ir iespējams novērtēt ar datorprogrammas TRIM palīdzību [70, 71]. Tika atrasts šis koeficients polikristāliskam Al ar Xe joniem, kuru enerģija ir apmēram  $0,5eU_a=1000$  eV, ņemot vērā, ka izlāde notiek spiedienā  $\sim 10^{-4}$  tori un vājā magnētiskā laukā. Izputināšanas koeficienti sadursmes leņķiem  $90^\circ$ ,  $45^\circ$  un  $60^\circ$  ir 0,74, 2,3 un 4,0 atbilstoši. Integrāli (28) aprēķina skaitliski.

Plūsmas  $dN/d\sigma$  vienmērība ir arī kārtiņas biezuma vienmērība. Šo vienmērību  $NM$  var atrast (36):

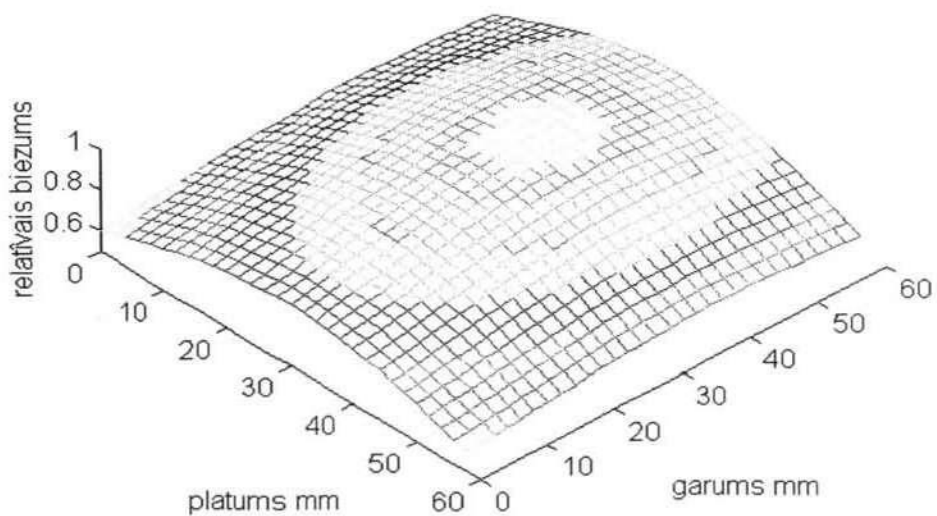
$$NM = \frac{dN/d\sigma_{\max} - dN/d\sigma_{\min}}{dN/d\sigma_{\max} + dN/d\sigma_{\min}}. \quad (36)$$

Datormodelēšanā iegūtie dati redzami zīmējumos (3.2.3.3. - 3.2.3.9.). Šajā programmā tika ņemti parametri, atbilstoši mūsu uzputināšanas iekārtai, un mainīts sadalījuma funkcijas  $((n+1)/2\pi \cos^n \Theta)$  koeficients  $n$ .



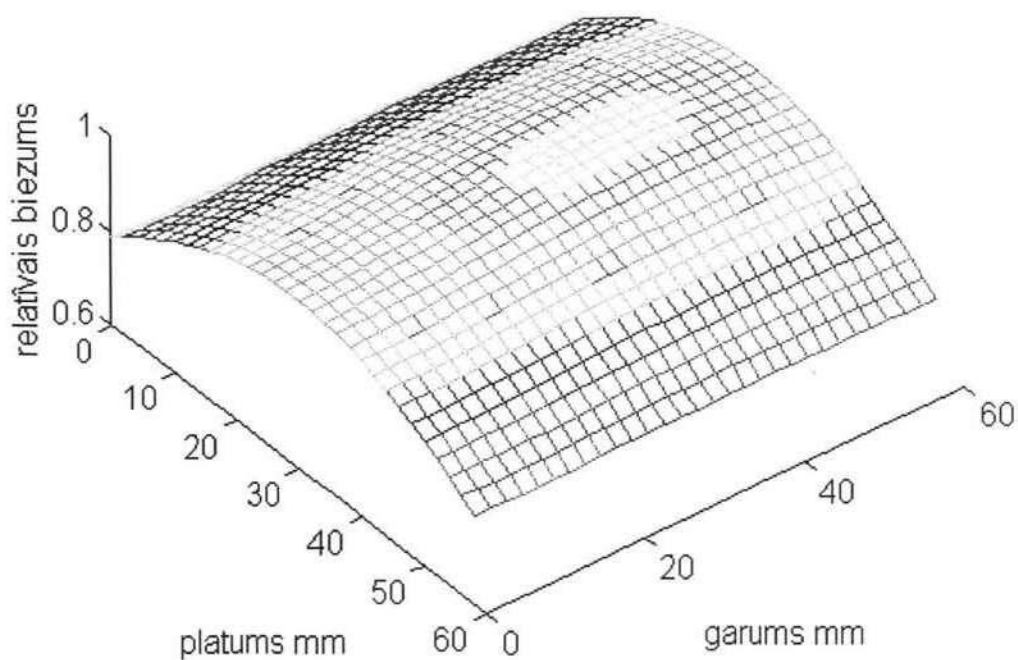
**3.2.3.3. zīmējums.**

Modelēta virsma, attālums  $d=59$  mm,  $n=1$ .



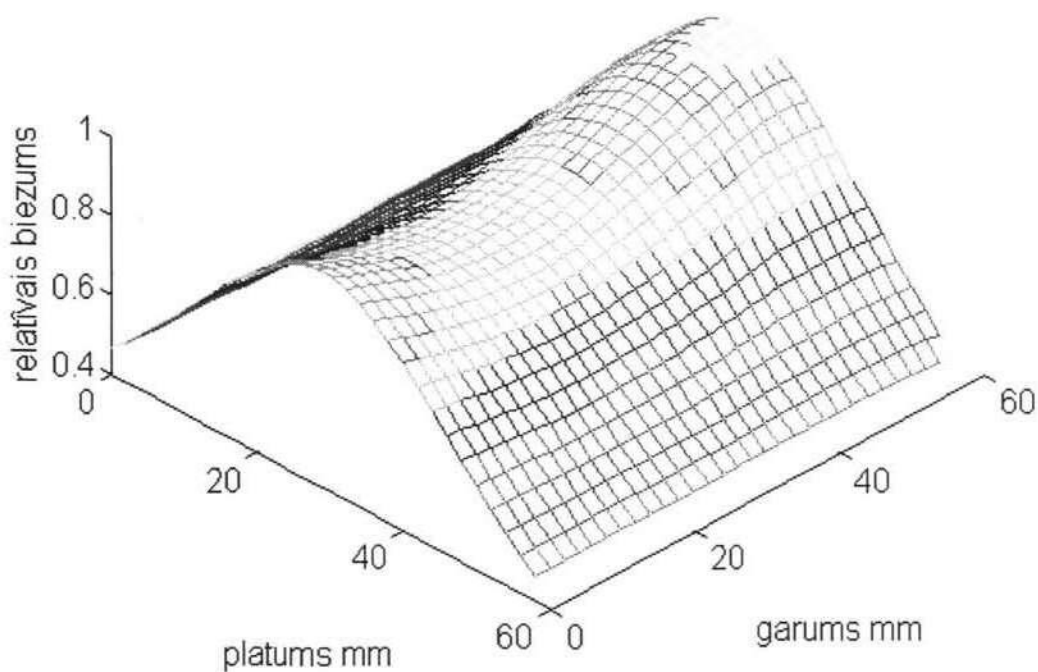
**3.2.3.4. zīmējums.**

Modelēta virsma, attālums  $d=104$  mm,  $n=0,25$ .



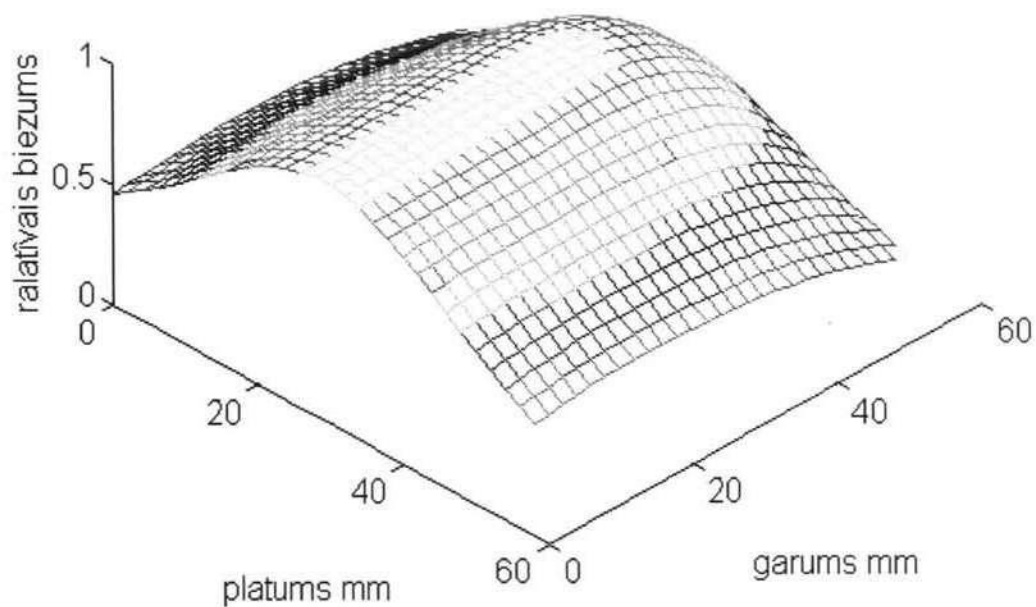
### 3.2.3.5. zīmējums.

Modelēta virsma, attālums  $d=129$  mm,  $n=0,25$ .



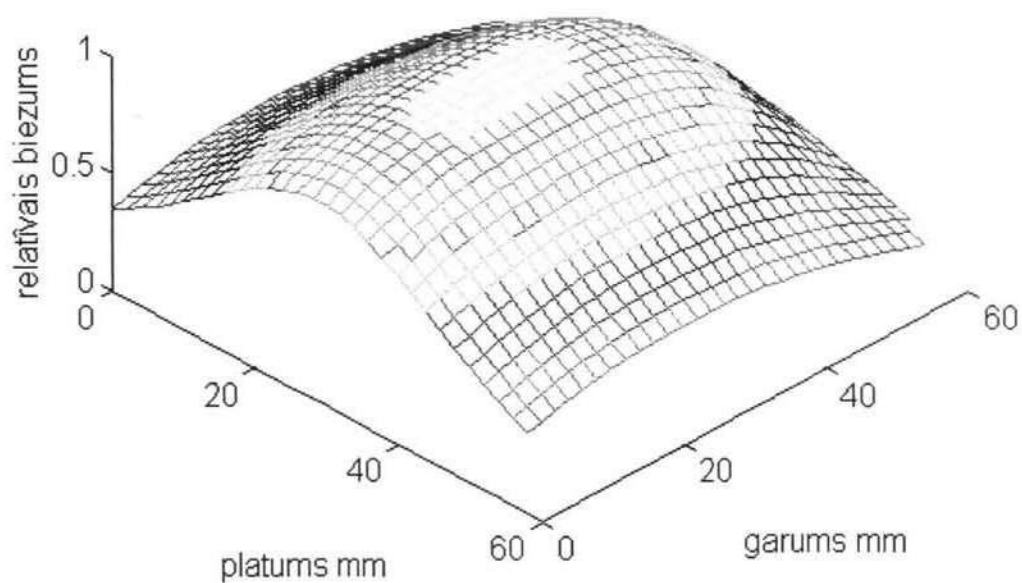
### 3.2.3.6. zīmējums.

Modelēta virsma, attālums  $d=59$  mm,  $n=0$



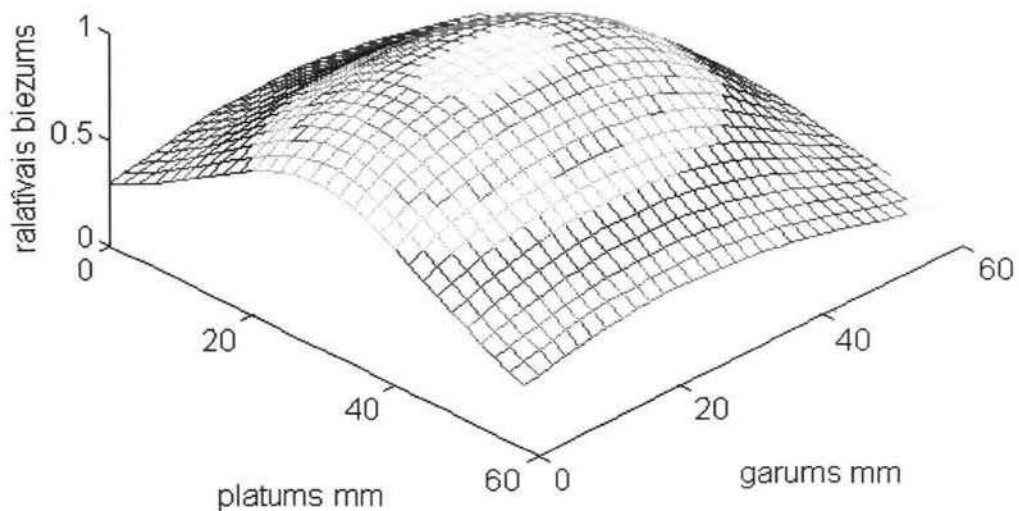
**3.2.3.7. zīmējums.**

Modelēta virsma, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,25$ .



**3.2.3.8. zīmējums.**

Modelēta virsma, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,5$ .



### 3.2.3.9. zīmējums.

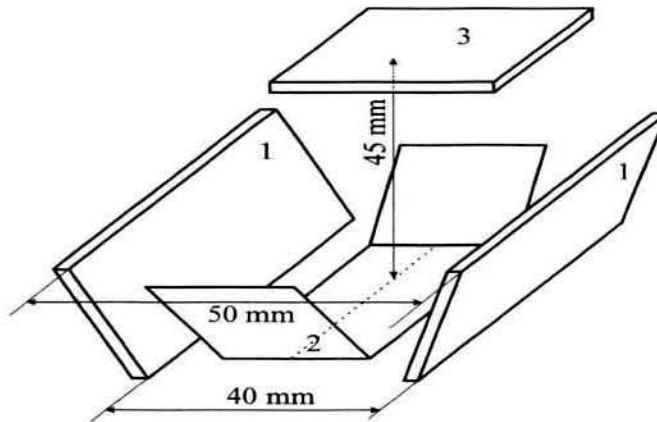
Modelēta virsma, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,75$ .

Iegūtie teorētiskie dati tika salīdzināti ar praktiski iegūtu kārtiņu vienmērību. Rezultāti apskatīti nākošajā nodaļā.

### 3.3. Modificētas Peninga šūnas īpašības

#### 3.3.1. Uzputināšanas iekārtu izveide optimizējot elektrodu veidu un izkārtojumu

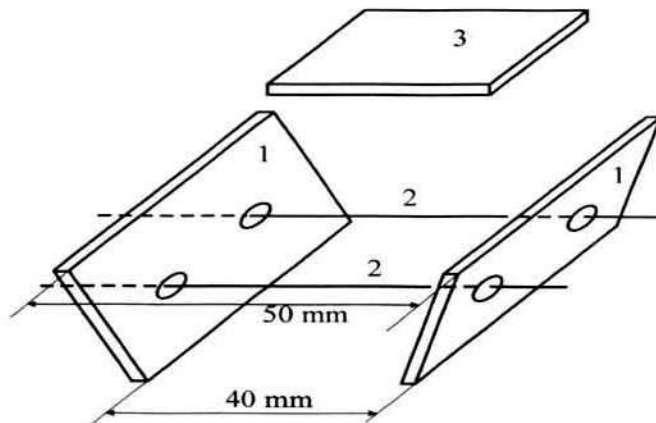
Balstoties uz apskatīto teoriju, mūsu laboratorijā, pārveidojot Peninga šūnu, ir izveidotas trīs veidu uzputināšanas iekārtas – ar plakaniem katodiem un  $\sphericalangle$  veida anodu (3.3.1.1. zīm. - šādas šūnas parametri ir aprakstīti darbā [28]), ar stieņveida anodu un atverēm katodos (3.3.1.2. zīm.), un ar T veida anodiem (3.3.1.3. zīm.).



3.3.1.1. zīmējums.

Modificēta Peninga šūna.

1 - katodi, 2 - anods, 3 - pamatne.

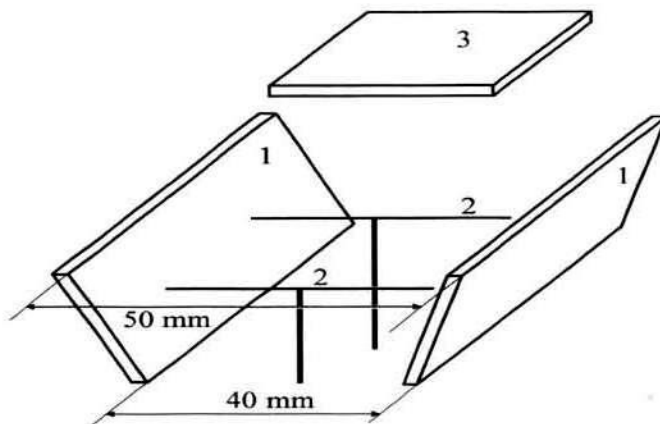


3.3.1.2. zīmējums.

Modificēta Peninga šūna ar diviem stieples anodiem.

1 - katodi, 2 - anodi, 3 - pamatne.





### 3.3.1.3. zīmējums.

Modificēta Peninga šūna ar diviem T veida anodiem.

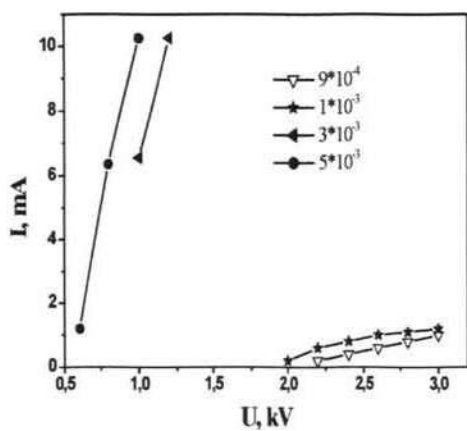
1 - katodi, 2 - anodi, 3 - pamatne.

Izveidotajām modificētām Peninga šūnām ar stieņveida anodiem ir iegūtas voltampērraksturlīknes (3.3.1.4. - 3.3.1.5. zīm.) atkarībā no katodsprieguma, spiediena kamerā un anodu skaita.

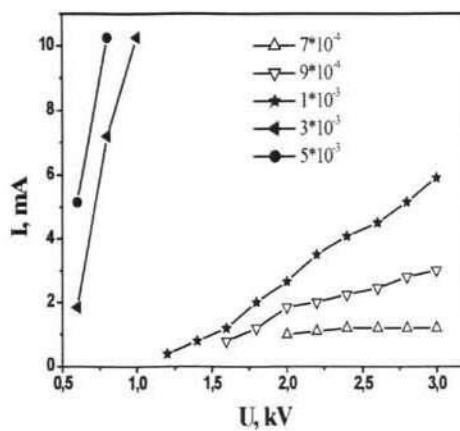
No grafikiem ir redzams, ka stieples anodu gadījumā palielinot spiedienu virs kāda kritiskā lieluma notiek straujš strāvas pieaugums. Acīmredzot, izlādes apgabalā veidojas plazma, kas ir tam par iemeslu. Tāpat ir redzams, ka palielinot anodu skaitu, izlādes strāva pieaug. Tā kā anodi tika izvietoti simetriski attiecībā pret katoda garumu, tad attālums starp tiem mainījās - palielinoties anodu skaitam, attālums starp tiem samazinājās. Iespējams, ka divu anodu gadījumā attālums bija optimāls.

T veida anodu gadījumā izlāde iedegās pie zemāka spiediena nekā stieples anodu gadījumā. To var izskaidrot ar to, ka lauku rada arī anoda vertikālā daļa. Diemžēl šī anoda daļa traucē rasties potenciāla sadalījumam, kas būtu tuvs ideālajam.

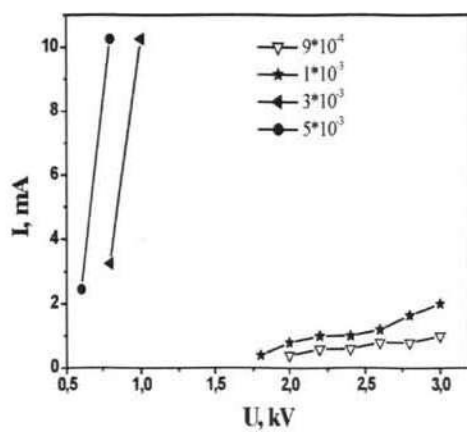
Praktiski kārtiņu uzputināšanai piemērotāka izrādījās pirmā konfigurācija ar plakaniem katodiem un  $\setminus /$  - veida anodu (3.3.1.1. zīm.). Ir paredzams, ka šādas sistēmas potenciālu sadalījums ir tuvs 3.1.1. zīmējumā attēlotās šūnas potenciālu sadalījumam, jo cilindriskā anoda gadījumā šūnas potenciālu sadalījums atšķiras no ideāla tikai katodu malū tuvumā.



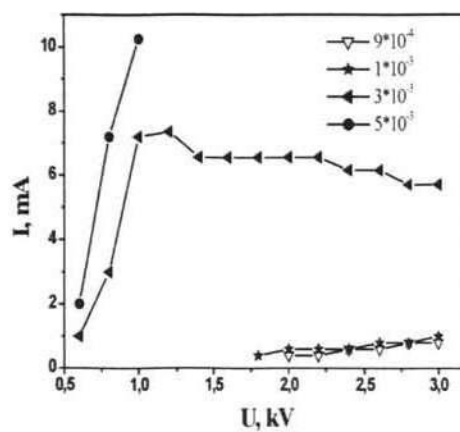
(a)



(b)



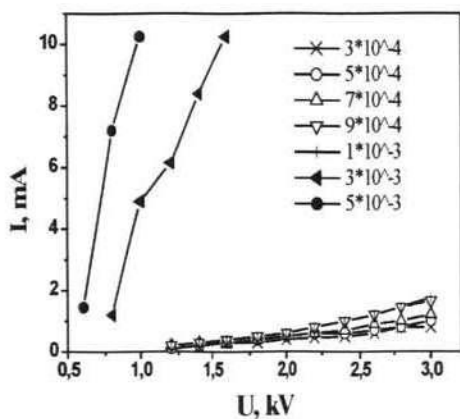
(c)



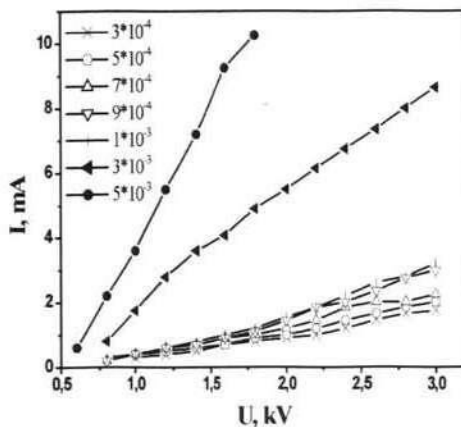
(d)

#### 3.3.1.4. zīmējums.

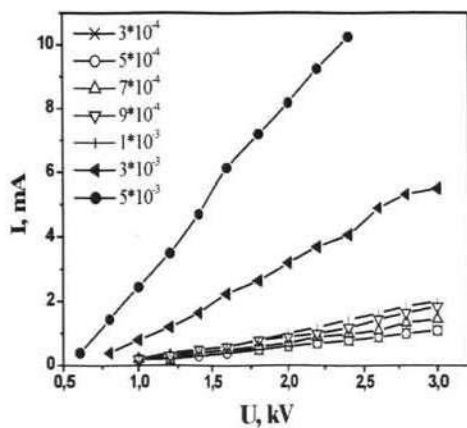
Voltampērlīknes modificētai Peninga šūnai ar Al katodiem un stieples anodiem - a) viens anods, b) divi anodi, c) trīs anodi, d) četri anodi.



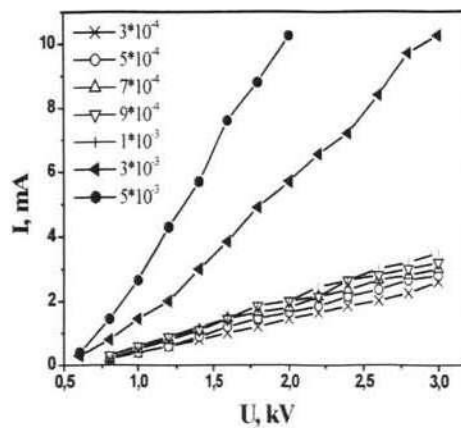
(a)



(b)



(c)



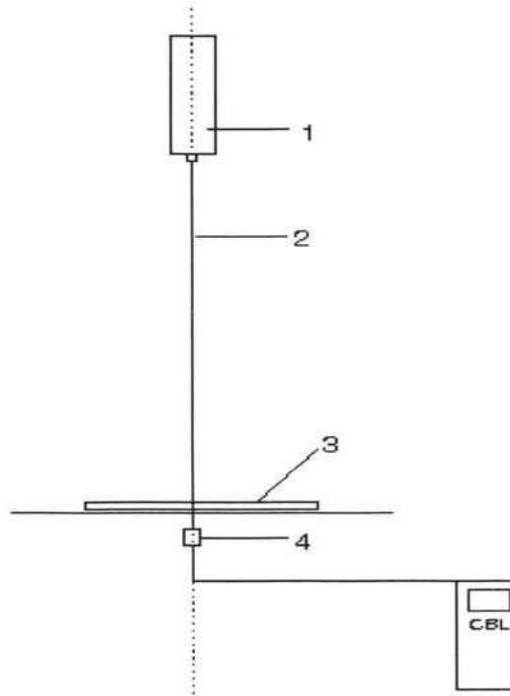
(d)

### 3.3.1.5. zīmējums.

Voltampērlīknes modificētai Peninga sūnai ar Al katodiem un T veida anodiem - a) viens anods, b) divi anodi, c) trīs anodi, d) četri anodi.

### 3.3.2. *Kārtiņu biezuma vienmērības eksperimentāls novērtējums*

Lai noteiktu puscaurspīdīgu kārtiņu, kas iegūtas ar iepriekš apskatīto (3.3.1.1. zīm.) modificēto Peninga šūnu, biezuma vienmērību, tika iegūts caur šīm kārtiņām izgājušās gaismas intensitātes sadalījums pa kārtiņas virsmu. Šim nolūkam tika izveidota iekārta, kas redzama 3.3.2.1. zīmējumā.

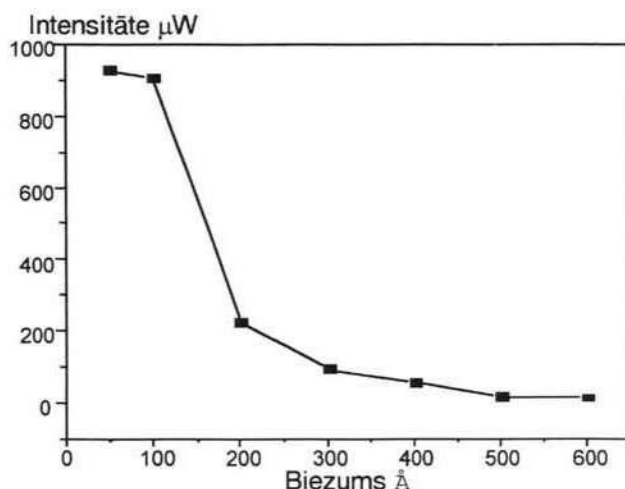


#### 3.3.2.1. zīmējums.

Iekārta caur Al plēvi izgājušās gaismas intensitātes sadalījuma noteikšanai.

1 - lāzers, 2 - lāzera stars, 3 - paraugs, 4 - optiskais sensors.

Par gaismas avotu tika izmantots pusvadītāju lāzers MT4042. Caurgājušās gaismas uztveršanai un analīzei tika izmantota ierīce CBL ar optisko sensoru. Iegūtie dati tika apstrādāti ar šim nolūkam radītu datorprogrammu, kura izskaitļo plēves biezumu. Biezuma izskaitļošanai ir nepieciešams zināt caurgājušās gaismas intensitātes atkarību no kārtiņas biezuma. Lai iegūtu šo atkarību, tika iegūtas caurgājušās gaismas intensitāšu vērtības kārtiņām ar zināmu biezumu. (3.3.2.2. zīm.)



### 3.3.2.2. zīmējums.

Caurgājušās gaismas intensitātes atkarība no kārtiņas biezuma.

Zinot šo atkarību, Al kārtiņas absolūto biezumu var izskaitļot (37):

$$T_p = \frac{(T_n - T_{n+1})(I_p - I_{n+1})}{I_n - I_{n+1}} + T_{n+1}, \quad (37)$$

kur  $T_p$  - kārtiņas biezums dotajā punktā,

$I_n, I_{n+1}$  - caur etalonkārtiņām izgājušās gaismas intensitāte,

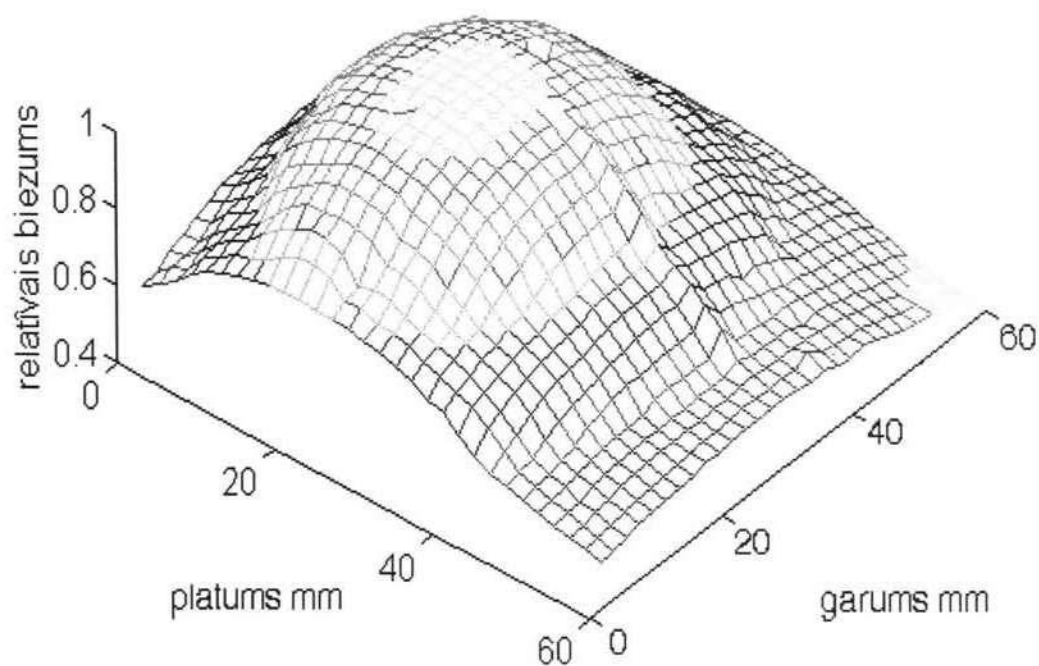
$I_p$  - caur Al plēvi izgājušās gaismas intensitāte dotajā punktā, pie kam

$$I_n < I_p < I_{n+1},$$

$T_n, T_{n+1}$  - atbilstošie etalonkārtiņu biezumi.

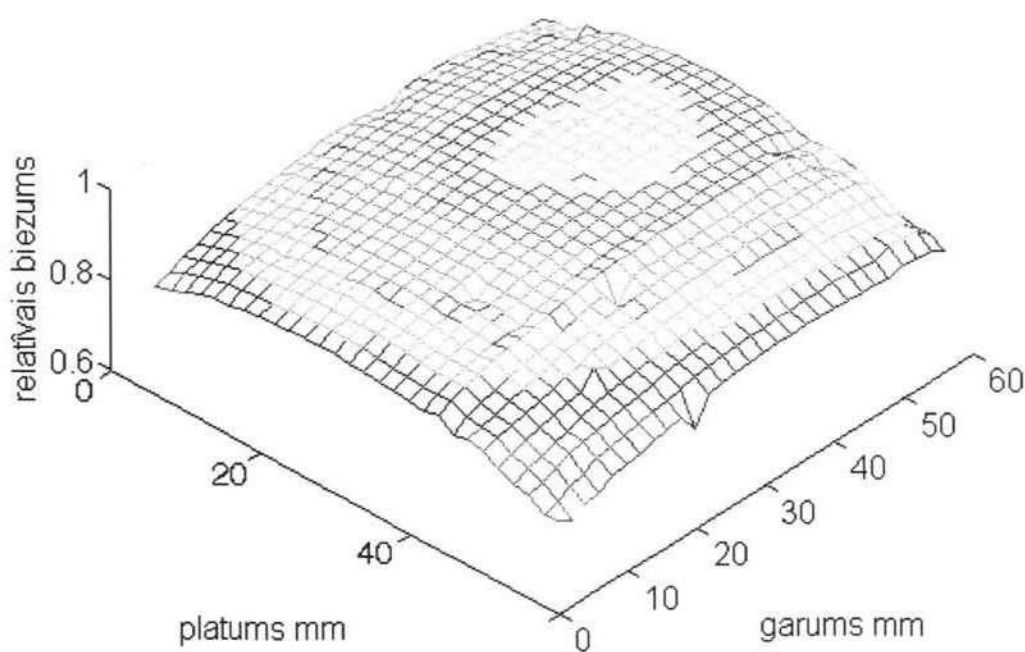
Eksperimentā tika uzputinātas Al kārtiņas uz paliktņiem 60x60 trijos dažādos attālos  $d$ :  $d_1=59$  mm,  $d_2=104$  mm,  $d_3=129$  mm. Attāli no anoda līdz paliktņim atbilstoši ir  $l_1=70$  mm,  $l_2=115$  mm,  $l_3=140$  mm. Katodu platums  $a=25$  mm, garums  $b=50$  mm, attāli  $s_1=48$  mm,  $s_2=57$  mm.

Iegūtie dati tika attēloti trīsdimensiju grafiku veidā, kas redzami sekojošajos zīmējumos (3.3.2.3. - 3.3.2.5.).



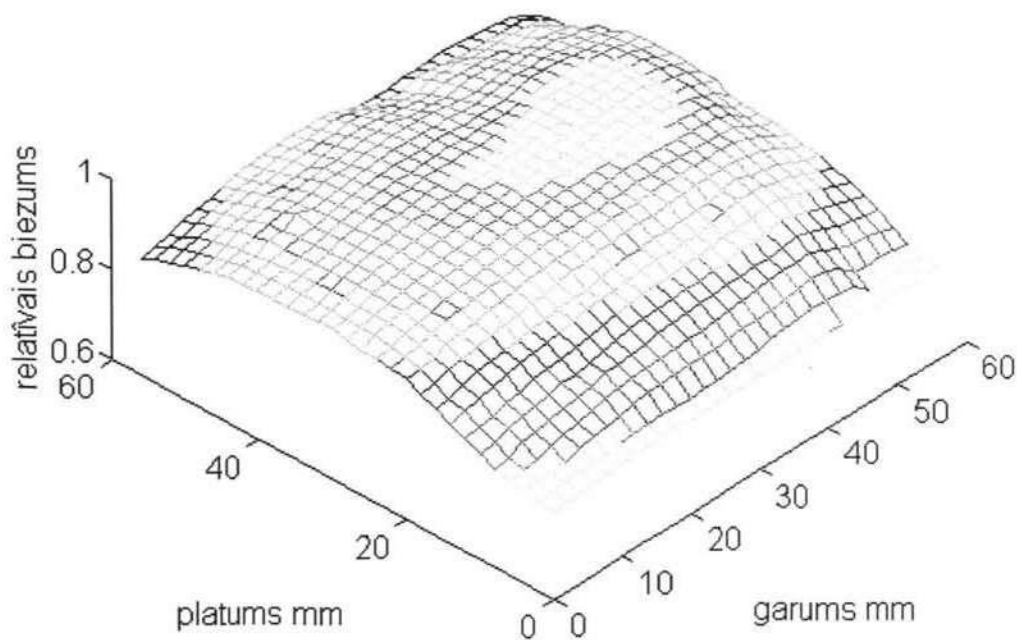
**3.3.2.3. zīmējums.**

Al kārtiņas relatīvais biezums. Attālums no anoda līdz paliktņim - 70 mm ( $d=59$  mm).



**3.3.2.4. zīmējums.**

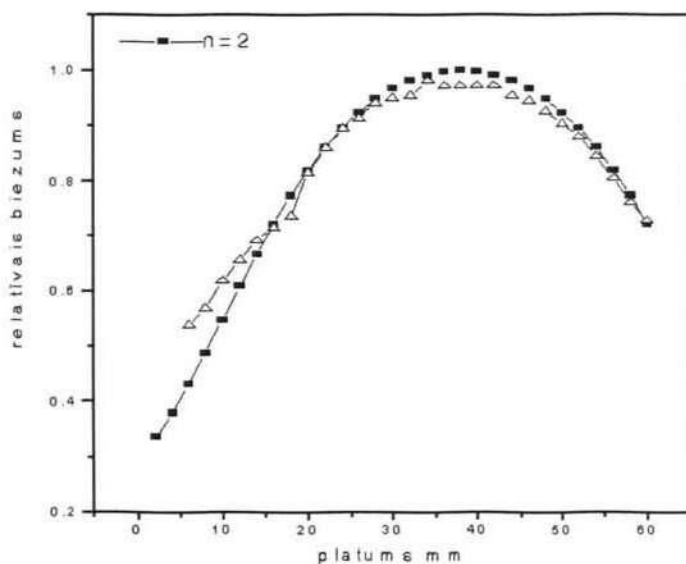
Al kārtiņas relatīvais biezums. Attālums no anoda līdz paliktņim - 115 mm ( $d=104$  mm).



### 3.3.2.5. zīmējums.

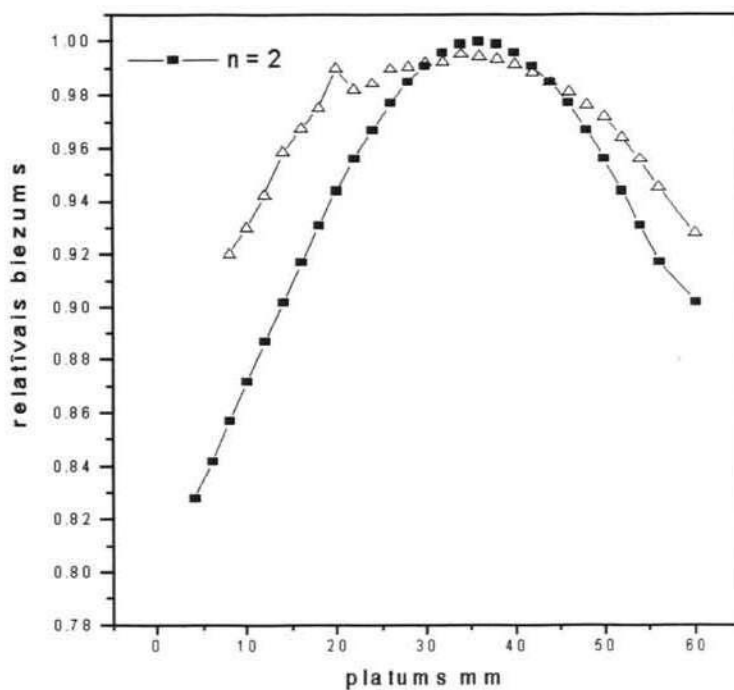
Al kārtiņas relatīvais biezums. Attālums no anoda līdz paliktņim - 140 mm ( $d=129$  mm).

Iegūtās virsmas salīdzinātas ar datormodelēšanā iegūtajām. Precīzākai datu interpretācijai ir salīdzināti virsmu šķērsgriezumu grafiki (3.3.2.6. - 3.3.2.12. zīm.)



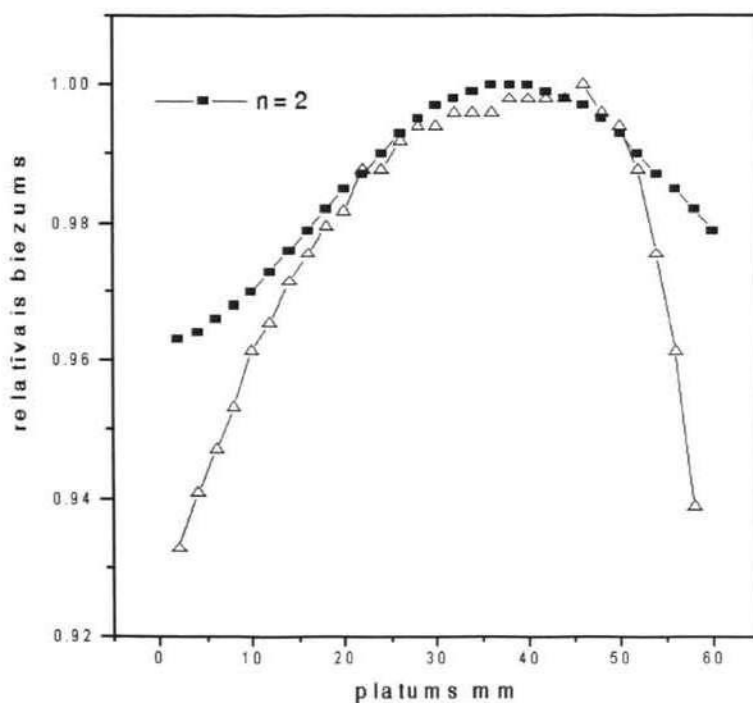
### 3.3.2.6. zīmējums.

Al kārtiņas ( $-\Delta-$ ) un modelētais ( $-\blacksquare-$ ) relatīvais biezums, attālums  $d=59$  mm,  $n=1$ .



### 3.3.2.7. zīmējums.

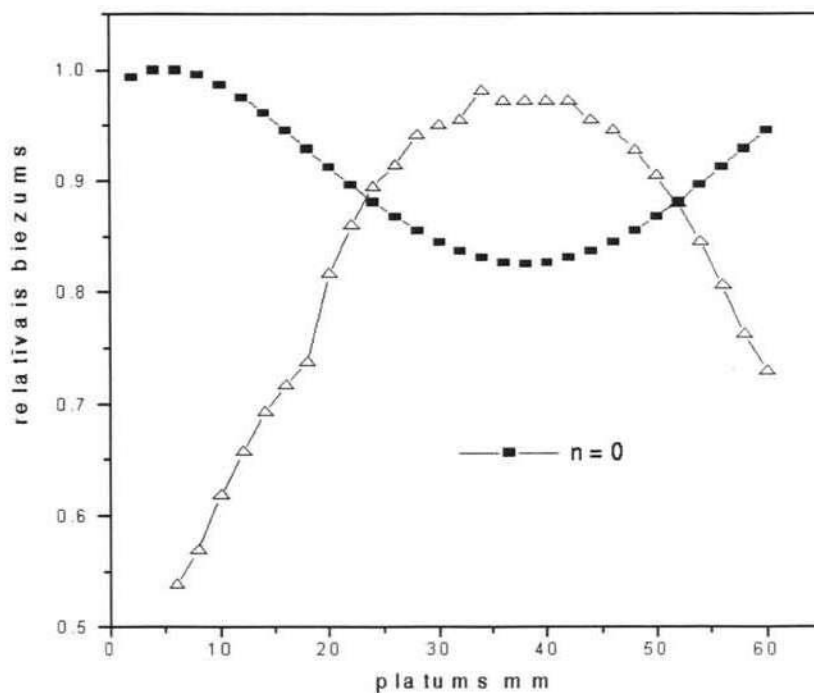
Al kārtiņas (— $\Delta$ —) un modelētais (— $\blacksquare$ —) relatīvais biezums, attālums  $d=104$  mm,  $n=0,25$ .



### 3.3.2.8. zīmējums.

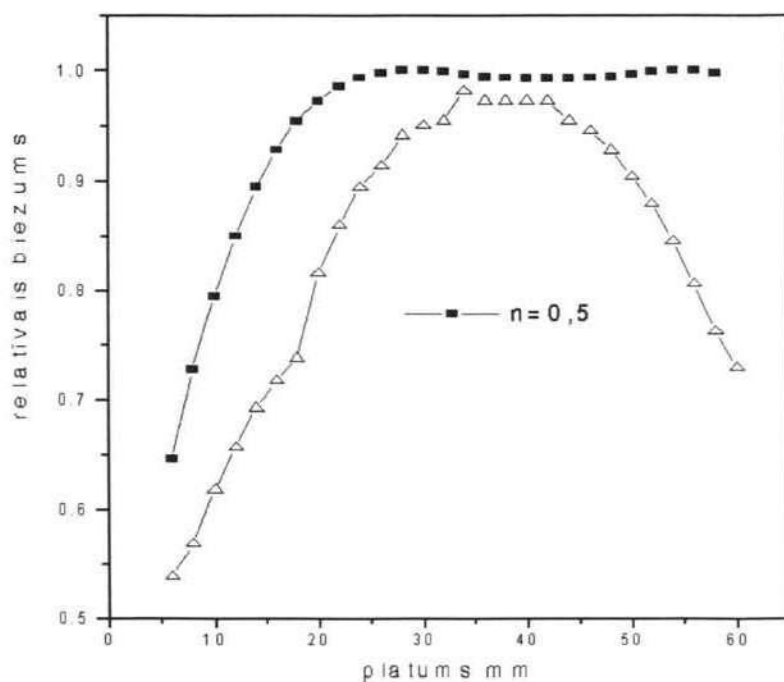
Al kārtiņas (— $\Delta$ —) un modelētais (— $\blacksquare$ —) relatīvais biezums, attālums  $d=129$  mm,  $n=0,25$ .





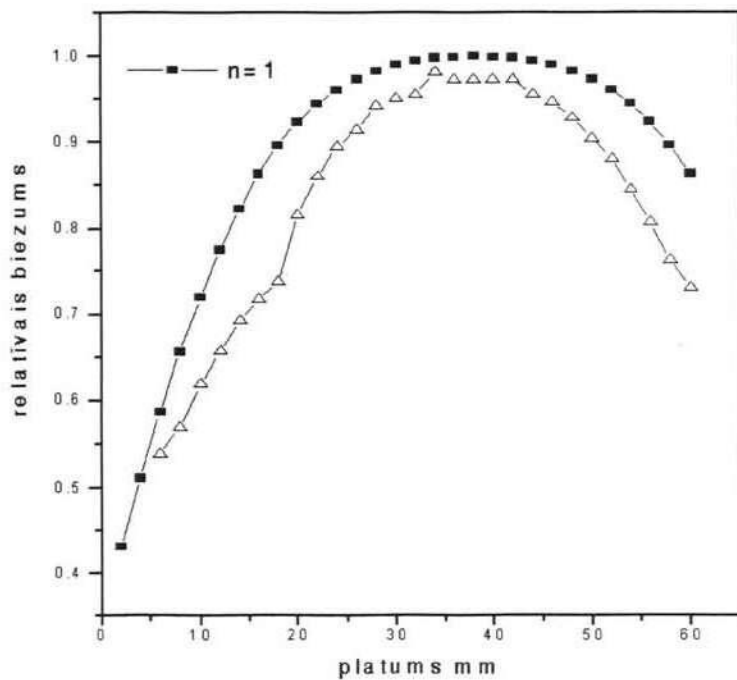
**3.3.2.9. zīmējums.**

Al kārtiņas (-Δ-) un modelētais (-■-) relatīvais biezums, attālums  $d=59$  mm,  $n=0$ .



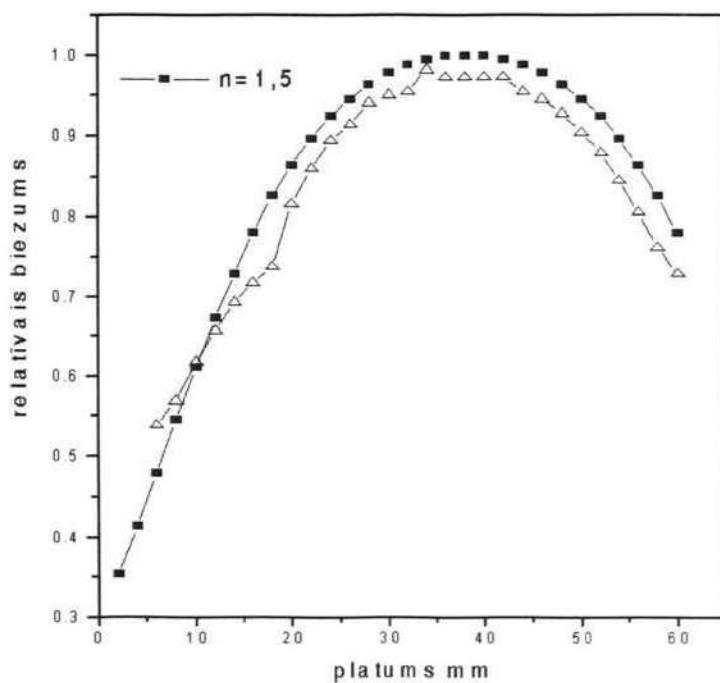
**3.3.2.10. zīmējums.**

Al kārtiņas (-Δ-) un modelētais (-■-) relatīvais biezums, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,25$ .



**3.3.2.11. zīmējums.**

Al kārtiņas (—Δ—) un modelētais (—■—) relatīvais biezums, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,5$ .



**3.3.2.12. zīmējums.**

Al kārtiņas (—Δ—) un modelētais (—■—) relatīvais biezums, attālums  $d=59$  mm,  $n=0,75$ .

Salīdzinot visus modelēšanā iegūtos datus ar eksperimentālajiem datiem, var secināt, ka katodu izputināšanu Peninga izlādē var aproksimēt ar funkciju  $((n + 1)/2\pi) \cos^n \Theta$ , ja  $n=1$  (attālumam  $d_1 = 59$  mm) un  $n=0,25$  (attālumam  $d_2 = 104$  un  $d_3 = 129$  mm). Lielums  $n=0,25$  labi apraksta arī Cu kārtiņu iegūšanu Ar gāzē spiedienā  $8 \cdot 10^{-3}$  tori [60]. Faktu, ka daļiņu sadalījuma pa leņķiem funkcija maina savu izskatu, mainoties attālumam  $d$ , var skaidrot ar izputināto daļiņu mijiedarbību ar darba gāzes atomiem.

Daļiņu brīvā ceļa garums  $\lambda$  var tikt atrasts:

$$\lambda^{-1} = \sqrt{2\pi n_s a_s^2 + (\pi n_g (a_s + a_g)^2)} / 4\sqrt{1 + m_s/m_g}, \quad (38)$$

kur  $n_s$  ir izputināto atomu skaits un  $n_g$  ir gāzes atomu skaits tilpuma vienībā;  $m_s$ ,  $m_g$ ,  $a_s$  un  $a_g$  ir atbilstošo atomu masas un diametri. Tiek pieņemts, ka  $m_s \ll m_g$ .

Brīvais ceļš izputinātajiem atomiem, kuru kinētiskā enerģija ir daudz augstāka par gāzes atomu termālo enerģiju, ir  $\sim 40$  % garāks par izskaitļoto ar formulu (38) [72]. Brīvā ceļa garums  $\lambda$  izputinātiem Al atomiem izskaitļots no formulas (38) ir 105 mm, kas parāda, ka starpatomu sadursmes ir jāņem vērā, ja  $d = 104$  un 129 mm, kas labi redzams arī zīmējumos 3.3.2.7. un 3.3.2.8. - sakritība nav pārāk laba. Var pieņemt, ka daļiņu plūsma attālumā  $r$  no punkta  $S(x', y', 0)$  samazinās par  $\exp(r/\lambda)$  [73].

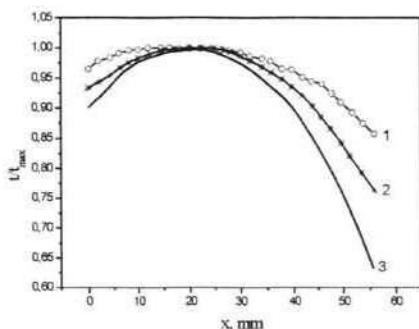
Tabulā 3.3.2.1. ir doti relatīvie kārtiņu uzputināšanas ātrumi  $v/v_{59}$ , kur  $v_{59}$  ir eksperimentālais uzputināšanas ātrums ja  $d=59$  mm, un aprēķinātā relatīvā plūsma  $(dN/d\sigma)/(dN/d\sigma)_{59}$ , kur  $(dN/d\sigma)_{59}$  daļiņu izskaitļotā plūsma, ja  $d=59$  mm, ņemot vērā eksponenciālo faktoru un bez tā.

$d$ , mm	$v/v_{59}$	$(dN/d\sigma)/(dN/d\sigma)_{59}$	
		ar eksponenciālo faktoru	bez eksponenciālā faktora
104	0,17	0,23	0,34
129 nm	0,13	0,12	0,22

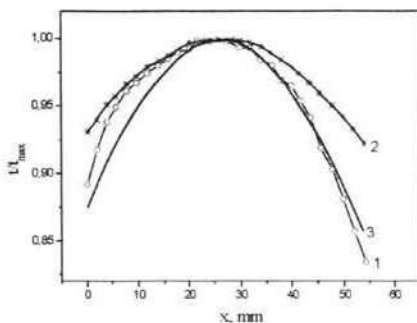
**3.3.2.1. tabula.**

Eksperimentālie un teorētiskie kārtiņu uzputināšanas ātrumi.

Zīmējumā 3.3.2.13. attēlots relatīvais kārtiņu biezums  $t/t_{max}$  kā koordinātas  $x$  un  $y$  funkcija, ja  $d=104$  mm. Ir redzams, ka eksponenciālais faktors ne pārāk daudz maina līkņu izskatu. Acīmredzot, eksponenciālais faktors ir nepietiekams, lai aprakstītu daļiņu sadursmju ietekmi. Tai pat laikā, teorija labi apraksta gadījumu, ja  $d=59$  mm, kad daļiņu sadursmes var neņemt vērā.



(a)



(b)

### 3.3.2.13. zīmējums.

Relatīvais kārtiņu biezums  $t/t_{max}$  kā funkcija no (a) -  $x$ , un (b) -  $y$ , ja  $d=104$  mm: 1 - eksperimentālie dati, 2 - teorētiskie dati neņemot vērā eksponenciālo faktoru, 3 - teorētiskie dati ņemot vērā eksponenciālo faktoru.

Kārtiņu vienmērību var raksturot ar parametru  $\delta$ :

$$\delta = (t_{max} - t_{min}) / (t_{max} + t_{min}), \quad (39)$$

kur  $t_{max}$  un  $t_{min}$  ir maksimālais un minimālais kārtiņas biezums atbilstoši. Eksperimentālais un teorētiskais parametrs  $\delta$  ir redzams 3.3.2.2. tabulā.

$d$ , mm	$\delta$ , %		
	eksperimentālais	teorētiskais ņemot vērā eksponenciālo faktoru	teorētiskais neņemot vērā eksponenciālo faktoru
59	57,8	73,5	66,9
104	19,5	26,9	22,5
129	16,3	19,8	15,9

3.3.2.2. tabula.

Lielums  $\delta$  dažādiem  $d$ .

Tāpat kā no grafikiem, ir redzams, ka eksperimentālie dati labi sakrīt ar teorētiskajiem tuvā attālumā līdz paliktnim. Lai pārbaudītu vidējā un tālā attālumā iegūtu kārtiņu vienmērību, ir jāmaina modelēšanas datorprogramma, ņemot vērā daļiņu izkliedi uz darba gāzes joniem un sprieguma sadalījumu katodos.

### 3.3.3. *Modificētas Peninga šūnas inerto gāzu atsūknēšanas spēja*

Pašreizējā laikā magnētizlādes sūkņi tiek plaši izmantoti augstvakuumā iegūšanai gan rūpnieciskām, gan laboratoriju vajadzībām. Inertās gāzes šādās sistēmās tiek izmantotas dažādām vajadzībām, piemēram, jon-kodināšanai, analizējot materiālu virsmas jonu - jonu emisijā, Ožē - elektron-analizē u.c. [74–80].. Inerto gāzu atsūknēšanai šeit tiek izmantoti vai nu difūzijasūkņi vai turbomolekulārie sūkņi, kuru funkcionēšanai ir nepieciešami arī mehāniskie priekšvakuumā sūkņi. Mūsu rezultāti liecina par to, ka iepriekšminēto sūkņu vietā, kuri patērē elektroenerģiju vidēji par divām kārtām vairāk nekā magnētizlādes sūkņi, var izmantot vienu vai vairākas izlādes šūnas ar oglekļa katodiem, lai atsūknētu Xe no  $10^{-3}$  līdz  $10^{-4}$  tori, pēc kā ir iespējama efektīva sērijveida magnētizlādes sūkņa darbība.

Mūsu laboratorijā augstvakuumā iekārta tiek izmantota plānu kārtiņu iegūšanai. Pirms plēvju uzklāšanas tiek iegūts vakuums  $10^{-9}$  -  $10^{-10}$  tori, izmantojot magnētizlādes sūkņus. Ir vajadzīgs nodrošināt pastāvīgu darba gāzes spiediena uzturēšanu ( $10^{-4}$  tori), kas nodrošina pastāvīgu kārtiņu uzputināšanas ātrumu. Tā kā izmantojamā darba gāze ir inertā gāze (mūsu gadījumā - Xe), tad šeit rodas nopietna problēma - magnētizlādes sūkņus nevar izmantot inertās gāzes atsūknēšanas nestabilitātes dēļ [81]. Citu sūkņu izmantošana nav iespējama, jo tie nedot vajadzīgo retinājuma pakāpi, piesārņo darba kameru vai arī rada lielu darba gāzes patēriņu, kas stipri sadārdzina uzputināšanas procesu, kad Xe tiek izmantots kā darba gāze. Uzputinot oglekļa kārtiņas, tika novērota Xe spiediena samazināšanās. Mēs eksperimentāli parādījām, ka norādītās iekārtas var tikt izmantotas kā vakuumsūkņi Xe atsūknēšanai  $10^{-3}$  -  $10^{-4}$  toru diapazonā.

Atsūknēšanas ātrums tika atrasts pēc pastāvīgā tilpuma metodes [82]. Tiek mērīts spiediens no  $P_1$  līdz  $P_2$  laika intervālā no  $t_1$  līdz  $t_2$  pastāvīgā tilpumā  $V$ . Tad atsūknēšanas ātrumu  $S$  var atrast:

$$S = 2,3[V/(t_2 - t_1)] \lg(P_1/P_2). \quad (40)$$

Eksperimenta gaitā tika veikti vairāki atsūknēšanas cikli, kuros tika novērota Xe atsūknēšana, katodu piesātināšanās un gāzes izdalīšanās process. Izlādes parametri bija sekojoši: izlādes strāva  $I_1 = I_2 = 9,25$  mA, anodspriegums  $U_{a1} = 1,4$  kV,  $U_{a2} = 1,8$  kV. Vakuumkameras tilpums ir  $\approx 30$  l. Eksperimentālo datu apstrāde notika sekojoši: no spiediena atkarības no laika datiem tika iegūta nepārtraukta aproksimējoša funkcija, tālāk, izmantojot šo funkciju ar formulu

(40) tika atrasts atsūkņēšanas ātrums. Zīmējumā 3.3.3.1. redzamajai spiediena  $P$  atkarībai no laika  $t$  aproksimējošā funkcija bija funkcija:

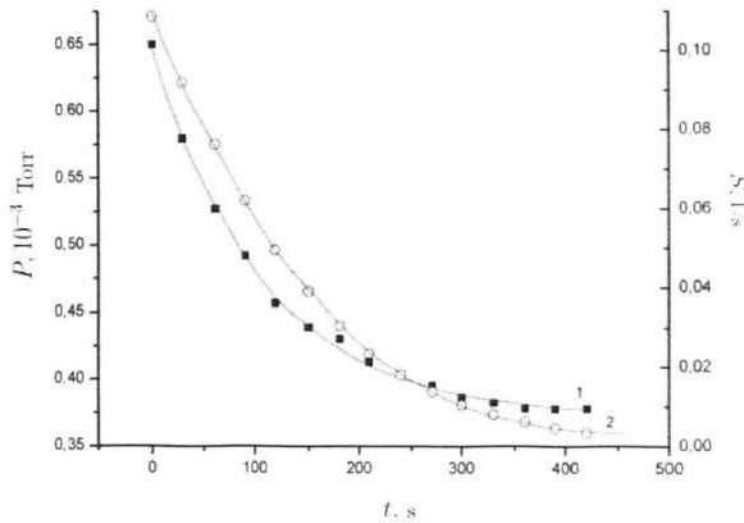
$$P(t) = P_0 + (2A/\pi)[\omega/(4(t - t_0)^2 + \omega^2)], \quad (41)$$

kur  $P_0 = 0,0034$ ,  $t_0 = 482,7713$ ,  $\omega = 1602,07887$ ,  $A = -6.36674$ . Zīmējumā 3.3.3.2. redzamajai atkarībai, atbilstoši:

$$P(t) = A_2 + (A_1 - A_2)/(1 + \exp((t - t_0)/B)), \quad (42)$$

kur  $A_1 = 0,00591$ ,  $A_2 = 0,00037$ ,  $t_0 = -306.172517$ ,  $B = 103,78863$ .

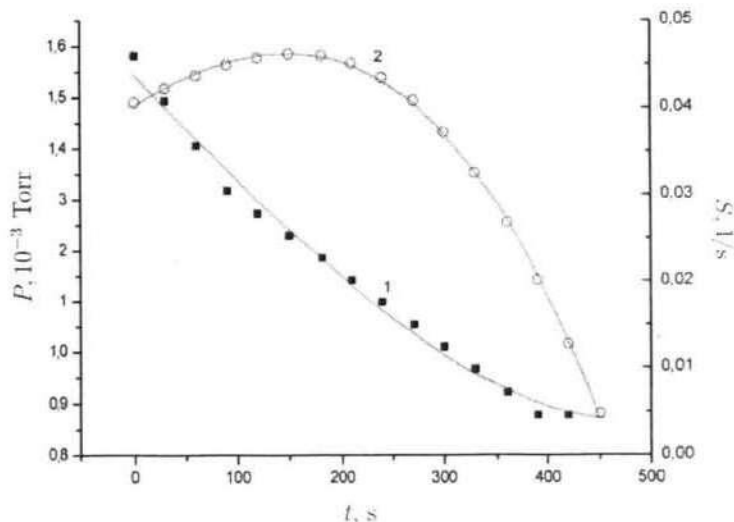
Sākuma spiedienā  $P \approx 1,6 \cdot 10^{-3}$  tori atsūkņēšanas ātrums pirmo piecu minūšu laikā mainījās vāji aptuveni  $0,0045$  l/s līmenī un pēc tam samazinājās līdz nullei, jo pie  $t > 400$  Xe spiediens sasniedza minimālo vērtību  $\approx 0,85 \cdot 10^{-3}$  tori un tālāk nemainījās (zīm. 3.3.3.2.). Sākuma spiedienā  $P \approx 0,65 \cdot 10^{-3}$  (zīm. 3.3.3.1.) atsūkņēšanas ātruma atkarība no laika ievērojami atšķiras no iepriekšējās un beigu spiediens ir  $\approx 0,37 \cdot 10^{-3}$ .



### 3.3.3.1. zīmējums.

Xe spiediena (1) un atsūkņēšanas ātruma (2) izmaiņa laikā, ja sākuma spiediens kamerā -  $\approx 0,65 \cdot 10^{-3}$  tori.

Šādi procesi tika atkārtoti vairākkārt, ar 10 vai vairāk minūšu pārtraukumiem. Visos procesos tika novērota Xe atsūkņēšana. Atsūkņēšanas ātrums pakāpeniski samazinās, līdz notiek pretējs process - Xe izdališanās. Pārtraucot procesu, Xe tālāka izdališanās ir neliela. Kopumā eksperimenta laikā tika atsūkņēts no  $1,93 \cdot 10^{-3}$  līdz  $0,74 \cdot 10^{-4}$  tori. Lielākais atsūkņēšanas ātrums -  $0,158$  l/s.



### 3.3.3.2. zīmējums.

Xe spiediena (1) un atsūkņēšanas ātruma (2) izmaiņa laikā, ja sākuma spiediens kamerā -  $\approx 1,6 \cdot 10^{-3}$  tori.

Izmantojot modificētu Peninga šūnu ar metāla (Co, Mo, Fe, Ti) katodiem, spiediena samazināšanās netika novērota. Ir zināms, ka metāliem ir neievērojami maza inerto gāzu atomu sorbcijas spēja [83].

Magnētizlādes sūkņos aktīvās gāzes tiek atsūknētas vairāku procesu dēļ. Vieglās gāzes, kā ūdeņradis, tiek atsūknētas galvenokārt difundējot gāzes joniem katoda virsmā, kura ir attīrīta jonu bombardēšanas rezultātā, un reaģējot tur ar katoda vielu (visbiežāk - titānu). Smagākās gāzes - slāpekļis un skābeklis - var reaģēt ar katodu virsmu, ietriekties dziļāk katodā un reaģēt tur, vai arī reaģēt ar izputināto katoda vielu uz anoda vai uz sūkņa sienām. Inertās gāzes tiek atsūknētas galvenokārt fiziskās sorbcijas dēļ - ietriecoties katodā. Daļa inertās gāzes jonu var atstaroties no katoda virsmas, izveidojot ātrus neitrālus atomus. Šie atomi tiek "iemūrēti" plēvē, kura veidojas uz anoda, pie tam, šo atomu skaits ir atkarīgs no  $R = m_2/m_1$ , kur  $m_1$  - gāzes jona masa,  $m_2$  - katoda vielas atoma masa, un no jona krišanas leņķa uz katodu. Jo lielāks ir R, vai lielāks ir krišanas leņķis, jo vairāk jonu atstarojas no katoda kā neitrālas daļiņas [84, 85].

Mūsu gadījumā, acīmredzot, Xe atsūknēšanu var izskaidrot ar Xe jonu sorbciju katodu virsmā, difundēšanu, kā arī "iemūrēšanu" oglekļa atomu plēvē, kas izveidojas uz katodiem, jo Xe atommasa (131,30), salīdzinot ar oglekļa atommasu (12,011), ir liela un arī vidējais krišanas leņķis mūsu gadījumā ir neliels, tāpēc

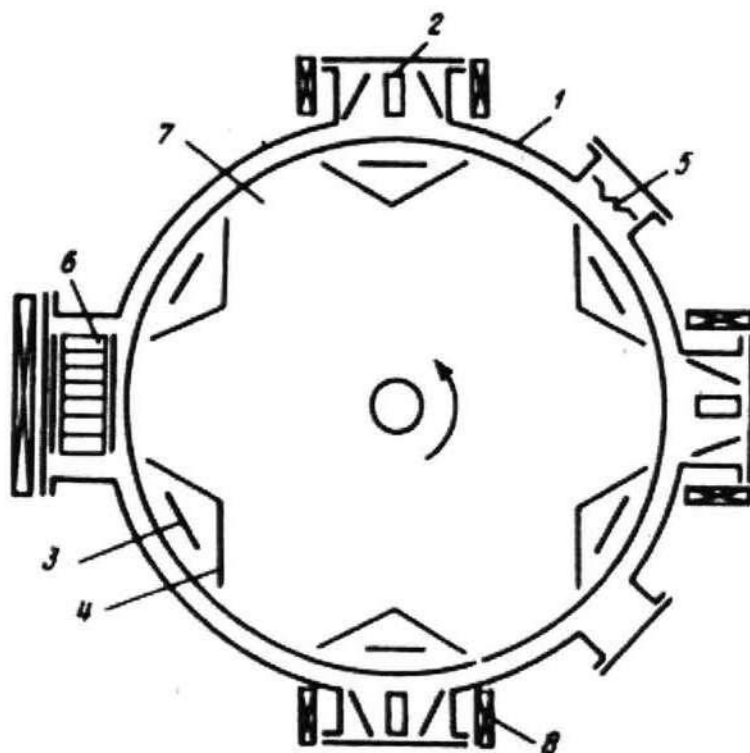
varbūtība atstaroties no katoda ir ļoti niecīga. Mēs izmantojām oglekļa katodus, kuriem ir poraina struktūra. Pietiekoši augstā spiedienā (vairāk par  $10^{-3}$  tori) jonu strāvas sadalījums pa katoda virsmu ir tuvs vienmērīgam [67], un katodus bombardējošo jonu enerģija samazinās. Tādējādi samazinās izputināto oglekļa atomu skaits attiecināts uz vienu jonu. Šī iemesla dēļ pēc izlādes iedegšanās sākotnēji notiek jonu difundēšana katodu pievirsmas slāni un atbilstoša spiediena samazināšanās. Procesam turpinoties uz katoda izveidojošos kārtiņu izputināšanas process dominē pār to veidošanās procesu, kā rezultātā izputinoties katodam notiek agrāk absorbētās gāzes izdalīšanās un atbilstošs spiediena pieaugums. Spiedienā  $10^{-4}$  tori jonu strāvas sadalījums pa katodu virsmu mainās (maksimālais lielums - katoda centrā), uz katodu ejošo jonu enerģija pieaug, kā rezultātā notiek gāzes jonu iemūrēšana oglekļa plēvē perifēriālajos (tālos no centra) katoda apgabalos. Sakarā ar to, jonu sorbcija un iemūrēšana uz katoda izveidojošajās kārtiņās sākotnēji dominē. Tālāk sorbcijas un desorbcijas procesi nolīdzsvarojas, kā rezultātā  $dp/dt$  tiecas uz nulli. Tam par iemeslu ir jonu strāvas samazināšanās un atbilstoši oglekļa atomu skaita samazināšanās, kas ir nepieciešami difundējošo Xe atomu iemūrēšanai. Bez tam, mainās arī attiecība starp jonu sorbciju un iemūrēšanos, jonu plūsma uz katodiem sāk pieaugt un notiek katodu pievirsmas slāņa piesātināšanās ar Xe atomiem, kā arī agrāk absorbētās gāzes izdalīšanās, kā rezultātā desorbcijas process turpmāk sāk dominēt un notiek spiediena pieaugums darba kamerā. Ja pirms izdalīšanās procesu pārtrauc, tad daļa gāzes jonu izlido atpakaļ kamerā, bet daļa difundē dziļāk katoda iekšienē, pie kam, difundējošo jonu skaits ir lielāks nekā izdalījušos, par ko liecina katoda piesātināšanās laika gaitā, kas samazina tā atsūkņēšanas spējas. Tās ir iespējams atjaunot, ja katodus izkarsē vakuumā.

### ***3.3.4. Kārtiņu uzputināšanas metodikas izstrādāšana***

Kārtiņu iegūšanai tika izstrādāta sekojoša metode. Darba gaitā kamerā tiek iegūts augsts vakuums - līdz  $10^{-9}$  tori. Pirmajā etapā kamera tiek atsūkņēta ar ceolītu sūkni vai ar eļļas difūzijasūkni, pēc tam tiek izmantots magnētizlādes sūknis HMД-04. Atsūkņēšanas procesā tiek veikta vakuumkameras karsēšana līdz 423–473 K. Spiediens kamerā tiek noteikts ar jonizācijas vakuummētru ВИ-12, kuram pievienots Alperta - Baijarda jonizācijas devējs.

Kamerā ir novietoti 5 pamatņu turētāji, kas ļauj vienā eksperimenta procesā uzputināt piecu veidu 20 paraugus (uz vienas pamatnes - 4 paraugi) (3.3.4.1. zīm.).





#### 3.3.4.1. zīmējums.

Vakuumkameras YSY -4 šķērs griezumus.

1 - vakuumkameras siena, 2 - uzputināšanas iekārta, 3 - paraugu turētājs, 4 - aizsargvairogs, 5 - atkvēlināšanas iekārta, 6 - Peninga šūnu sūknis, 7 - vakuumkamera, 8 - pastāvīgie magnēti.

Vajadzīgais pamatņu turētājs pretī uzputināšanas iekārtai vakuumā tiek nostādīts ar pagriešanas mehānisma palīdzību. Inertā gāze tiek ielaista ar augstvakuumu adatveida ielaidēju. Inertās gāzes spiediens darba režīmā ir  $7 \cdot 10^{-4}$  tori. Tas tiek regulēts ar modificētu Peninga šūnu ar oglekļa katodiem. Darba gāzes patēriņš ir aptuveni  $3 \cdot 10^{-5}$  litri vienā procesā, tātad līdz pat  $3 \cdot 10^{-6}$  l uz vienu paraugu.

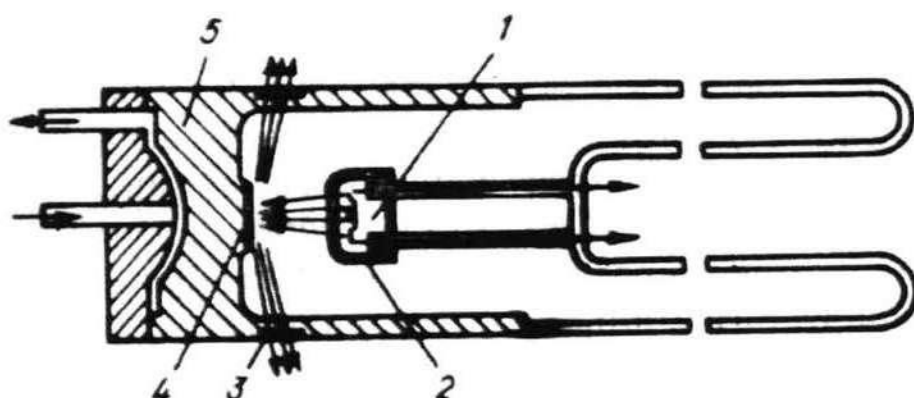
Uzputināšanas iekārta - modificētā Peninga šūna atrodas magnētiskajā laukā, kas ir paralēls paraugu paliktņiem un ir  $\approx 70$  Oe. Katodiem tiek pievadīts spriegums 1,0 - 2,0 kV, bet anodi ir iezemēti. Vielu uzputināšanas ātrumi šādā spiedienā ir 0,4 Å/s - 2,8 Å/s.

## 4. Kārtnu fizikālo īpašību pētīšana un modificēšana

### 4.1. Kārtnu kristalogrāfiskās struktūras pētījumi

#### 4.1.1. Rentgenstruktūranalīzes metodika

Mūsu laboratorijā rentgenstruktūranalīzes veikšanai tiek izmantots rentgen-difraktometrs DRON - 3M. Ierīces pamatsastāvdaļa ir rentgenlampa 2BSV28Cu - aizlodēta elektronlampa (4.1.1.1. zīm.).



##### 4.1.1.1. zīmējums.

Rentgenlampas 2BSV28Cu uzbūve.

1 - katods, 2 - fokusējoša uzdeva, 3 - rentgenstarojuma izlaidšanas logi,

4 - anods, 5 - aizsargcilindrs.

Tā sastāv no stikla balona, kurā ievietoti divi elektrodi: katods - volframa spirāle un anods - masīva vara caurule. Stikla balonā ir augsts vakuums, kas nodrošina brīvu elektronu kustību no anoda uz katodu, katoda siltuma un ķīmisko izolāciju, kā arī neļauj notikt izlādei starp elektrodiem. Katoda izstarotie elektroni paātrinās lampas polu elektriskajā laukā, ietriecas anodā, kur tiek strauji bremsēti, kā rezultātā apmēram 1% to kinētiskās enerģijas tiek pārvērsti rentgenstaros. Izstarotais starojums iedalās "mīkstajā" starojumā ar nepārtrauktu spektru un "cietajā" jeb raksturīgajā starojumā ar dažām spektra līnijām. Mīktais starojums labi absorbējas stiklā, tāpēc rentgenstaru izlaidšanai tiek izmantoti vieglo metālu (berilijs, litijs, bors) sakausējumu vai metāliska berilija logi. Cietā starojuma katrai līnijai atbilst noteikts viļņa garums, kas atkarīgs no anoda materiāla. Šīs līnijas sadalās grupās, kuras sauc par sērijām un apzīmē: *K, L, M*

u.t.t. Vislielākā intensitāte ir  $K$  sērijai, tā satur tikai trīs līnijas ar ievērojamu intensitāti un mazu viļņa garumu. No tām divas visspēcīgākās veido dupletu  $K_{\alpha_1}$  un  $K_{\alpha_2}$ , kas ir salīdzināmi pēc intensitātes:  $K_{\alpha_1} \approx 2K_{\alpha_2}$ . Bieži difrakcijas ainā dupletu nevar izšķirt, tad par viļņa garumu pieņem:

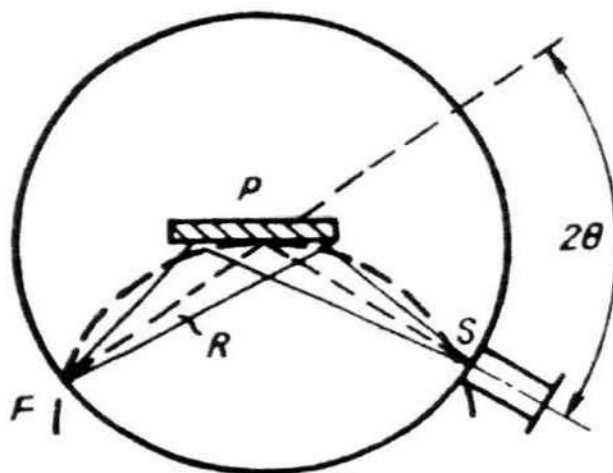
$$\frac{2\lambda_{K_{\alpha_1}} + \lambda_{K_{\alpha_2}}}{3}, \quad (43)$$

kur  $\lambda_{K_{\alpha_1}}$  - līnijas  $K_{\alpha_1}$  viļņa garums,  $\lambda_{K_{\alpha_2}}$  - līnijas  $K_{\alpha_2}$  viļņa garums.

Trešā līnija šajā sērijā tiek saukta par  $K_{\beta}$ , tās viļņa garums ir mazāks par 10%, bet intensitāte ir 1/7 no  $K_{\alpha_1}$  intensitātes.

Par rentgenlampas barošanas avotu izmanto barošanas ierīci, kas vienlaicīgi ir arī difraktometra operatīvais galds. Uz šī galda ir novietots mehānisms, kas saista rentgenlampu ar goniometru un aizsargapvalku. Lampas spraugas tuvumā ir iebūvēts rentgenstarojuma izejas aizbīdnis. Lampai tiek pievadīts spriegums 30 kV un strāva 25 mA.

Lai iegūtu difrakcijas ainu jeb difraktogrammu - difragētā stara intensitātes maksimumu atkarību no difrakcijas leņķa, mūsu iekārtā tiek izmantota kvazifokusējošā Brega - Brentano (4.1.1.2. zīm.) shēma.



4.1.1.2. zīmējums.

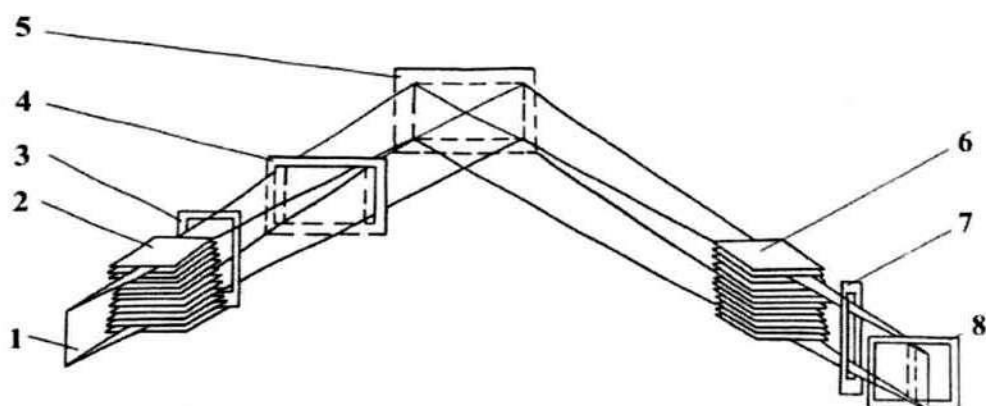
Kvazifokusējošā Brega - Brentano shēma.

$F$  - rentgenlampas fokuss,  $P$  - paraugs,  $S$  - detektora sprauga,  $R$  - goniometra rādiuss.

Tā pamatojas uz ievilkto leņķu, kuri balstās uz vienu un to pašu loku, vienādību: rentgenlampas fokusam  $F$ , reģistrējošā detektora spraugai  $S$  un plakanam paraugam  $P$  jāatrodas uz vienas riņķa līnijas. Pagriežot paraugu par leņķi  $\Theta$ , ir nepieciešama detektora spraugas pārvietošanās pa goniometra riņķa līniju par

leņķi  $2\theta$ , tas nozīmē, ka parauga leņķiskās kustības ātrumam ir jābūt divas reizes mazākam nekā detektoram.

Šajā fokusēšanas shēmā fokusēšana notiek tikai vienā - horizontālā plaknē. Vertikālā plaknē (perpendikulārai 4.1.1.2. zīmējuma shēmai) fokusēšanās nenotiek, tāpēc kūļa izkliede šajā virzienā ir jāierobežo, lai samazinātu tā ietekmi uz difrakcijas maksimuma profilu un atrašanās vietu. Ierobežošanu var veikt ar Sollera spraugām (paralēli novietotu plāksnīšu sistēma) un ar horizontālu spraugu palīdzību, kuras ierobežo kūlīša augstumu (4.1.1.3. zīm.).



**4.1.1.3. zīmējums.**

Difraktometra DRON - 3M rentgenoptiskā shēma.

- 1 - rentgenlampas fokuss; 3,7 - horizontāli ierobežojošas spraugas; 2,6 - Sollera spraugas;  
4,8 - vertikāli ierobežojošas spraugas; 5 - paraugs.

Difragētais starojums iziet caur sekundāro Sollera spraugu sistēmu un analītisko spraugu un nokļūst detektorā.

Kā detektors tiek izmantots scintilāciju skaitītājs, signāls no kura nonāk blokā KUD-1, kur tiek pastiprināts, tiek veikta amplitūdu selekcija dažādu blakusparādību novēršanai un tālāk tiek izmantots kā informācijas signāls impulsu skaitīšanas ātruma noteikšanai. Signāls tālāk tiek novadīts uz datoru, kur informācija tiek saglabāta failos un veikta turpmāka datu apstrāde.

#### **4.1.2. *Difraktometrisko datu apstrādes datorprogrammas izstrāde***

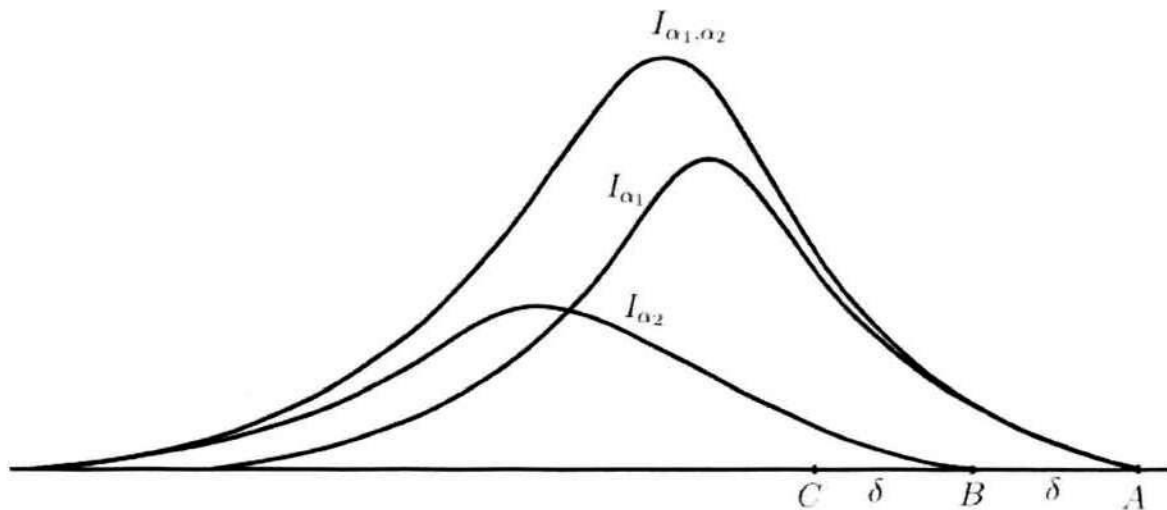
Difraktometrisko datu apstrādei tika izveidota datorprogramma, ar kuras palīdzību var tikt veikta iegūto difrakcijas maksimumu apstrāde: dupleta sadalīšana, starpplakņu attāluma noteikšana, integrālā platuma noteikšana, polikristālisko bloku izmēru un mikrodeformāciju noteikšana.

Iepriekš tika minēta problēma par dubleta  $K_{\alpha_1}$  un  $K_{\alpha_2}$  līniju pārklāšanos difrakcijas ainā, kas apgrūtina precīzu difrakcijas maksimuma leņķa noteikšanu. Viena no šo līniju atdalīšanas metodēm ir Rečingera [86] metode, kas balstās uz sekojošiem pieņēmumiem:

1. eksperimentālās līknes intensitātes sadalījums ir līkņu  $I_{\alpha_1}$  un  $I_{\alpha_2}$  summēšanās (4.1.2.1. zīm.);
2. divu dubleta komponentu intensitātes attiecas kā 2/1 un savstarpēji nobīdītas par leņķi  $\delta(2\Theta)$ , kuru var atrast:

$$\delta(2\Theta) = 2(\lambda_{\alpha_2} - \lambda_{\alpha_1}) \frac{\tan \Theta_{max}}{\lambda_{\alpha_1}}, \quad (44)$$

kur  $\lambda_{\alpha_1}$  - līnijas  $K_{\alpha_1}$  viļņa garums,  $\lambda_{\alpha_2}$  - līnijas  $K_{\alpha_2}$  viļņa garums,  $\Theta_{max}$  - leņķis, kurš atbilst eksperimentālās līknes difrakcijas maksimumam.



4.1.2.1. zīmējums.

Difrakcijas līkņu sadalīšana.

Interferences līkne  $I_{\alpha_2}$  ir precīzs līknes  $I_{\alpha_1}$  atveidojums, tikai ar divreiz samazinātām ordinātām un tā ir nobīdīta attiecībā pret līkni  $I_{\alpha_1}$  par leņķi  $\delta(2\Theta)$ . Ja  $(2\Theta)$  ir funkcija, kas nosaka intensitātes sadalījumu līknē, tad funkcijai, kura noteiks intensitātes sadalījumu pārklātās līknēs  $I_{\alpha_1}$  un  $I_{\alpha_2}$ , ir sekojošs izskats:

$$I(2\Theta) = i(2\Theta) + \frac{1}{2}i(2\Theta - \delta). \quad (45)$$

Dubleta dalīšanu sāk no abscisas  $2\Theta_1$  (4.1.2.1. zīm.), kura atrodas interferences līknes krustošanās punktā ar fona līniju A. Šajā punktā var pieņemt, ka

$I(2\theta - \delta) = 0$ , līdz ar to  $I(2\theta) = i(2\theta_1)$ . Šis pieņēmums ir spēkā, līdz sasniedzam leņķi  $2\theta_1 + \sigma$ . Eksperimentālo līkni šajā apgabalā nosaka tikai līknes  $I\alpha_1$  intensitātes sadalījums. Pamatojoties uz to, var konstruēt līkni  $\frac{1}{2}i(2\theta - \delta)$ . Sadalīsim abscisu zem eksperimentālās līknes vienādās daļās. Šāda sadalījuma gadījumā katram punktam, kas atrodas virs nogriežņa  $AB$ , nosaka ordinātas  $i(2\theta)$ , dala tās uz pusēm un atliek šos lielumus attālumā  $\delta(2\theta)$ . Šo operāciju turpina līdz punktam B. Pēc šī punkta summārā līkne  $I(2\theta)$  ir divu līkņu  $i(2\theta)$  un  $\frac{1}{2}i(2\theta - \delta)$  pārklājums. Tad intervālā  $BC$  atņem no eksperimentālās līknes ordinātām jau konstruētās (intervālā  $AB$ ) ordinātas  $\frac{1}{2}i(2\theta - \delta)$  un konstruē līkni  $I\alpha_1$  līdz galam. Šīs līknes ordinātas dala uz pusēm un atliek attālumā  $\delta(2\theta)$  konstruējot līkni  $I\alpha_2$ . Šādā veidā notiek pilnīga dupleta atdalīšana. Izmantojot Brega vienādojumu:

$$2d_{HKL} \sin \Theta = \lambda, \quad (46)$$

kur  $d_{HKL}$  - starpplakņu attālums,  $\lambda$  - rentgenstara viļņa garums,  $\Theta$  - difrakcijas leņķis, var noteikt starpplakņu attālumu, ņemot atdalīto līkņu maksimumu leņķus un atbilstošos viļņa garumus. Indeksi  $HKL$  ir interferences indeksi, kuri ir vienādi ar plakņu kopas indeksu  $hkl$ , atstarojums no kurām rada doto līkni rentgenogrammā, reizinājumu ar atstarojuma kārtu  $n$ :  $H = nh$ ;  $K = nk$ ;  $L = nl$ . Zinot dotās līknes indeksus  $HKL$ , var noteikt, no kādām plaknēm un kuras kārtas atstarojums tas ir.

Starpplakņu attālumu var noteikt arī izmantojot eksperimentālās līknes smaguma centru [87]. Leņķi, kurš atbilst šim centram, atrod:

$$2\theta = \frac{\sum_{i=1}^N I(i)T(i)}{\sum_{i=1}^N I(i)} + 2\theta_1, \quad (47)$$

kur  $I(i)$  -  $i$ -tā līknes punkta intensitāte,  $T(i)$  -  $i$ -tā punkta leņķis,  $2\theta_1$  - leņķis, kurā difrakcijas profils pārklājas ar fonu.

Šo leņķi ievieto formulā (46), par viļņa garumu ņemot vērtību, ko atrod pēc formulas (43).

Difrakcijas maksimuma līknes platums ir svarīgs lielums, kurš ir atkarīgs gan no polikristālisko bloku izmēriem, gan mikrodeformācijām, gan citiem lielumiem. Tā kā līknes platuma noteikšana ir apgrūtināta līknes saplūšanas ar fonu dēļ, tiek

ieviests jēdziens *integrālais platums* [88]. To var atrast pēc formulas (48):

$$\beta(2\Theta) = \frac{\int_{2(\Theta_m - \varepsilon)}^{2(\Theta_m + \varepsilon)} I(2(\Theta_m \pm \varepsilon)) d(2\varepsilon)}{I_{max}(2\Theta_m)}, \quad (48)$$

kur  $\beta(2\Theta)$  - līknes integrālais platums,  $I_{max}(2\Theta_m)$  - maksimuma intensitāte,  $2\Theta_m$  - maksimālās intensitātes leņķis,  $I(2(\Theta_m \pm \varepsilon))$  - funkcija, kas apraksta intensitātes sadalījumu pa leņķiem  $2\Theta$ .

Lielums  $\int_{2(\Theta_m - \varepsilon)}^{2(\Theta_m + \varepsilon)} I(2(\Theta_m \pm \varepsilon)) d(2\varepsilon)$  ir difrakcijas līknes laukums. Šo laukumu tuvināti var atrast kā daudzu trapeču summu. Ja līknes punktu skaits ir liels, tad šī metode ir pietiekoši precīza.

Ja paraugs ir bez mikrodeformācijām (mikrodeformācijas -  $\frac{\Delta d}{d}$ , kur  $d$  - starplakņu attālums), un līknes instrumentālais platums (līknes platums, ko nosaka virkne citu faktoru - sākotnējā kūļa izkliede, rentgenstaru iespiešanās paraugā dziļums, kūļa dabiskais platums u.c.) ir salīdzinoši mazs, tad parauga bloku lielumu var noteikt pēc Seļakova [88] formulas:

$$\beta(2\Theta) = \frac{\lambda}{D \cos \Theta_m}, \quad (49)$$

kur  $D$  - parauga bloku lielums.

Savukārt, ja parauga bloku izmēri ir lieli un difrakcijas maksimuma līknes platumu ietekmē tikai mikrodeformācijas, tad tās var atrast no formulas (50):

$$\beta(2\Theta) = 4 \frac{\Delta d}{d} \tan \Theta_m. \quad (50)$$

Reālos gadījumos integrālais platums ir platums  $B$ , kas ir atkarīgs gan no difrakcijas platuma  $\beta$ , gan no instrumentālā platuma  $b$ . Un difrakcijas platums  $\beta$ , savukārt, ir atkarīgs gan no bloku izmēra, gan mikrodeformācijām. Šādā gadījumā, vispirms ir jāiegūst instrumentālais platums  $b$ . Šim nolūkam izgatavo etalonparaugu, kura bloku izmēri ir lieli (virs  $1 \mu\text{m}$ ) un tajā nav mikrodeformāciju. Šādu paraugu var iegūt, izgatavojot to no tā paša materiāla, kā pētāmais paraugs, un labi atkvēlinot to. Šī etalonparauga integrālais platums arī būs platums  $b$ . Pieņemsim, ka eksperimentālo līkni apraksta funkcija  $h(x)$ , instrumentālo līkni -  $g(x)$ , bet funkcija  $f(x)$  apraksta difrakcijas līkni, jeb līkni, kuru iegūtu bez instrumentālā līknes paplašinājuma ietekmes. Šeit  $x = \Delta(2\Theta)$  - attālums no līknes maksimuma līdz apskatāmajam punktam. Tad saikni starp  $B$ ,  $b$  un  $\beta$  var izteikt:

$$\frac{\beta}{B} = \frac{\int f(x)g(x)dx}{\int g(x)dx}, \quad (51)$$

$$\frac{b}{B} = \frac{\int f(x)g(x)dx}{\int f(x)dx}. \quad (52)$$

Ja ir zināmas funkcijas  $g(x)$  un  $f(x)$ , tad var atrast  $\beta/B$  un  $b/B$ . Bet eksperimentāli var noteikt tikai  $g(x)$  un  $h(x)$ , un  $f(x)$  ir atkarīga gan no bloku izmēra, gan mikrodeformācijām. Tāpēc dažādu faktoru ietekmes sadalīšanai izmanto vai nu aproksimāciju metodi, vai harmonisko analīzi [88].

Aproksimāciju metode balstās uz funkciju  $g(x)$  un  $f(x)$  izvēli. Sākotnēji ir nepieciešams atrast līknes  $f(x)$  integrālo platumu.

Parasti difrakcijas līknēm atbilst sekojoša veida funkcijas:  $e^{-\alpha x^2}$ ;  $\frac{1}{1+\alpha x^2}$  vai  $\frac{1}{(1+\alpha x^2)^2}$ . Var pieņemt, ka funkcijas  $g(x)$  un  $f(x)$  ir Gausa funkcijas:  $g(x) = e^{-k_2^2 x^2}$  un  $f(x) = e^{-k_1^2 x^2}$ , tad no (51) un (52) seko:

$$b = \int g(x)dx = \frac{\sqrt{\pi}}{k_2}, \quad \beta = \int f(x)dx = \frac{\sqrt{\pi}}{k_1},$$

$$\frac{\beta}{B} = \frac{k_2}{\sqrt{k_1^2 + k_2^2}}, \quad \frac{b}{B} = \frac{k_1}{\sqrt{k_1^2 + k_2^2}},$$

no šejienes

$$b^2 + \beta^2 = B^2. \quad (53)$$

Atbilstošās formulas, ja tiek izvēlētas citas funkcijas, dotas tabulā 4.1.2.1.

$g(x)$	$f(x)$	Sakarība starp $b$ , $B$ un $\beta$
$e^{-k_2^2 x^2}$	$e^{-k_1^2 x^2}$	$\beta/B = \sqrt{1 - b^2/B^2}$
$\frac{1}{(1+k_2 x^2)^2}$	$\frac{1}{1+k_1 x^2}$	$\beta/B = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{4b}{B} + \sqrt{3\frac{b}{B} + 1} \right)$
$\frac{1}{1+k_2 x^2}$	$\frac{1}{(1+k_1 x^2)^2}$	$\beta/B = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{b}{B} + \sqrt{1 - \frac{b}{B}} \right)$
$\frac{1}{1+k_2 x^2}$	$\frac{1}{1+k_1 x^2}$	$\beta/B = 1 - b/B$
$\frac{1}{(1+k_2 x^2)^2}$	$\frac{1}{(1+k_1 x^2)^2}$	$B = \frac{(b+B)^2}{(b+B)^3 + bB}$

4.1.2.1. tabula.

Formulas lielumu  $b$ ,  $B$  un  $\beta$  atrašanai.

Eksperimentāli nosakot  $B$  un  $b$  ir jāveic  $K_\alpha$  dupleta sadalīšana, jo līnijas  $K_\alpha$  nemonohromatisma dēļ tās forma mainās.

Ja ir atrasts  $\beta$ , tad var atrast bloku izmērus pēc formulas (49) vai mikrodeformācijas pēc formulas (50), ja difrakcijas paplašinājums notiek tikai bloku izmēru vai mikrodeformāciju dēļ atbilstoši. Ja līknes paplašināšanās notiek abu faktoru dēļ, tad jāveic šo efektu atdalīšana. Šeit var izmantot 4.1.2.1. tabulā dotās formulas, tikai  $B$  vietā ir jāievieto  $\beta$ ,  $b$  vietā -  $m$  (integrālais platumš, ko rada



bloku izmēri) un  $\beta$  vietā -  $n$  (integrālais platums, ko rada mikrodeformācijas). Šoreiz ir zināms tikai lielums  $\beta$ , bet ir divi nezināmie -  $m$  un  $n$ . Tādēļ ir jāiegūst atbilstošo plakņu pirmās un otrās kārtas atstarojumu integrālie platumi  $\beta_1$  un  $\beta_2$ , tad, rēķinot divu vienādojumu sistēmu, var atrast nepieciešamos lielumus [88].

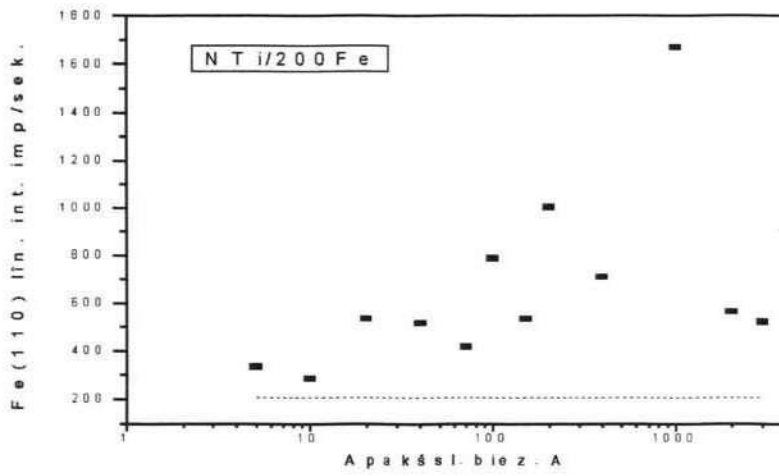
### **4.1.3. Kristalogrāfiskās struktūras pētījumu rezultāti.**

Pašreizējā laikā vairākos darbos eksperimentāli ir noteikts, ka kārtiņu, kuras iegūtas ar vakuuma metodēm, kristāliskā struktūra ir atkarīga no apakšslāņa veida starp paliktņi un uzklājamo plēvi [30–33]. Mēs noskaidrojām, ka dzelzs kārtiņu kristalogrāfiskā struktūra arī ir atkarīga no apakšslāņa veida.

Kristāliskā tekstūra tika noteikta salīdzinot mūsu datus ar atbilstošiem haotiski orientētu pulverveida paraugu datiem (ASTM FILES). Tika analizēta Fe atbilstošo difrakcijas maksimumu intensitāte, pie tam tika iegūti difrakcijas maksimumi vismaz no četriem vienādiem paraugiem visu veidu kārtiņām un atrastas maksimumu intensitāšu vidējās vērtības. No iegūtās difraktogrammas tika iegūti arī kārtiņu starpplakņu attālumi pēc formulas (46).

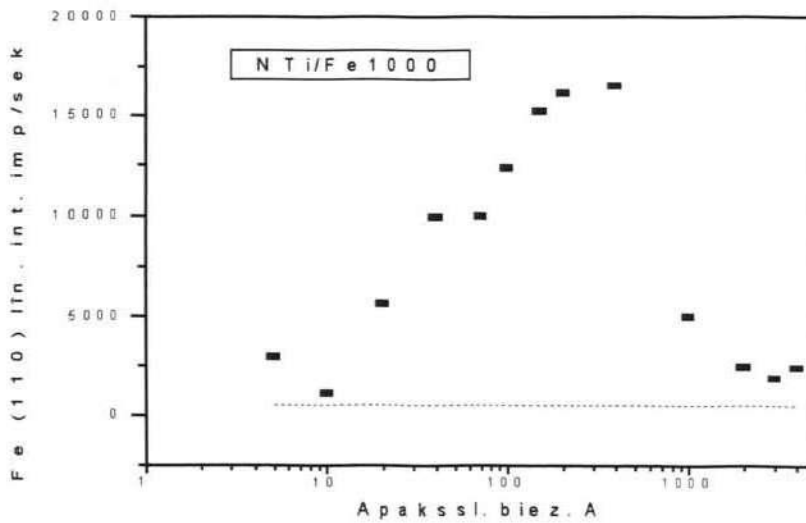
Šajos mērījumos  $K_\alpha$  duplets netika sadalīts, jo nebija nepieciešama ļoti precīza starpplakņu attāluma noteikšana. Tika izmantota  $\lambda$  vērtība, kuru atrod pēc formulas (43).

Dzelzs kārtiņu difraktogrammās tika reģistrēti tikai difrakcijas maksimumi [110] un to otrā kārtā [220]. Tas liecina par to, ka kārtiņām ir spēcīga plakņu {110} noteicošā orientācija (kristalogrāfiskā tekstūra) paralēli paliktņa virsmai. Līdz ar to, Fe kārtiņu tekstūras pakāpi un struktūras defektu koncentrāciju (kristāliskās struktūras pilnīguma pakāpi) vienam un tam pašam kārtiņu biežumam var raksturot ar difrakcijas maksimumu intensitāti [88]. Fe difrakcijas maksimumu [110] intensitātes atkarība no apakšslāņa biežuma redzamas sekojošajos zīmējumos (4.1.3.1. - 4.1.3.6.). Punktētā līnija rāda Fe difrakcijas maksimuma [110] intensitāti bez apakšslāņa.



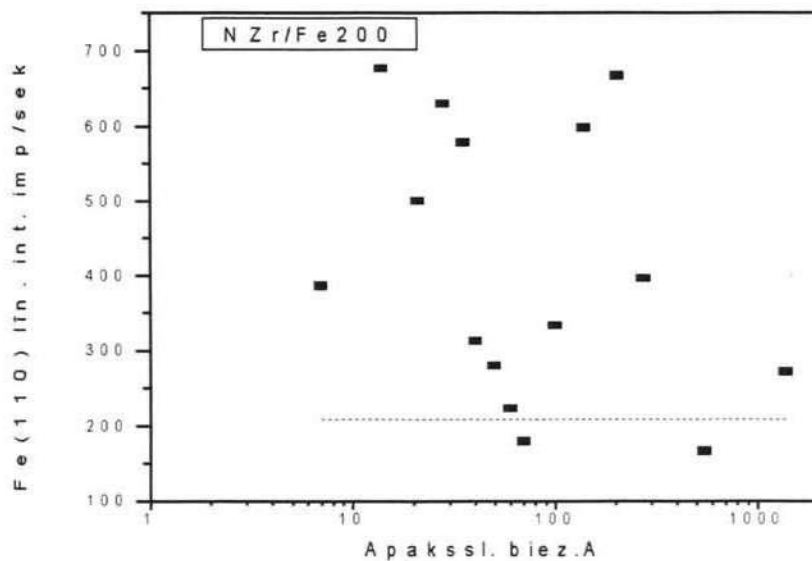
#### 4.1.3.1. zīmējums.

20 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Ti apakšslāņa.



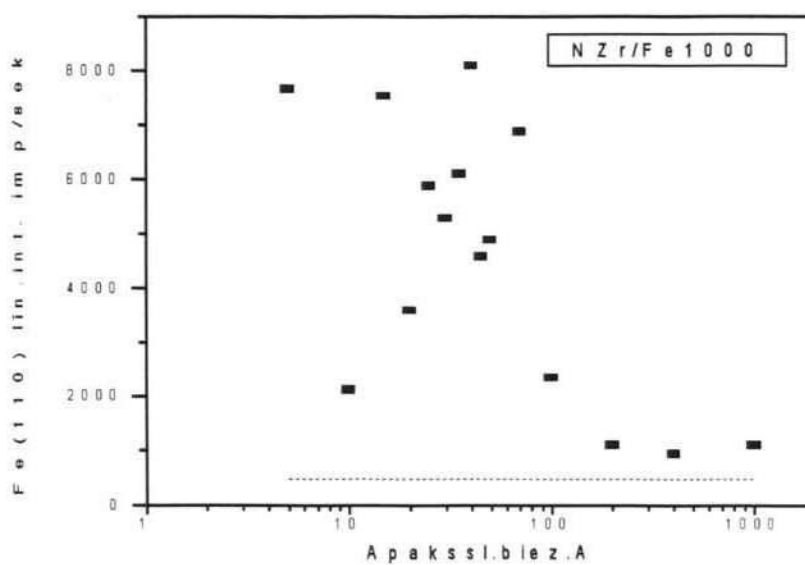
#### 4.1.3.2. zīmējums.

100 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Ti apakšslāņa.



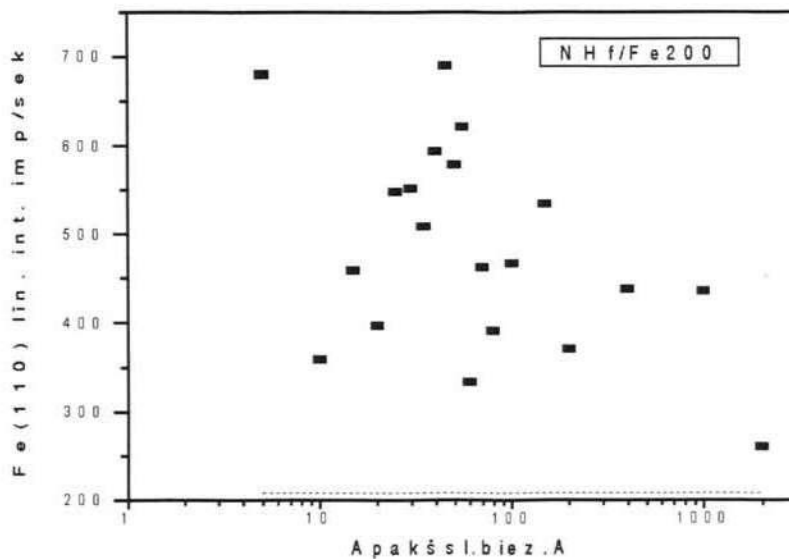
#### 4.1.3.3. zīmējums.

20 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Zr apakšslāņa.



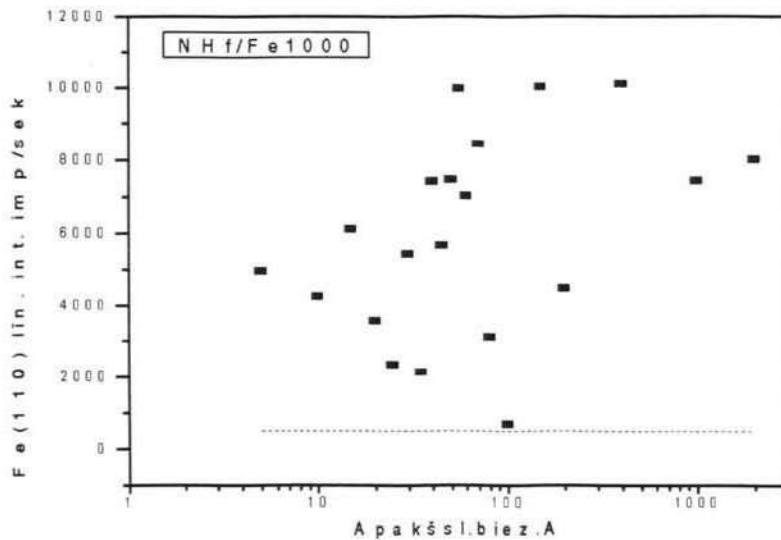
#### 4.1.3.4. zīmējums.

100 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Zr apakšslāņa.



#### 4.1.3.5. zīmējums.

20 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Hf apakšslāņa.



#### 4.1.3.6. zīmējums.

100 nm biezas Fe kārtiņas [110] difrakcijas maksimuma intensitātes atkarība no Hf apakšslāņa.

Kā redzams, likumsakarīga Fe [110] difrakcijas maksimuma intensitātes izmaiņa ir novērojama tikai kārtiņai ar Ti apakšslāni. Izmantojot citu metālu apakšslāņus likumsakarīga izmaiņa nav novērojama. Tomēr, visos gadījumos Fe [110] difrakcijas maksimuma intensitāte ir lielāka, ja dzelzs uzklāts uz apakšslāņa. Tas ir izskaidrojams ar to, ka apakšslānim arī ir kristalogrāfiska tekstūra, kas iespaido Fe kārtiņas augšanu. Mēs atradām, ka Hf apakšslānim ir tekstūra {002}, Zr - {100} un {002}. Ti apakšslāņa gadījumā difrakcijas maksimuma intensitāte bija ļoti vāja, un nebija iespējams raksturot tekstūru.

Mūsu rezultāti rāda, ka Fe kārtiņām un arī apakšslāņiem ar vienādiem parametriem, kas ir iegūti vienā uzputināšanas procesā, ir liela atšķirība starp atbilstošo difrakcijas maksimumu intensitāšu vērtībām. Tas liecina par to, ka kārtiņas tekstūras formēšanai un struktūras defektu koncentrācijai ir gadījuma raksturs. Tai pašā laikā mēs ieguvām skaidru augšējā slāņa difrakcijas maksimumu intensitātes atkarību no apakšslāņa maksimumu intensitātes. 4.1.3.1. tabulā ir parādīta sakarība starp 100 nm Fe kārtiņu difrakcijas maksimuma [110] intensitāti un 100 nm Zr un 100 nm Hf atbilstošajiem difrakcijas maksimumiem. Doto kārtiņu Fe/Zr un Fe/Hf paraugi tika iegūti vienā atbilstošajā uzputināšanas procesā. Redzams, ka veidojas Zr un Hf apakšslāņi ar atšķirīgu atbilstošo difrakcijas maksimumu (DM) intensitāti, kas ietekmē augšslāņa (Fe) maksimuma intensitāti.

	Zr [100] DM int. imp/sek	Fe [110] DM int. imp/sek	Hf [002] DM int. imp/sek	Fe [110] DM int. imp/sek
1.paraugs	500,0	708,3	1500,0	4583,3
2.paraugs	66,6	416,6	458,3	2083,3

#### 4.1.3.1. tabula.

100 nm biezas Fe kārtiņas difrakcijas maksimuma (110) atkarība no apakšslāņa atbilstošajām intensitātēm.

Apakšējā slāņa struktūras veidošanās gadījuma raksturs un kristāliskās struktūras pilnīguma pakāpes lielā ietekme uz augšējo slāni, viena un tā paša apakšslāņa gadījumā, neļauj atrast sakarību starp apakšslāņa materiālu, tā biežumu un Fe kārtiņu kristāliskās struktūras pilnīgumu.

## 4.2. Termiskās apstrādes ietekme uz kārtiņu īpašībām

Pārklājumu termoapstrādei jeb atkvēlināšanai ir liela nozīme to īpašību modificēšanā un veidošanā. Atkvēlināšana ietekmē virkni pārklājumu īpašību – vadītspēju, spriegumu, deformāciju, kristālisko tekstūru, izraisa dažādas fāzu pārejas u.t.t. [89–94] Liela daļa šo parādību ir saistītas ar defektu skaita samazināšanos atkvēlināšanas procesā.

Galvenie teorētiskie aspekti, kas saistīti ar defektu atkvēlināšanu, tika apskatīti darbā [95]. Teoriju, kas apskata plānu kārtiņu īpatnējās pretestības maiņu, ko izsauc defektu atkvēlināšana, pētīja Vends. Viņš izvirza nosacījumu, kas apgalvo, ka deformāciju, kuras samazināšanās ir novērojama atkvēlināšanas laikā, rada vakances un starpmezglu defekti, kas atrodas tuvu viens otram. Lai šie defekti saplūstu un līdzsvarotos, ir nepieciešama raksturīgā enerģija  $E$ . Tiek uzskatīts, ka enerģija, kas nepieciešama, lai defekti pārvietotos viens pie otra, ir ļoti neliela. Šī enerģija var mainīties no nulles līdz aktivācijas enerģijai, kas nepieciešama pašdifūzijai [54].

Atkvēlināšana ietekmē arī difūzijas norisi kārtiņās [96–98]. Tiek uzskatīts, ka plānās kārtiņās ar graudu izmēru apmēram 100 nm pārsvarā notiek difūzija pa graudu robežām [99–101]. Bet polikristāliskos paraugos graudu robežām bieži ir minimāla enerģija, kā rezultātā atkvēlināšana var stipri ietekmēt kristalogrāfisko tekstūru un veicināt daudzslāņu sistēmu sajaukšanos [102].

Nemot vērā to, ka tādās daudzslāņu kārtiņās slāņu biezums ir neliels (daži simti nm), lai nenotiktu slāņu termostimulēta sajaukšanās plēvju iegūšanas procesa laikā, pamatnes temperatūra ir tuva istabas temperatūrai, vai nedaudz pārsniedz to. Sakarā ar to, svarīgi ir izpētīt daudzslāņu sistēmas termisko stabilitāti un termiskās atkvēlināšanas ietekmi uz kārtiņu īpašībām.

### 4.2.1. *Atkvēlināšanas vakuumā ietekme uz kārtiņu kristalogrāfisko tekstūru*

Ir iegūtas grūti kūstošu metālu W, Mo, kā arī Fe un Ni plānās kārtiņas biežumu diapazonā 50 - 500 nm, veikta to atkvēlināšana 20 min līdz 1 h vakuumā ( $\sim 10^{-6}$  tori) pie dažādām temperatūrām diapazonā (573-773)K. Ar difrakto metru tika veikta paraugu rentgenstruktūranalīze.

Grūti kūstošo metālu paraugu atkvēlināšana radīja difrakcijas maksimumu stāvokļa izmaiņas, platuma samazināšanos (struktūras defektu samazināšanos), to intensitātes palielināšanos un neietekmēja kristalogrāfiskās tekstūras tipu, bet,

atkvēlinot Fe plēves, notika ne tikai norādītās izmaiņas, bet arī tekstūras izmaiņas, t.i., koherentās izkliedes bloku pārorientācija. Tā, piemēram, 500 nm biežai Fe kārtiņai pirms atkvēlināšanas tika novērots maksimums [110] (zīm. 4.2.1.1. (a)), bet pēc atkvēlināšanas šis maksimums vairs netika novērots, toties, parādījās intensīvs maksimums [200] (zīm. 4.2.1.1. (b), (c)).

Tāpat tika novērota rentgendifrakcijas maksimumu intensitātes nelineāra atkarība no plēves biezuma tās atkvēlinot. Tā, piemēram, pie 673 K un 773 K atkvēlinātai 70 nm Fe kārtiņai difrakcijas maksimumu intensitāte ir augstāka kā 100 nm un 200 nm plēvēm pie tādām pašām temperatūrām (skat. tabulu 4.2.1.1.).

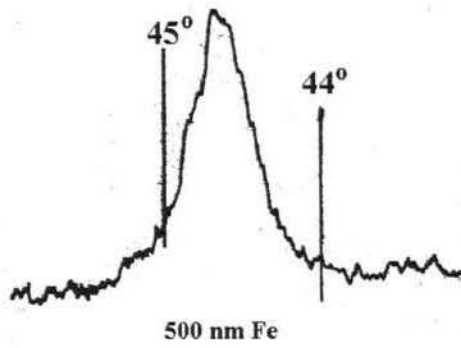
Biezums	Difrakcijas maksimumu relatīvā intensitāte							
	[200]				[110]			
	neatkv.	573 K	673 K	773 K	neatkv.	573 K	673 K	773 K
70 nm	0	104	840	1808	0	0	0	0
100 nm	0	140	444	616	0	0	0	0
200 nm	164	336	752	1184	0	0	0	0
500 nm	200	324	3440	16800	360	440	0	0

4.2.1.1. tabula.

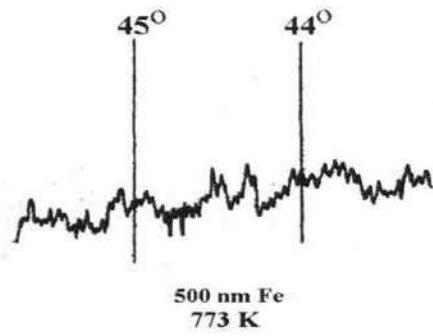
Fe kārtiņu difrakcijas maksimumu relatīvā intensitāte.

Novērotajām īpatnībām par iemeslu varētu būt kristalītu augšanas īpatnības. Acīmredzot vispirms izputinātā viela uz pamatnes nogulsņējas amorfā plānā slānī, uz kura veidojas kristalītu slānis (200). Uz šī kristalītu slāņa var veidoties nākošais slānis ar citu tekstūru (110). Ja virsējais slānis (110) ir pietiekoši plāns, kā tas ir 70 nm plēves gadījumā, tad slānis (200) ir spējīgs vairākkārtīgi uzlabot savu teksturizācijas pakāpi. 100 nm un 200 nm biezu plēvju gadījumā nākošais slānis (110) vēl nav pietiekami biezs, lai to novērotu ar rentgendifraktometra palīdzību, bet ir par iemeslu sliktākai plēves teksturizācijas pakāpei. Atkvēlinātu Fe plēvju difraktogrammu īpatnība ir arī  $K_{\alpha}$  dupleta sašķelšanās difrakcijas maksimumiem (200), kas liecina par augstu defektu atkvēlināšanās pakāpi atbilstošās tekstūras kristalītos.

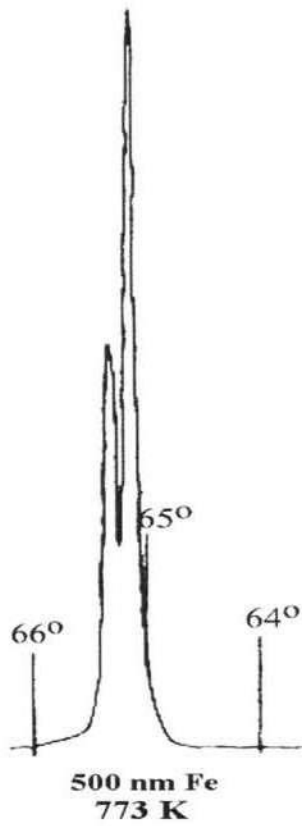
Ni kārtiņām šāda veida tekstūras maiņa netika novērota. Tika iegūts tikai maksimums [111], kura intensitāte pieauga un integrālais platums samazinājās (skat tabulu 4.2.1.2.), pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai, kas liecina par defektu atkvēlināšanos un teksturizācijas (kristalītu orientēšanās vienā virzienā) palielināšanos.



(a)



(b)



(c)

4.2.1.1. zīmējums.

500 nm Fe kārtiņas difrakcijas maksimumi (a) - pirms atkvēlināšanas [110], (b) - pēc atkvēlināšanas [110], (c) -pēc atkvēlināšanas [200].

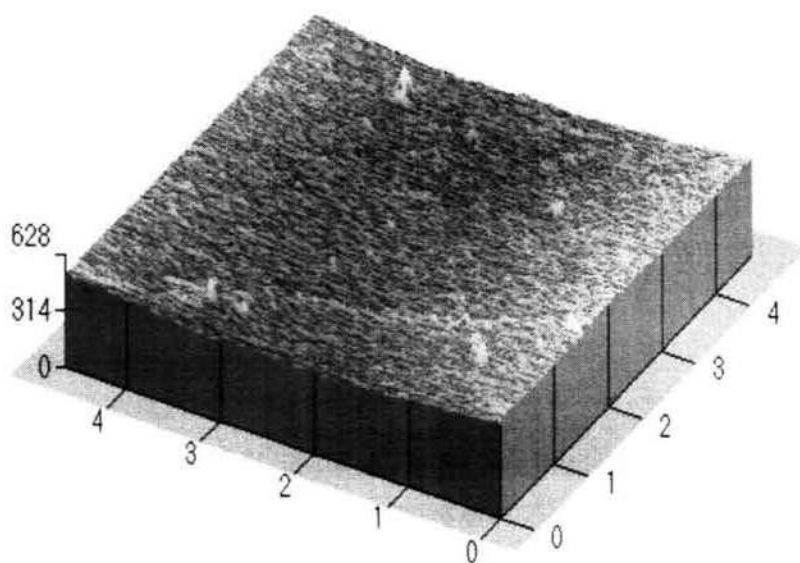


Biezums	Difrakcijas maksimumu relatīvā intensitāte			
	neatl.	573 K	673 K	773 K
50 nm	48	152	2130	3040
70 nm	180	2280	2400	3488
100 nm	160	1680	3600	3980
200 nm	768	1808	4800	5640

#### 4.2.1.2. tabula.

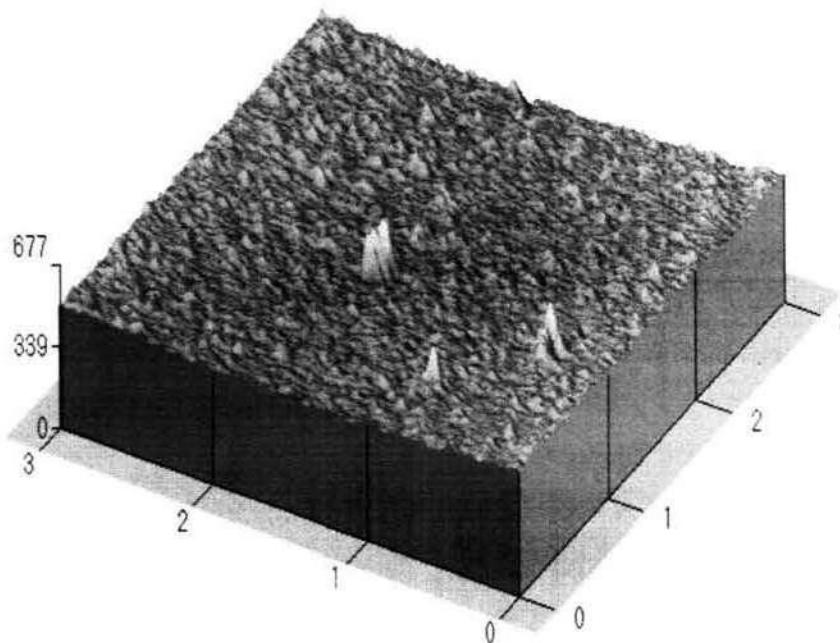
Ni kārtiņu difrakcijas maksimumu relatīvā intensitāte.

No atomspēka mikroskopa (ASM) datiem var secināt, ka atkvēlinātām Ni kārtiņām pieaug arī virsmas graudu izmēri (zīm. 4.2.1.2. un 4.2.1.3.). Tā piemēram, neatkvēlinātām 70 nm biežām Ni kārtiņām vidējie un maksimālie virsmas graudu izmēri ir 0,45 nm un 0,65 nm, bet atkvēlinātām 573 K grādos - 0,53 nm un 1 nm, atkvēlinātām 673 K - 0,68 nm un 1,07 nm.



#### 4.2.1.2. zīmējums.

70 nm biezas Ni kārtiņas ASM attēls.



4.2.1.3. zīmējums.

Līdz 673 K atkvēlinātas 70 nm biezas Ni kārtiņas ASM attēls.

#### 4.2.2. *Atkvēlināšanas vakuumā ietekme uz kārtiņu magnētiskajām īpašībām*

Pēdējos gados liela uzmanība tiek veltīta plānu magnētisku kārtiņu pētījumiem, tai skaitā daudzslāņu sistēmu, sastāvošu no magnētisku un nemagnētisku materiālu sekojošām submikronu biezuma kārtām. Tas ir saistīts ar to, ka šādos objektos tika atklātas tādas unikālas īpašības kā lielā perpendikulārā magnētiskā anizotropija, ļoti izteikts magnētoptiskais Kerra efekts (MOKE), nelineārais magnētoptiskais Kerra efekts (NOMOKE), gigantiskā magnētpretestība, apmaiņas mijiedarbības starp fero-magnētiskajiem slāņiem caur nemagnētisku starpslāni oscilējoša daba, u.c. [103–109].

Kārtiņu magnētisko īpašību pētīšanai var izmantot magnētoptiskos efektus. Maikls Faradejs atklāja pirmo magnētoptisko efektu 1845. gadā. Viņš novēroja parādību, ka magnētiskais lauks pagriež polarizācijas plakni caur borsilikātu stiklu izgājušai gaismai [110]. Faradejs mēģināja eksperimentēt arī ar gaismu, atstarotu no metāla virsmas, bet rezultāts nebija apmierinošs sakarā ar virsmas neregularitātēm. Trīsdesmit divus gadus vēlāk (1877) Džons Kerrs atklāja šo efektu, kad pētīja polarizāciju no pulēta elektromagnēta pola atstarotai gaismai [111]. Mūsdienās šim efektam ir liela nozīme, sakarā ar pielietojumu datu

glabāšanā [112–116].

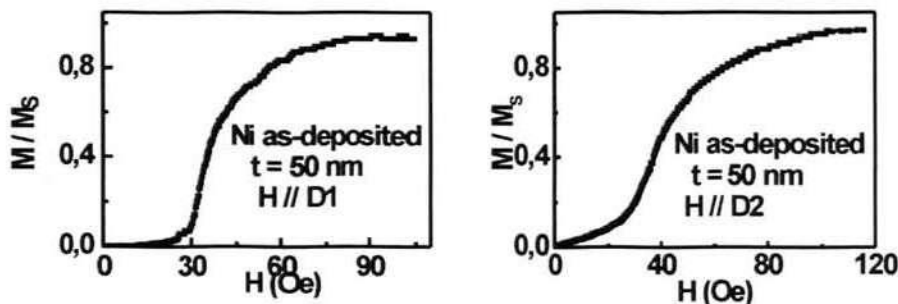
Pirmo fenomenoloģisko izskaidrojumu magnētoptiskajiem efektiem deva Maksvels. Viņš skaidroja lineāri polarizētu gaismu kā divu cirkulāri polarizētu komponentu superpozīciju un Faradeja efektu var skaidrot kā divu cirkulāru modu konsekvenci, kurām ir dažādi rotācijas ātrumi [117]. Tātad Faradeja rotāciju nosaka atšķirīgās dielektriskās konstantes pa kreisi un pa labi cirkulāri polarizētai gaismai. Pirmo magnētoptisko skaidrojumu no kvantu teorijas viedokļa deva Hulme 1932. gadā. Viņš atzīmēja, ka dielektriskā konstante ir atkarīga no elektrona spina mijiedarbības ar tā orbītu, kas apvieno elektrona spinu ar tā kustību. Spin-orbitālās mijiedarbības iemesls ir elektrona spina  $s$  mijiedarbība ar magnētisko lauku kustībā caur elektrisko lauku  $\nabla V$  ar impulsu  $\vec{p}$ :  $\sim (\nabla V \times \vec{p})s$ . Šī mijiedarbība savieno magnētiskās un optiskās feromagnētiķa īpašības. Šī teorija bija nepilnīga, jo Hulme neņēma vērā viļņu funkcijas izmaiņu spin-orbitālās mijiedarbības dēļ. To izdarīja Kittels, kas ļāva viņam iegūt precīzākus aprēķinus. Pilnīgu magnētoptiskā efekta feromagnētiķos aprakstu deva Argyres, izmantojot perturbāciju teoriju [118].

Mūsu paraugu magnētisko īpašību pētījumi tika veikti Maskavas Valsts Universitātes Magnētisma katedrā. Tilpuma magnētiskās īpašības tika noteiktas ar vibrāciju magnetometru. Pievirsmas magnētiskās īpašības tika mērītas izmantojot magnētoptisko mikromagnetometru, aprakstītu darbā [119]. Ir zināms, ka magnētoptiskais Kerra efekts jūt magnetizāciju noteiktā pievirsmas dziļumā, kas atbilst gaismas iespiešanās vidē dziļumam  $t_{ie}$ . Lielumu  $t_{ie}$  nosaka no attiecības  $t_{ie} = \lambda/4\pi k$ , kur  $\lambda$  - krītošā viļņa garums,  $k$  - vides gaismas absorbcijas koeficients. Saskaņā ar esošajiem eksperimentālajiem datiem [120], lieluma  $t_{ie}$  vērtība feromagnētiķiem nepārsniedz 10 - 30 nm, ja krītošās gaismas kvantu enerģija ir robežās no  $0,5 < \hbar\omega < 5$  eV. Dotajā gadījumā,  $t_{ie}$  bija aptuveni 15 nm. Histerēzes cilpas un magnetizācijas līknes tika izmērītas ar ekvatoriālā Kerra efekta palīdzību. Tā kā mērījumu (metodikas) jūtības paaugstināšanai tika lietota magnētoptisko signālu modulācijas reģistrācijas metode, tad paraugs tika pārmagnetizēts ar mainīgu magnētisko lauku  $H$  ar frekvenci  $f=80$  Hz. Lauks  $H$  tika pielikts paraugu plaknē perpendikulāri gaismas krišanas plaknei. Faktiski tika mērītas sakarības  $\sigma(H)/\sigma_S \sim M(H)/M_S$ , kur  $\sigma = (I - I_0)/I_0$ ,  $I$  un  $I_0$  - attiecīgi no magnetizētā un nēmagnetizētā parauga atstarotās gaismas intensitātes,  $\sigma_S$  -  $\sigma$  lielums pie  $M = M_S$ ,  $M_S$  - piesātinājuma magnetizācija.

Mērījumi tika veikti divos ārējā lauka  $H$  virzienos, kas tika pielikts paraugu plaknē. Vienā gadījumā lauka virziens sakrita ar paraugu sagatavošanas laikā

pieliktā lauka virzienu (apzīmēts ar D1), otrā gadījumā  $H$  virziens bija perpendikulārs D1 un ir apzīmēts kā virziens D2.

Pētot Ni kārtiņu magnētisko īpašību atkarību no atkvēlināšanas temperatūras, tika iegūtas magnetizācijas līknes un histerēzes cilpas. Zīmējumos 4.2.2.1.-4.2.2.9. ir redzamas pievirsmas magnetizācijas līknes, iegūtas ar MOKE atkvēlinātiem un neatkvēlinātiem paraugiem virzienos D1 un D2.

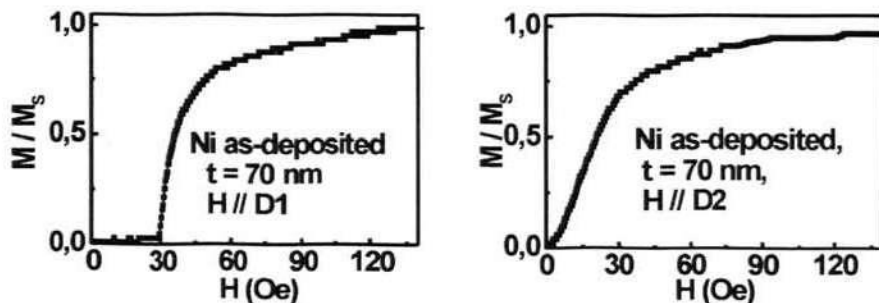


(a)

(b)

4.2.2.1. zīmējums.

Neatkvēlinātu 50 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas līknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.

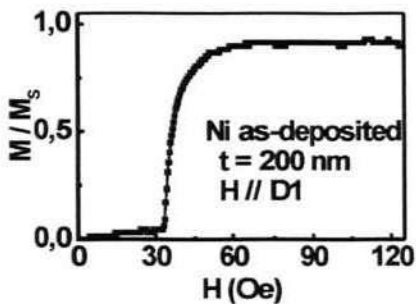


(a)

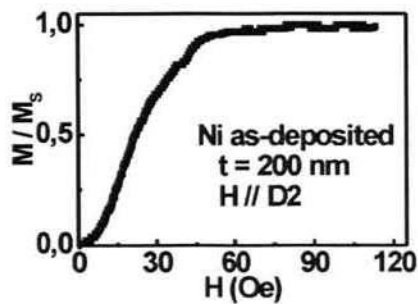
(b)

4.2.2.2. zīmējums.

Neatkvēlinātu 70 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas līknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.



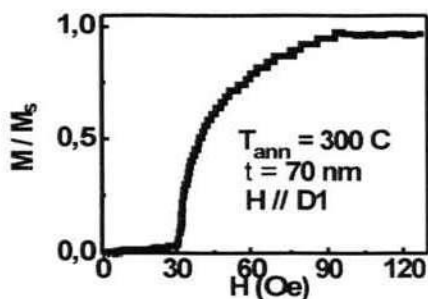
(a)



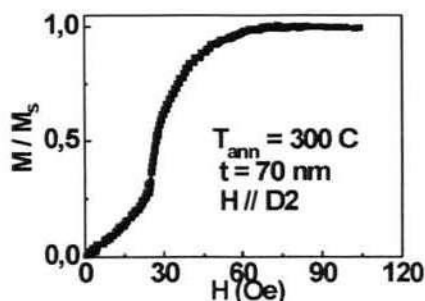
(b)

#### 4.2.2.3. zīmējums.

Neatkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas liknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.



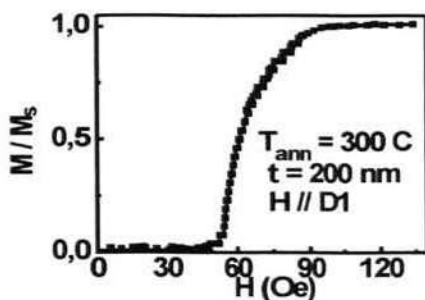
(a)



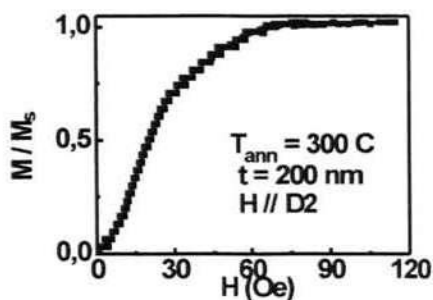
(b)

#### 4.2.2.4. zīmējums.

573 K atkvēlinātu 70 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas liknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.



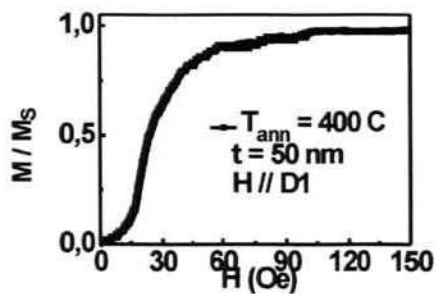
(a)



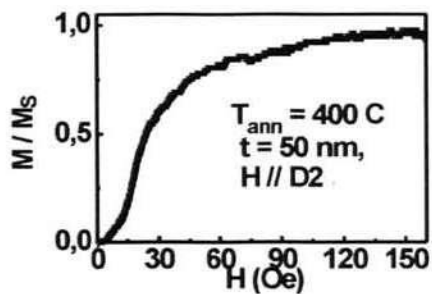
(b)

#### 4.2.2.5. zīmējums.

573 K atkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas liknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.



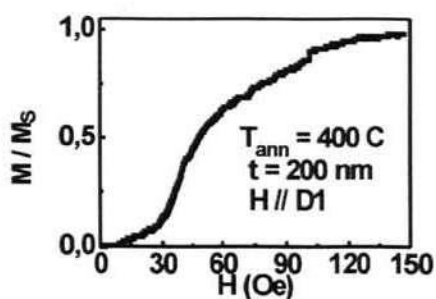
(a)



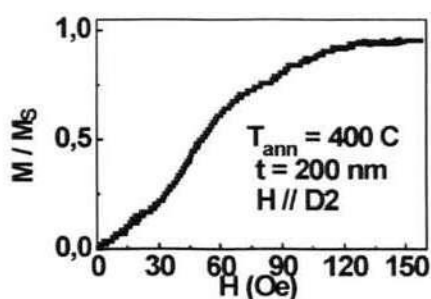
(b)

#### 4.2.2.6. zīmējums.

673 K atkvēlinātu 50 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas līknes (a) - virzienā D1, (b) virzienā D2.



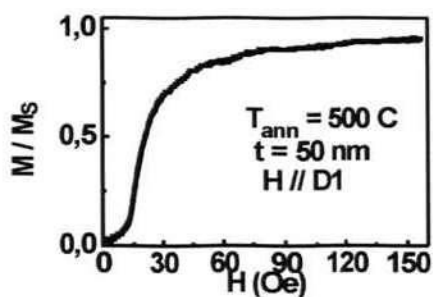
(a)



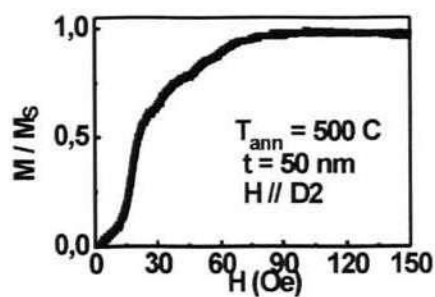
(b)

#### 4.2.2.7. zīmējums.

673 K atkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas līknes (a) - virzienā D1, (b) virzienā D2.



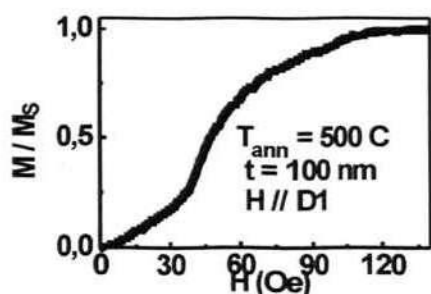
(a)



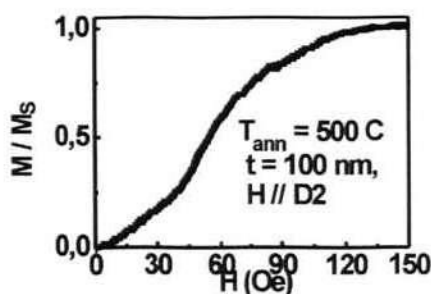
(b)

#### 4.2.2.8. zīmējums.

773 K atkvēlinātu 50 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas liknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.



(a)



(b)

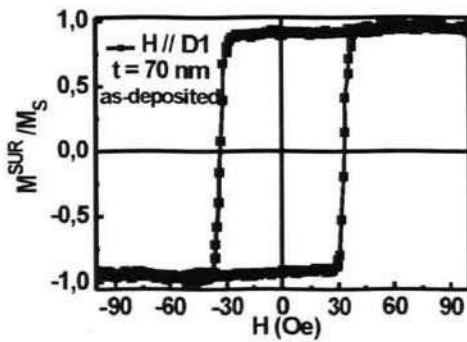
#### 4.2.2.9. zīmējums.

773 K atkvēlinātu 100 nm Ni kārtiņu pievirsmas magnetizācijas liknes (a) - virzienā D1, (b) - virzienā D2.

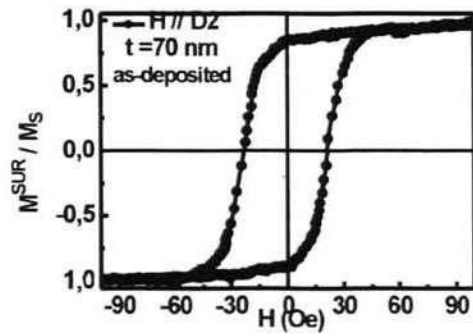
No zīmējumiem redzams, ka neatkvēlinātām un atkvēlinātām pie 473 K Ni kārtiņām laukā, kas pielikts virzienā D1, magnetizācijas vērtības sākumā ir faktiski nulle. Tālāk ir novērojams straujš magnetizācijas pieaugums un, sākot no kādas lauka vērtības, magnetizācijas lielums eksperimenta kļūdu robežās nemainās. Magnētoptisko signālu analīze darbos [121] parādīja, ka lauks, pie kura notiek straujš magnetizācijas kāpums, atbilst parauga koercivitātes spēkam  $H_c$ , bet lauks, no kura magnetizācija nemainās, atbilst piesātinājuma laukam  $H_s$ . Laukā, kurš ir pielikts virzienā D2, šiem paraugiem ir novērojama faktiski lineāra magnetizācijas atkarība no  $H$  līdz pat piesātinājuma laukam  $H_s$ . Novērotā magnetizācijas likņu atšķirība liecina par magnētiskās anizotropijas (MA) eksistenci neatkvēlinātos un pie 573 K atkvēlinātos paraugos. Pie 673 K un 773 K atkvēlinātiem paraugiem magnetizācijas līknes virzienos D1 un D2 praktiski ir vienādas,

kas liecina par paraugu izotropiju.

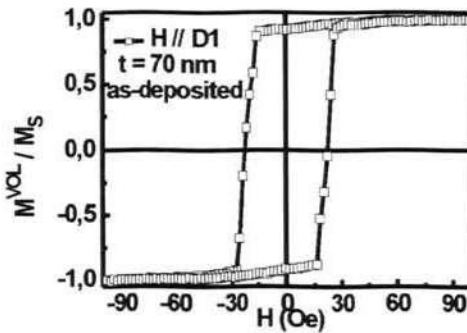
Paraugiem tika iegūtas arī pievirsmas (MOKE) un dziļuma (VSM) histerēzes cilpas virzienos D1 un D2 (4.2.2.10.- 4.2.2.17. zīm.).



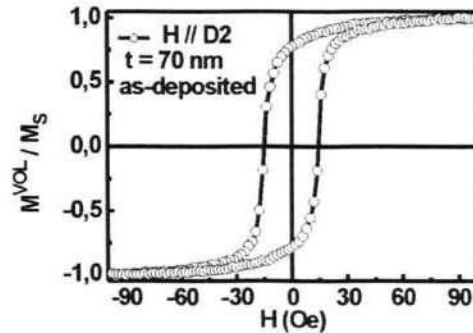
(a)



(b)



(c)



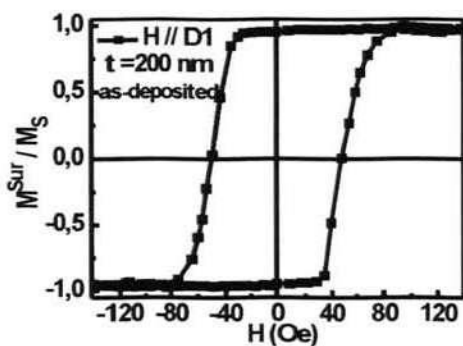
(d)

#### 4.2.2.10. zīmējums.

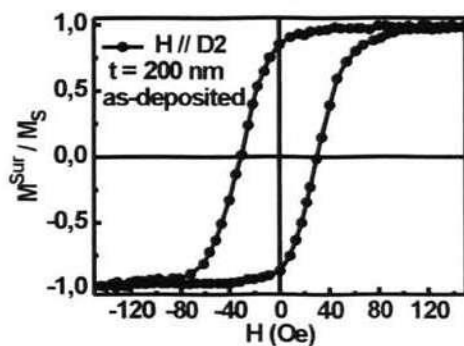
Neatkvēlinātu 70 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.

Histerēzes cilpu analīze apstiprina plaknes magnētiskās anizotropijas eksistenci neatkvēlinātos un pie 573 K atkvēlinātos paraugos, kā arī pie 673 K un 773 K atkvēlinātu paraugu izotropiju. Pie tam, var secināt, ka neatkvēlinātiem un pie 573 K atkvēlinātiem paraugiem virzienā D1 ir faktiski taisnstūrains histerēzes cilpas, bet virzienā D2 – izteikti lēzenas. Saskaņā ar pastāvošajiem priekšstatiem [120, 122] šāda plānās kārtiņas uzvedība ir iespējama pārmagnetizējot paraugu vieglās (EAM) un smagās (HAM) magnetizācijas ass virzienā. Tas nozīmē, ka, pateicoties kārtiņu uzputināšanas laikā paralēli parauga plaknei pieliktajam magnētiskajam laukam, paraugos rodas inducētā magnētiskā anizotropija.

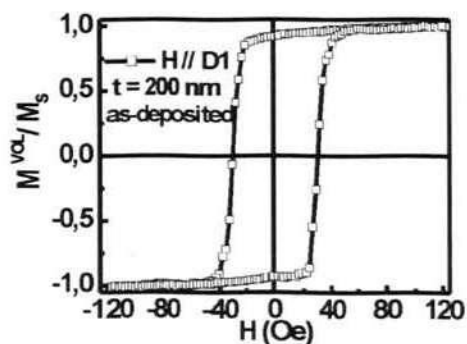




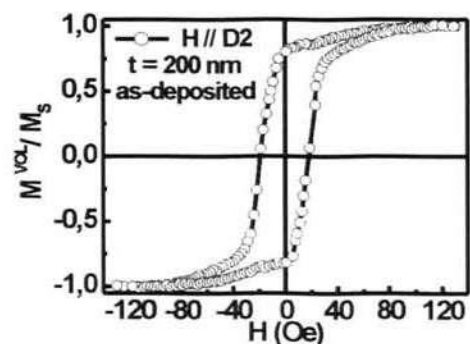
(a)



(b)



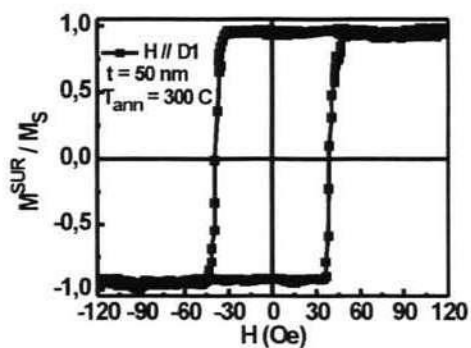
(c)



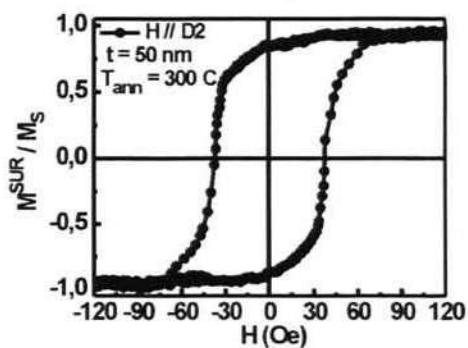
(d)

#### 4.2.2.11. zīmējums.

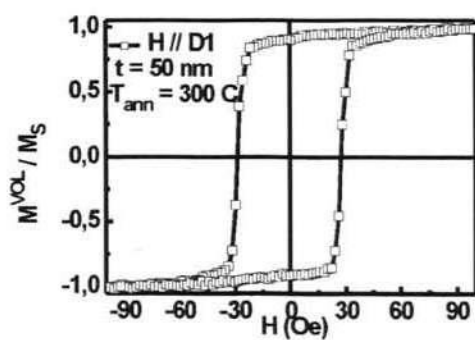
Neatkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



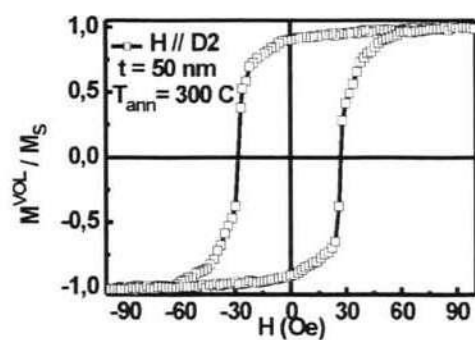
(a)



(b)



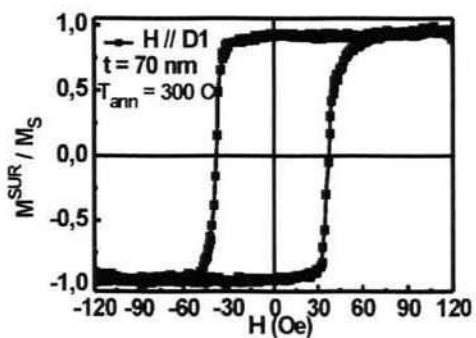
(c)



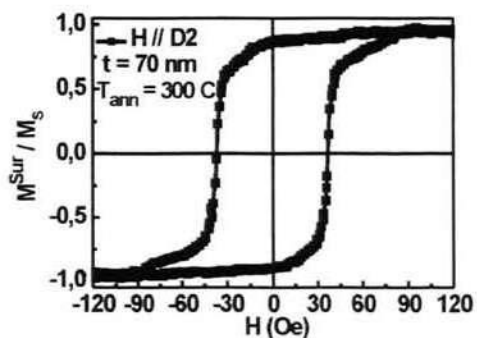
(d)

#### 4.2.2.12. zīmējums.

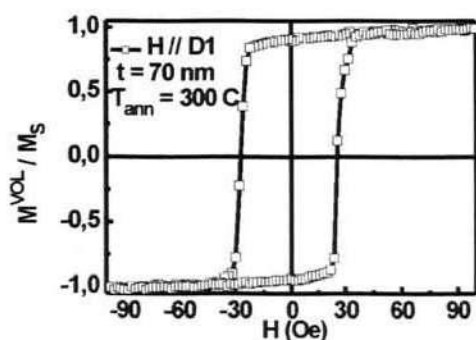
573 K atkvēlinātu 50 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



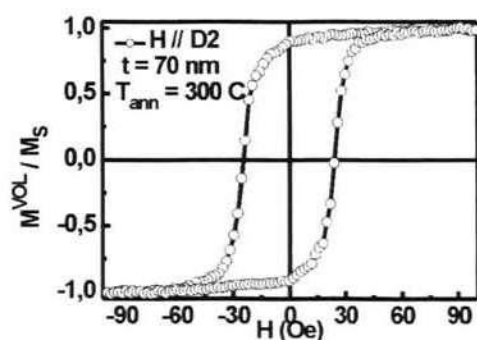
(a)



(b)



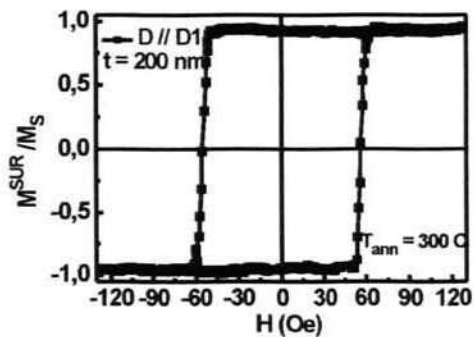
(c)



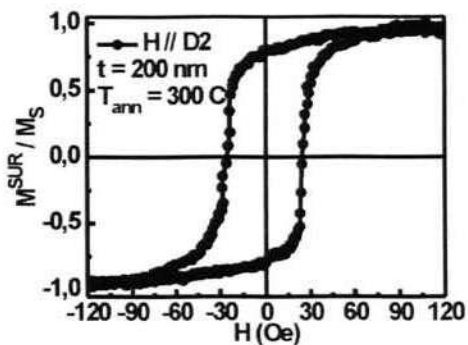
(d)

#### 4.2.2.13. zīmējums.

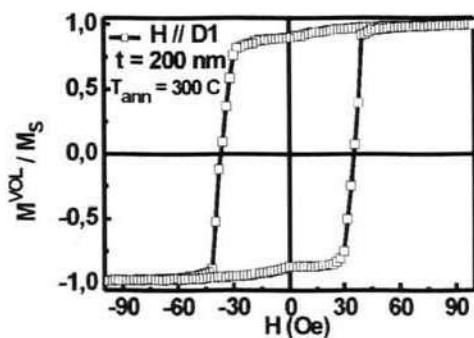
573 K atkvēlinātu 70 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



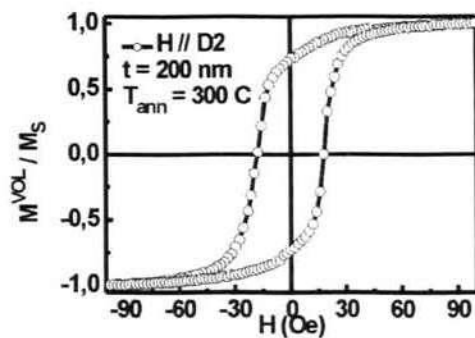
(a)



(b)



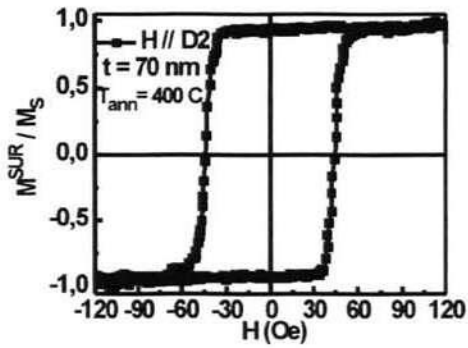
(c)



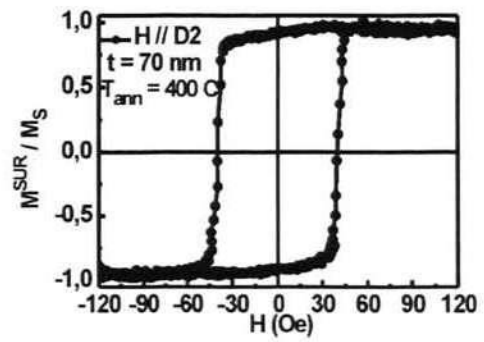
(d)

#### 4.2.2.14. zīmējums.

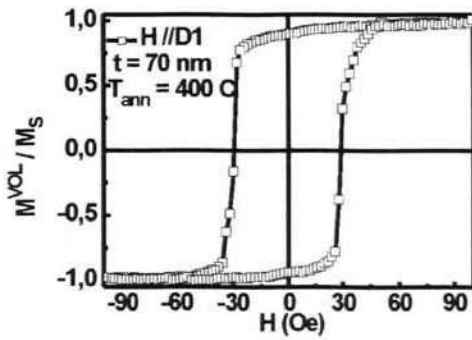
573 K atkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



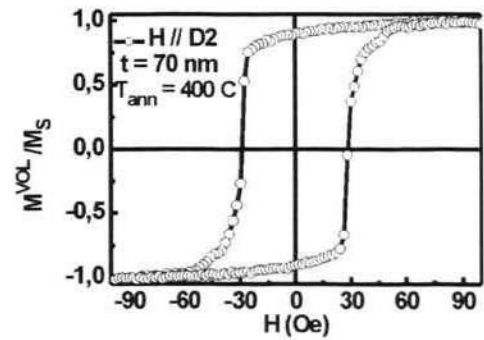
(a)



(b)



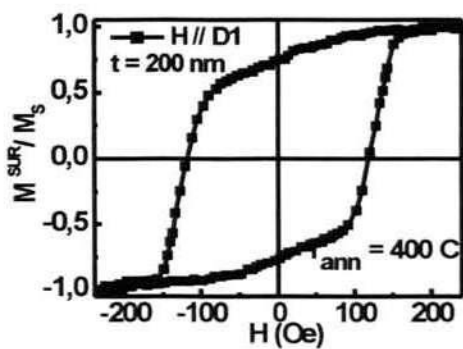
(c)



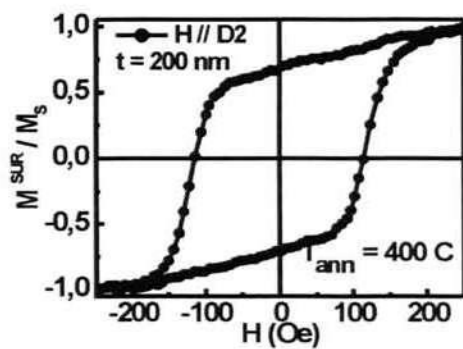
(d)

#### 4.2.2.15. zīmējums.

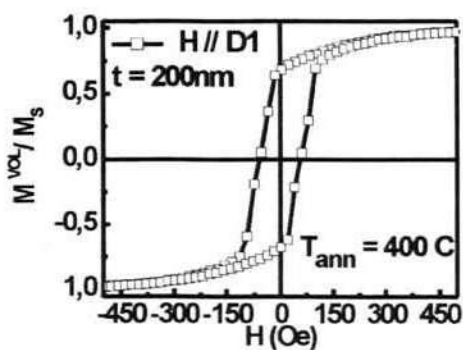
673 K atkvēlinātu 70 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



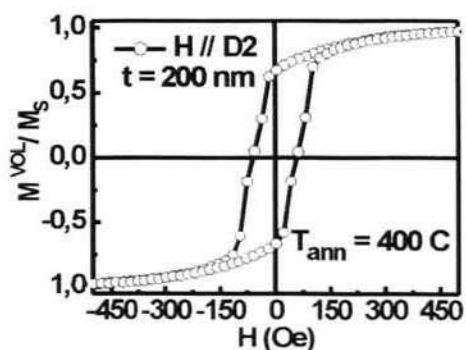
(a)



(b)



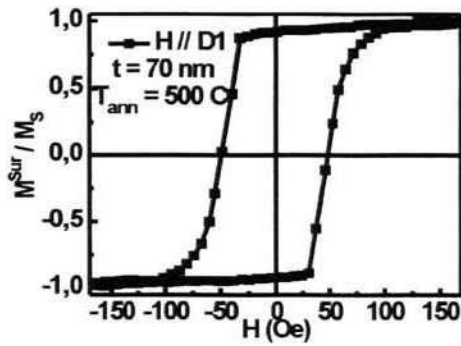
(c)



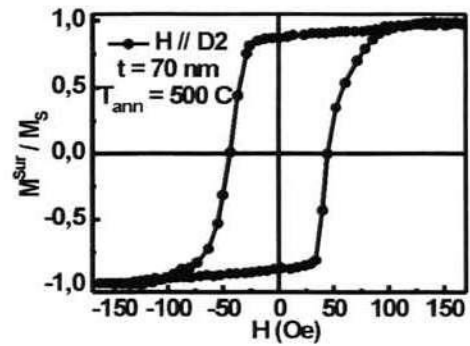
(d)

#### 4.2.2.16. zīmējums.

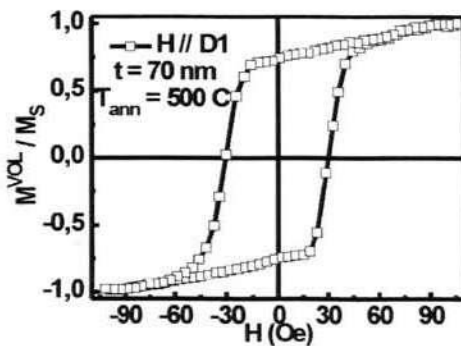
673 K atkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.



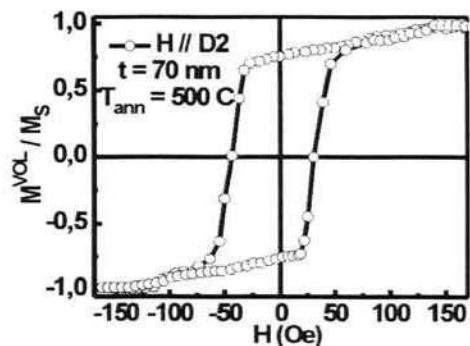
(a)



(b)



(c)

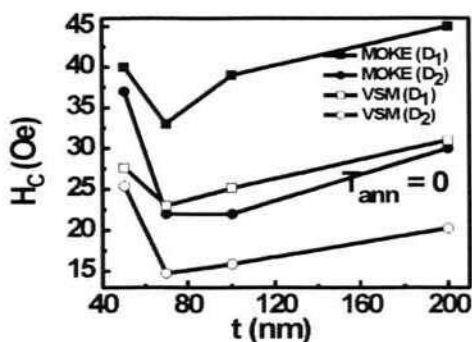


(d)

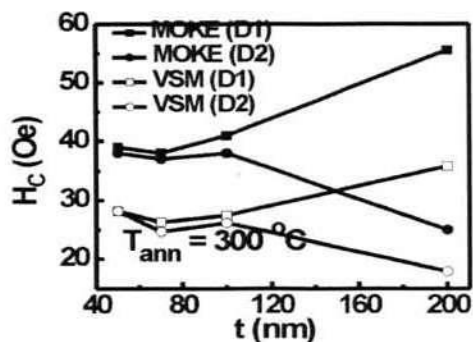
#### 4.2.2.17. zīmējums.

773 K atkvēlinātu 200 nm Ni kārtiņu histerēzes cilpas (a) - pievirsmas (MOKE) virziens D1, (b) - MOKE virziens D2, (c) - dziļuma (VSM) virziens D1, (d) - VSM virziens D2.

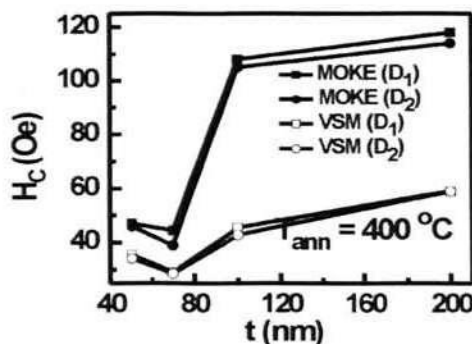
Histerēzes cilpu parametru mērījumi ļāva iegūt koercitīvā spēka  $H_c$  un reducētās paliekošās magnetizācijas  $M_R/M_S$  atkarības no kārtiņu biezuma un atkvēlināšanas temperatūras (4.2.2.18. un 4.2.2.19. zīm.)



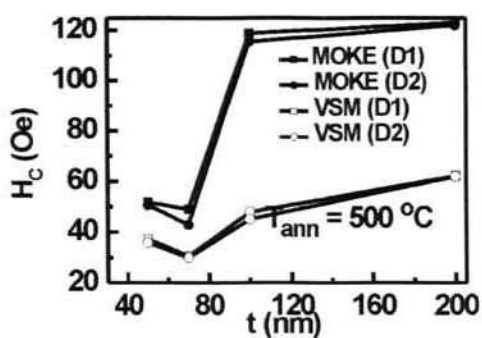
(a)



(b)



(c)



(d)

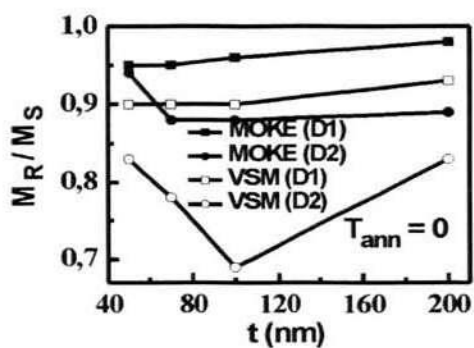
#### 4.2.2.18. zīmējums.

Pievirsmas (MOKE) un dziļuma (VSM) koercitīvā spēka  $H_c$  atkarība no Ni kārtiņu biezuma virzienos D1 un D2 pie dažādām atkvēlināšanas temperatūrām: (a) - neatkvēlināts, (b) - 573 K, (c) - 673 K, (d) - 773 K.

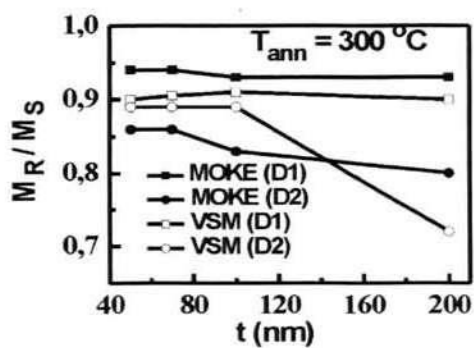
Šo datu analīze parādīja sekojošo. Neatkvēlinātās un pie 573 K atkvēlinātās Ni kārtiņās koercitīvais spēks  $H_c$  pieaug, palielinoties kārtiņas biezumam, bet reducētā paliekošā magnetizācija  $M_R^{Sur}/M_S$  laukā, kas paralēls D1, ir gandrīz konstanta. Tīlpuma paliekošās magnetizācijas  $M_R^{Vol}/M_S$  atkarība ir līdzīga  $M_R^{Sur}/M_S$ .  $M_R^{Sur}/M_S$  un  $M_R^{Vol}/M_S$  vērtības ir vienādas ar  $\sim 0,95$  un  $0,9$  atbilstoši. Vislielākās pievirsmas un tīlpuma koercitīvā spēka vērtību virzienā D1 un D2 atšķirības ir novērojamas pie 573 K atkvēlinātām 200 nm biežām kārtiņām.

Pie 673 K un 773 K atkvēlinātiem paraugiem ir faktiski identiskas magnētisko lielumu atkarības no biezuma virzienos D1 un D2. Koercitīvais spēks  $H_c$  abos vir-

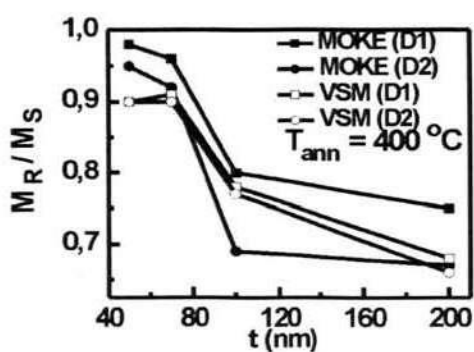




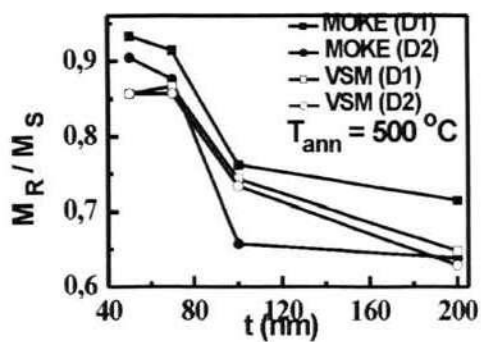
(a)



(b)



(c)



(d)

#### 4.2.2.19. zīmējums.

Pievirsmas (MOKE) un dziļuma (VSM) paliekošās magnetizācijas atkarība no Ni kārtiņu biezuma virzienos D1 un D2 pie dažādām atkvēlināšanas temperatūrām: (a) - neatkvēlināts,

(b) - 573 K, (c) - 673 K, (d) - 773 K.

zianos ir vienāds, bet dažāds tilpumā un pie virsmas. Abos gadījumos tas pieaug, palielinoties kārtiņas biezumam (maksimālā  $H_c$  vērtība ir pievirsmas gadījumā 200 nm biežai Ni kārtiņai). Paliestošā magnetizācija  $M_R/M_S$  palielinoties kārtiņas biezumam samazinās, pie kam ir vienāda tilpumā un uz virsmas. Šie rezultāti liecina par to, ka pēc atkvēlināšanas pie 673 K un 773 K Ni kārtiņas kļūst faktiski anizotropas un magnētiski cietākas.

Novērotais koercivitātes pieaugums palielinoties kārtiņu biezumam un atkvēlināšanas temperatūrai var tikt skaidrots, izmantojot rentgendifrakcijas un ASM datus (skat. 4.2.1. nodaļu). Visām pētītajām Ni kārtiņām tika noteikta polikristāliska struktūra ar graudu lielumiem vienādiem ar kārtiņas biezumu. Pašreizējā laikā ir pierādīts, ka magnētiskā lauka daba plānās kārtiņās ir atkarīga no tādiem parametriem kā kristalogrāfisko graudu lielums, to kristalogrāfiskā orientācija un domēnu sienu mijiedarbība [123–125]. Kā jau tika minēts, pētītajos paraugos ar rentgendifraktometru tika novērots tikai maksimums [111], kas norāda uz graudu orientēšanos pārsvarā virzienā (111) paralēli parauga virsmai. Palielinot atkvēlināšanas temperatūru, maksimuma [111] intensitāte pieaug (skat tabulu 4.2.1.2.), kas liecina par atkvēlināto Ni kārtiņu teksturēšanās palielināšanos.

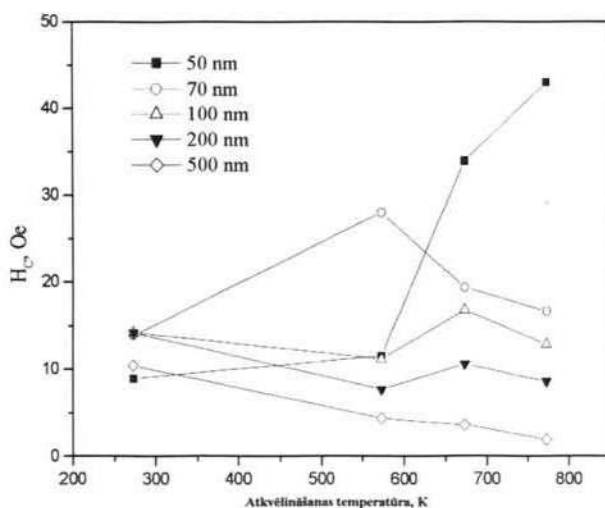
Saskaņā ar publicētajiem datiem [120, 126], koercivitāte palielinās pieaugot magnētisko kārtiņu biezumam, kas izskaidrojams ar kārtiņas tilpumu veidojošo graudu izmēru palielināšanos. Kopumā, mēs novērojām šādu magnētisko un strukturālo Ni kārtiņu datu korelāciju.

Tuvā lauka  $H_c$  lieluma palielināšanās pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai var arī tikt skaidrota ar pievirsmas graudu izmēru palielināšanos [127, 128]. Saskaņā ar ASM datiem, pievirsmas graudu izmēri atkvēlinātām Ni kārtiņām pieaug (skat. 4.2.1. nodaļu).

Iegūto datu salīdzināšana parāda, ka  $H_c^{Sur} > H_c^{Vol}$  un  $M_R^{Sur}/M_S > M_R^{Vol}/M_S$ . Šāda tuvā lauka un tilpuma magnetizācijas raksturlielumu atšķirība ir tipiska magnētiskām kārtiņām ar iepriekšminēto biezumu [129]. Analogiski eksistējošiem datiem [120, 125], šis fakts var tikt skaidrots gan ar pievirsmas tilpuma gan visas kārtiņas tilpuma raksturīgo domēnu struktūru, kā arī ar kārtiņas virsmas graudainības eksistenci.

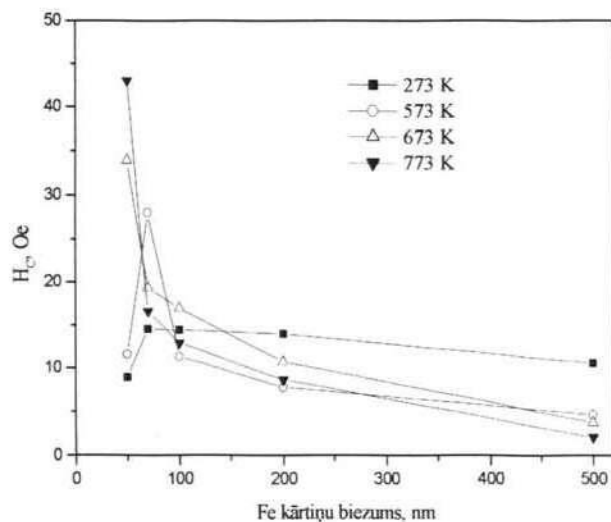
Fe kārtiņu magnētiskās īpašības tika mērītas divos virzienos D1 un D2, un, līdzīgi kā Ni kārtiņu gadījumā, tika konstatēta inducētā magnētiskā anizotropija, pie kam EAM sakrīt ar paraugu izgatavošanas laikā paralēli parauga plaknei pieliktā spēka  $H$  virzienu. Magnetizācijas līkņu un histerēzes cilpu, izmērītu pieliekot lauku paralēli EAM, analīze ļāva iegūt koercitīvā spēka atkarību no

plēves biežuma un koercitīvā spēka atkarību no termiskās apstrādes temperatūras (4.2.2.20. un 4.2.2.21. zīm.).



#### 4.2.2.20. zīmējums.

Koercivitātes atkarība no Fe parauga atkvēlināšanas temperatūras.

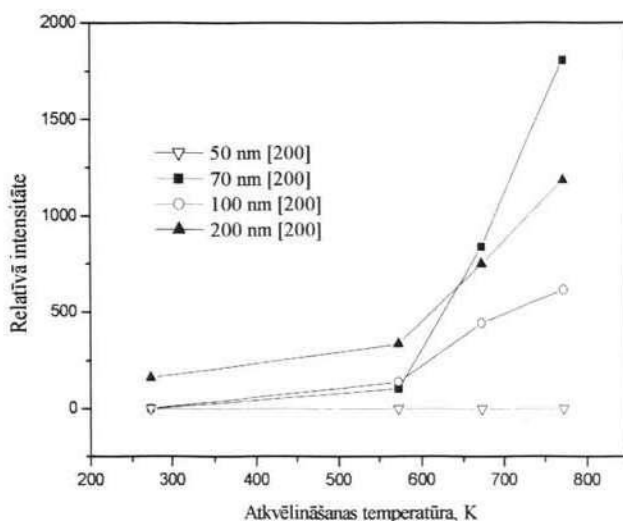


#### 4.2.2.21. zīmējums.

Koercivitātes atkarība no Fe parauga biežuma.

No dotajiem zīmējumiem ir redzams, ka magnētisku plēvju termoapstrāde stipri iespaido plēvju magnētiskās īpašības. Pie kam, biezākiem (70, 100, 200 un

500 nm) paraugiem ir novērojama koercivitātes samazināšanās ar nelielu pieaugumu 573 K rajonā (70 nm kārtiņai) un 673 K (100, 200 nm kārtiņām), 50 nm kārtiņai koercivitāte pieaug. Iespējams, ka tekstūras orientēšanās virzienā [200] (kas atbilst vieglās magnetizācijas virzienam masīvos paraugos) samazina koercivitāti, bet kārtiņu graudu izmēru palielināšanās veicina koercivitātes pieaugumu, kā rezultātā rodas sarežģītas koercivitātes atkarības no temperatūras un kārtiņu biezuma līknes. Tā, piemēram 70 nm biezas kārtiņas koercivitātes samazināšanās pie 673 un 773 K atbilst lielai [200] difrakcijas maksimuma intensitātei pie šīm temperatūrām (4.2.2.22. zīm.).



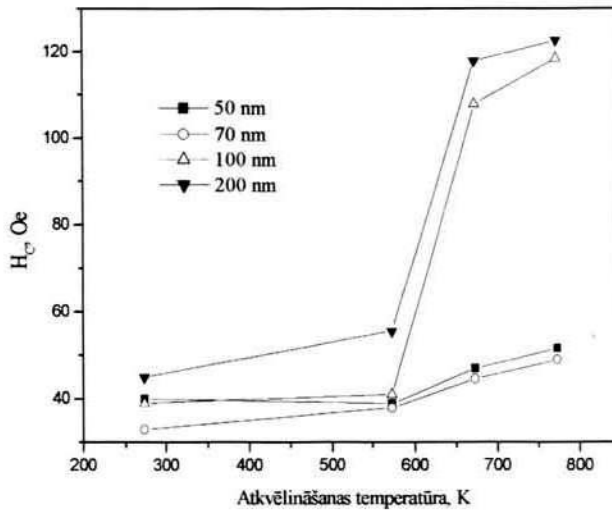
#### 4.2.2.22. zīmējums.

Fe kārtiņu difrakcijas maksimumu relatīvā intensitāte atkarībā no atkvēlināšanas temperatūras.

Plānākais Fe paraugs - 50 nm, bija rentgenamorfs, tāpēc ir grūti izskaidrot tā koercivitātes pieaugumu, pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai. Iespējams, ka šeit lielāka ietekme ir virsmas graudainības samazinājumam vai izmaiņām domēnu struktūrā.

Ni kārtiņām var novērot līdzīgu likumsakarību - 70 nm biežai Ni kārtiņai ir vismazākā koercivitāte bet difrakcijas maksimuma [111] intensitāte lielāka vai tuva 100 nm biežam paraugam. 50 nm kārtiņai pēc atkvēlināšanas pie 573 K koercivitāte samazinās (4.2.2.23. zīm.).

Tas liecina, ka kristalītu orientēšanās virzienā, kas sakrīt ar vieglās magnetizācijas virzienu masīviem paraugiem (Ni tas ir [111]), var samazināt koercivitāti.



#### 4.2.2.23. zīmējums.

Ni kārtiņu koercivitātes atkarība no parauga atkvēlināšanas temperatūras.

Biezākiem (100 -200 nm) paraugiem lielāku lomu spēlē graudu palielināšanās ietekme, jo kristalītu orientācija virzienā [111] nebija tik izteikta, kā Fe kristalītu orientācija virzienā [200]. Tāpat, paraugus atkvēlinot, samazinās virsmas graudainība, kas šajā gadījumā ir efektīvāka par kristalītu orientēšanās ietekmi uz koercivitāti, kā rezultātā, koercivitāte pieaug.

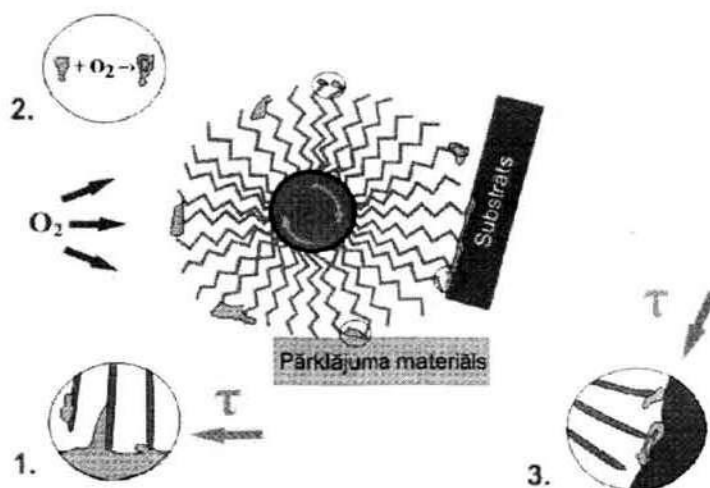
Daudzslāņu sistēmām [Co/Fe/Ni]<sub>n</sub> pēc atkvēlināšanas vakuumā koercitīvais spēks  $H_c$  palielinās. Tā, piemēram, izejošajiem paraugiem ar biezumu 17,5 (24,5) nm,  $H_c$  vienāds ar 5 (2,5) Oe, atbilstoši, bet atkvēlinātiem paraugiem ar biezumu 17,5 (24,5) nm,  $H_c$  ir vienāds ar 40 (15) Oe.

#### 4.2.3. *Nanostrukturēto kārtiņu sistēmu termiskās stabilitātes novērtēšana*

Kā jau tika minēts, daudzslāņu sistēmās var notikt dažādu slāņu daļiņu difūzija citos slāņos, kā rezultātā var veidoties cietie šķīdumi un ķīmiski savienojumi [47]. Lai nodrošinātu šādu sistēmu stabilitāti, ir iespējams izmantot dažādus starpslāņus. Bieži par starpslāni izmanto oksīdu [47, 48], bet tiek izmantoti arī dažādi cita veida starpslāņi [49–53].

Lai izpētītu oksīda starpslāņu lomu termiskās stabilitātes nodrošināšanai, tika izmantoti ar mikrotriboloģisko metodi iegūtie paraugi. Šajā metodē izmanto metāla struktūru sagraušanas momentā – metāla daļiņas tiek atrautas no metāla

loksnes un pārnestas uz pamatni intensīvas dinamiskas bīdes deformācijas apstākļos (4.2.3.1. zīm.).



#### 4.2.3.1. zīmējums.

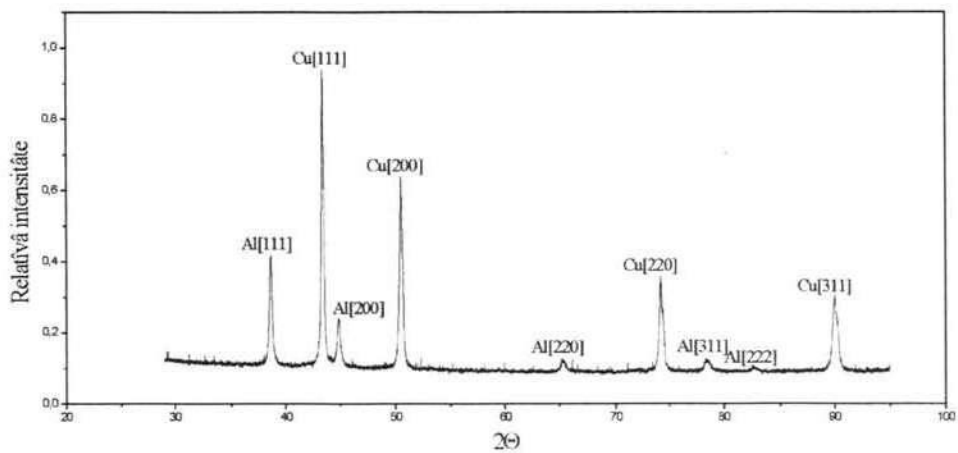
Mikrotriboloģiskās metodes pārklājumu uznesanas shēma.

1 - pārklājuma materiāla nanodaļiņu noraušana, 2 - šo daļiņu oksidēšanās un 3 - uzklāšana uz pamatnes.

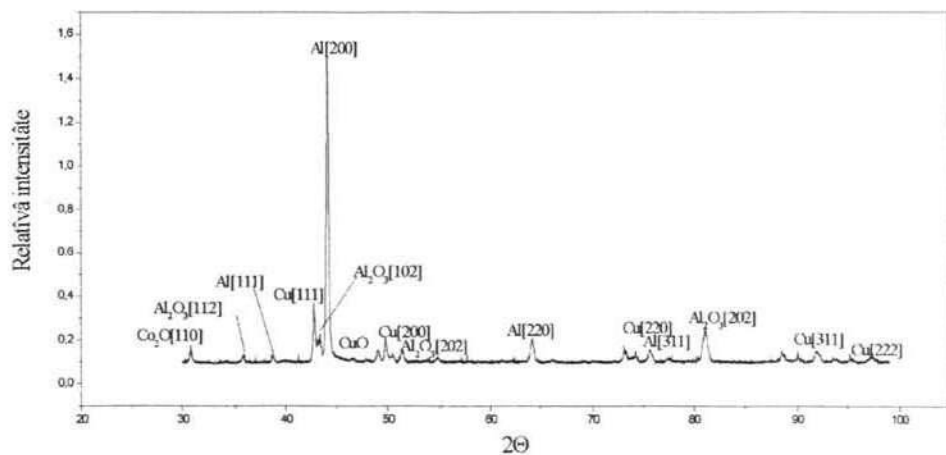
Mikroskopiski deformācijas shēma ir līdzīga berzes procesam raksturīgajai. Procedūra tiek veikta gaisa vidē, tādēļ notiek intensīva pārnesamo metāla daļiņu oksidēšanās.

Tika pētīti Al pārklājumi uz Al, Cu un stikla pamatnēm ar biezumu 3-10 mkm. Cietības mērījumi parādīja, ka mikrocietība ir 8-12 reizes augstāka kā izejmateriālam. Pārklājumiem ir augsta nodilumizturība un augsta adhēzija ar pamatni.

Paraugiem tika veikta rentgendifrakcijas analīze ar 4.1. nodaļā aprakstīto metodi, atrasti graudu izmēri. Rentgendifrakcijas dati apstiprina oksīda slāņu eksistenci, kā arī sistēmu termisko noturību - pēc atkvēlināšanas vakuumā ir novērojama oksīdu difrakcijas maksimumi un kārtiņu graudu izmērs nemainās - tas ir robežās no 20 - 150 nm (4.2.3.2. zīm.).



(a)

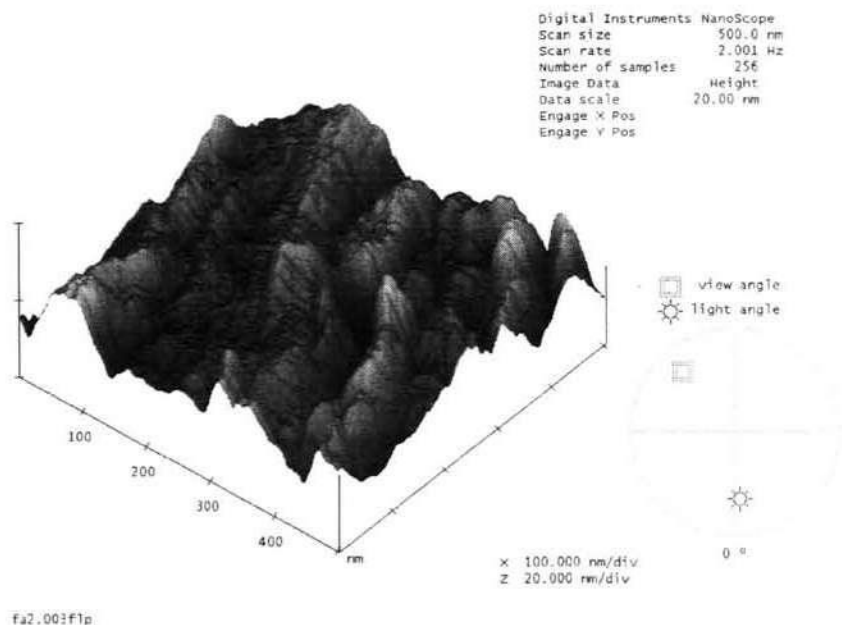


(b)

#### 4.2.3.2. zīmējums.

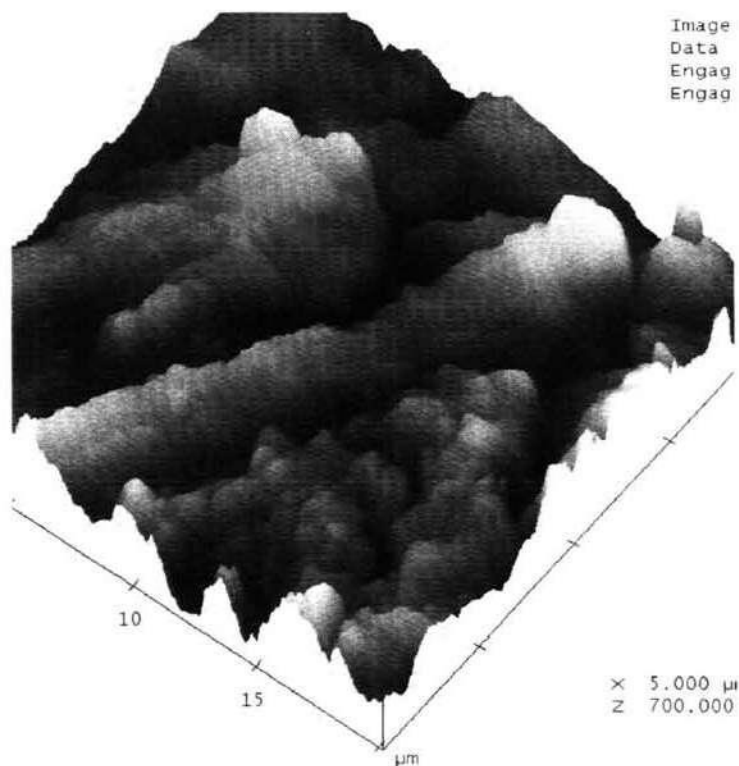
Ar mikrotriboloģisko metodi uzklāta Al kārtiņas uz Cu pamatnes difrakcijas aina (a) - pirms atkvēlināšanas, (b) - pēc atkvēlināšanas vakuumā 773 K, 20 min.

Graudu izmērus apstiprina arī ASM dati (4.2.3.3. un 4.2.3.4. zīm.) – tas ir robežās no 20 līdz 250 nm.



#### 4.2.3.3. zīmējums.

Ar mikrotriboloģisko metodi iegūta Al pārklājuma uz Cu pamatnes ASM attēls.

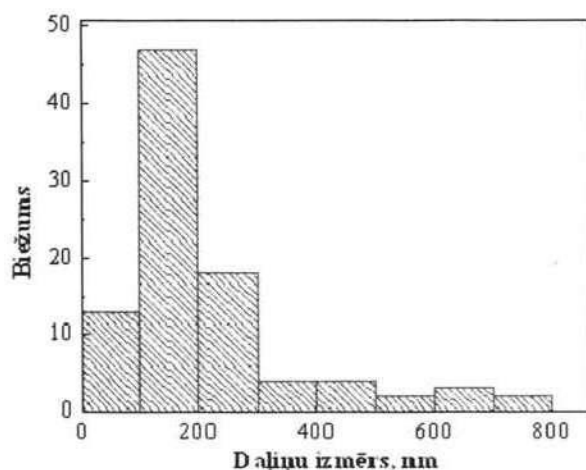


#### 4.2.3.4. zīmējums.

Ar mikrotriboloģisko metodi iegūta Al pārklājuma uz stikla pamatnes ASM attēls.



Zīmējumā 4.2.3.5. redzams graudu izmēru sadalījums, kas atrasts no ASM datiem.



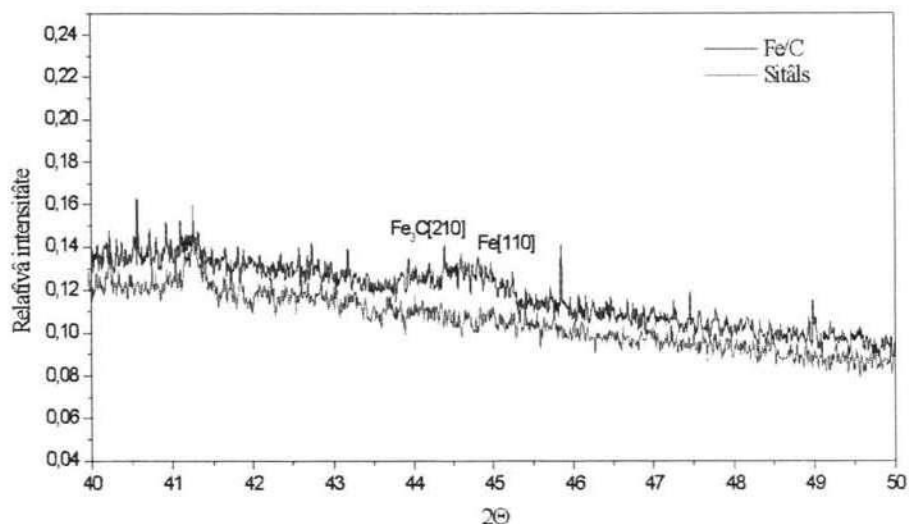
#### 4.2.3.5. zīmējums.

Ar mikrotriboloģisko metodi iegūtu paraugu graudu sadalījums pēc izmēra no ASM datiem.

Mūsu iekārtā oksīdu kārtiņu iegūšana nav iespējama, tādēļ sistēmas stabilizēšanai tika izmantoti oglekļa starpslāņi. Tika izgatavoti paraugi – C/Al/ $\times 15$ /C un C/Ti/ $\times 15$ /C ar slāņu biezumu 20 nm, C/Fe/ $\times 3$ , Al/Fe/ $\times 3$  ar slāņu biezumu 30 nm gan uz stikla, gan sitāla pamatnes. Daļa no paraugiem tika atkvēlināti vakuumā pie 773 K 1 h. Rentgendifrakcijas pētījumi liecina par ķīmisku savienojumu veidošanos jau pirms atkvēlināšanas – kārtiņās ar oglekļa starpslāni veidojas karbīdi (4.2.3.6. zīm.).

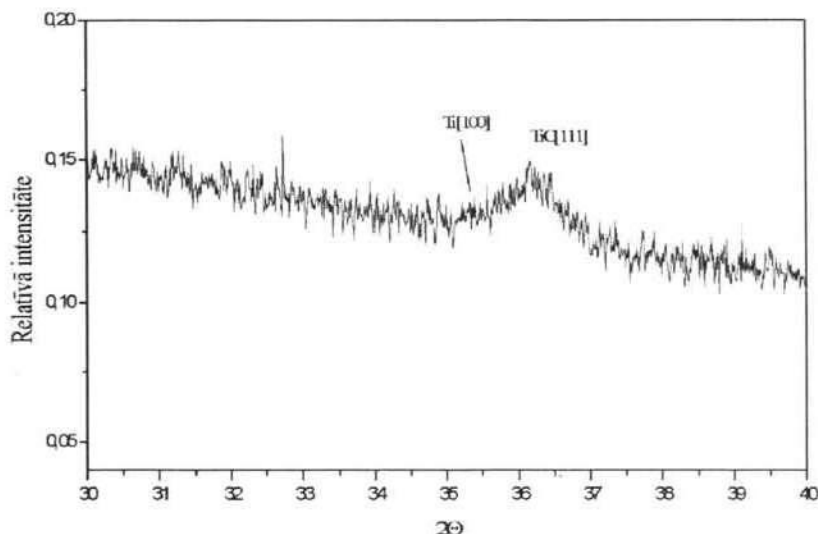
Kaut gan šādu savienojumu veidošanās parasti ir iespējama tikai pie  $\approx 1000$  K [130], plānās kārtiņās, iegūtās plazmas uzputināšanā, šādi savienojumi var veidoties arī istabas temperatūrās [54], kam par iemeslu ir plazma kā ķīmiskas reakcijas aktīvājošs faktors. Acīmredzot, šie savienojumi veidojas kārtiņu saskares vietās, kur izveidojas plāns savienojuma slānis.

Pēc atkvēlināšanas savienojumu smailes kļūst izteiktākas, kas liecina par savienojumus veidojošā slāņa biezuma palielināšanos vai arī tekstūrēšanās un kristalizēšanās pieaugumu. Metāla difrakcijas maksimumu intensitāte palielinās nedaudz, kas apstiprina kārtiņu nanostruktūras saglabāšanos (4.2.3.7. zīm.).



#### 4.2.3.6. zīmējums.

C/Fe/ $\times 3$  ar slāņu biezumu 30 nm uz sītāla pamatnes rengendifrakcijas aina neatkvēlinātam paraugam.



#### 4.2.3.7. zīmējums.

C/Ti/ $\times 15$  ar slāņu biezumu 20 nm uz stikla pamatnes rengendifrakcijas aina atkvēlinātam paraugam.

Šos rezultātus apstiprina arī kārtiņu cietības mērījumi - C/Al/ $\times 15$ /C un C/Ti/ $\times 15$ /C tika novērota liela cietība (4.2.3.1. tab.), kas vairākkārt pārsniedz masīva metāla cietību. Ir zināms, ka graudu izmēram samazinoties, stiprība un cietība palielinās [131, 132]. Tas ir pazīstams kā Holla-Peča likums. Nanostrukturētās kārtiņās pieaug graudu robežu loma, kuras kalpo kā barjeras dislokāciju kustībai. Karbīdu veidošanās, kuriem ir ļoti augsta cietība, dod papildus ie-

guldījumu novērotajā cietības pieaugumā.

Materiāli	H, GPa
Al/C	15,4
Ti/C	16,0
Ti/C (atkvēl.)	18,5
Si	10,0
Al (izejas)	0,25
Ti (izejas)	2,35

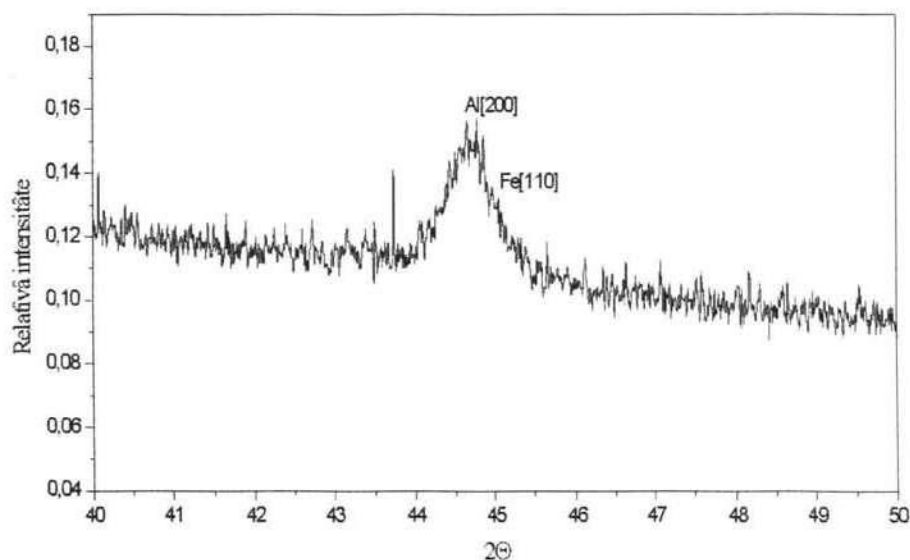
4.2.3.1. tabula.

C/Al/ $\times$ 15/C un C/Ti/ $\times$ 15/C uz Si pamatnes mikrociētības mērījumu rezultāti.

Lielāka cietība atkvēlinātiem paraugiem apstiprina pieņēmumu par savienojuma slāņa palielināšanos.

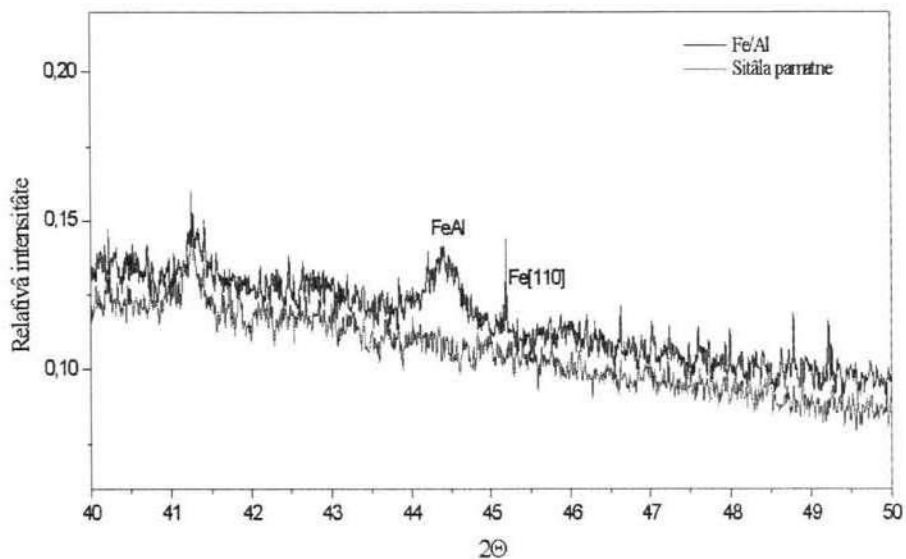
Var secināt, ka oglekli var izmantot kā nanostruktūru stabilizējošu starpslāni. Ir zināms, ka oglekļa nitrīda slānis tiek izmantots kā struktūru stabilizējošs starpslānis [53], mūsu gadījumā šādā nolūkā var tikt izmantots metālu (Ti, Al, Fe, Ni) karbīds .

Citu materiālu izmantošana nedod tādus rezultātus kā ogleklis. Tā piemēram, Fe un Al daudzslāņu sistēmās notiek ļoti aktīva slāņu sajaukšanās temperatūras ietekmē (4.2.3.8. un 4.2.3.9. zīm.).



4.2.3.8. zīmējums.

Fe/Al/ $\times$ 3 ar slāņu biezumu 30 nm uz stikla pamatnes rengendifrakcijas aina neatkvēlinātam paraugam.



#### 4.2.3.9. zīmējums.

Fe/Al/ $\times 3$  ar slāņu biezumu 30 nm uz silīcija pamatnes reģendifrakcijas aina atkvēlinātam paraugam.

Pēc atkvēlināšanas metālu smailes faktiski vairs nav novērojamas, bet ir izteiktas savienojumu smailes. Šo īpašību var izmantot, lai iegūtu dažādu savienojumu kārtiņas.

## 4.3. Lāzerapstrādes ietekme uz plānu kārtiņu īpašībām

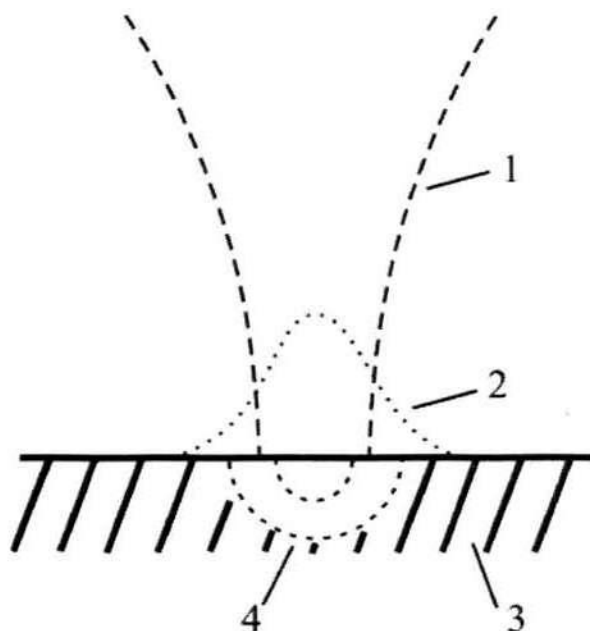
### 4.3.1. *Lāzerapstrādes metodika pārklājumu īpašību modificēšanai*

Materiālu lāzerapstrāde, arī tiešais lāzerieraksts, balstās uz intensīva lāzera starojuma mijiedarbību ar parauga virsmu un/vai atmosfēru, kas iekļauj šo paraugu. To var klasificēt divās grupās: konvencionālā lāzerapstrāde un ķīmiskā lāzerapstrāde. Konvencionālā lāzerapstrāde notiek inertā atmosfērā un nenotiek nekādas materiāla ķīmiskā sastāva izmaiņas. Turpretī ķīmiskajā lāzerapstrādē notiek materiāla ķīmiskā sastāva izmaiņas, vai tiek ierosinātas ķīmiskās reakcijas. Reālos gadījumos bieži apstrādes iedalījums ķīmiskā vai neķīmiskā ir problemātisks vai vispār nav iespējams [133].

Mijiedarbības mehānisms starp lāzera gaismu un vielu ir atkarīgs no lāzera stara parametriem un fiziskajām un ķīmiskajām vielas īpašībām. Lāzera stara parametri ir viļņa garums, intensitāte, spātiālā un temporālā koherence, polarizācija, mijiedarbības leņķis un laiks. Materiālu var raksturot ar tā ķīmisko sastāvu un mikrostruktūru.

Konvencionāla lāzerapstrāde parasti tiek veikta ar infrasarkanā (IR) spektra lāzeru gaismu. Tas var ierosināt brīvus elektronus metālā, vai vibrācijas izolatorā. Pusvadītājos var notikt abu veidu ierosinājumi. Pamatā ierosinājuma enerģija pārvēršas siltumā laikā, kas ir īss salīdzinājumā ar citiem procesa laika posmiem. Sekojoši, lāzera stars ar nelielu vai vidēju intensitāti var tikt uzskatīts kā siltuma avots, kas ierosina temperatūras pieaugumu uz parauga virsmas. Temperatūras sadalījums ir atkarīgs no parauga materiāla optiskajām un termālajām īpašībām, un fāzu pāreju tuvumā - no pārejas enerģijas. Shematiski tas ir parādīts zīmējumā 4.3.1.1..

Ja lāzera stara enerģija ir liela, var notikt parauga materiāla iztvaikošana. Pieaugot lāzera enerģijai, iztvaikojošo daļiņu skaits arī pieaug, un svarīga kļūst lāzera stara mijiedarbība ar šīm daļiņām, kā rezultātā daļiņas jonizējas un rodas plazma. Parasti plazma intensīvi absorbē lāzera gaismu. Sakarā ar procesa nelinearitāti, nelielas lāzera stara parametru izmaiņas var kardināli izmainīt procesa rezultātu. Neskatoties uz šīm grūtībām, lāzera ierosinātas morfoloģiskas, strukturālas un kompozicionālas materiālu virsmu un plānu kārtiņu izmaiņas rada lielu interesi. Populārākie konvencionālas lāzerapstrādes veidi ir lāzeratkvēlināšana, cietības transformēšana, rekristalizācija, glazēšana, pārklājumu iegūšana, materiālu rūdīšana u.c. Lāzera stara jauda šādos procesos parasti ir  $10^3 - 10^8$



4.3.1.1. zīmējums.

Temperatūras sadalījums uz parauga virsmas, iedarbojoties uz to ar lāzera staru.

1 - lāzera stars, 2 - temperatūras sadalījums, 3 - paraugs, 4 - virsmas ierosinājumi.

$W/cm^2$ . Procesa dziļums ir no daži desmiti angstrēmi līdz vairāki centimetri, kas atkarīgs no parauga materiāla un lāzera parametriem [133].

Materiālu ķīmiskajā lāzerapstrādē tiek veidoti pārklājumi un fizikāli - ķīmiskas modifikācijas ierosinot ķīmisku reakciju. Apstrādājot paraugus ar lāzera staru dažādās atmosfērās var veikt virkni procesu: iegūt dažādus pārklājumus, kodināt, veikt ablāciju, sintēzi, dopēšanu, oksidēšanu, nitridizāciju, reducēšanu, metalizāciju, polimerizāciju u.c.

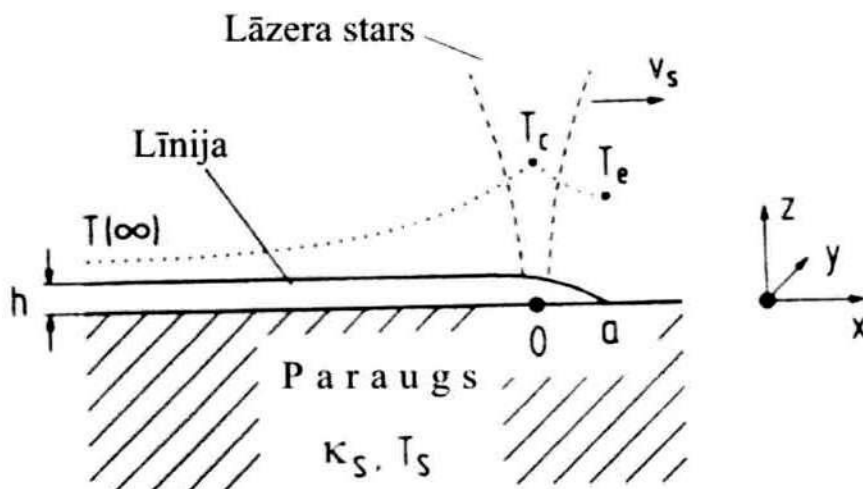
Ķīmiskās reakcijas ierosinājums var būt netermāls vai termāls. Netermālus ierosinājumus sauc par fotoķīmiskiem un termālus - par termoķīmiskiem. Fotoķīmiski ierosinājumi var būt fotoelektroni pie metālu virsmas, elektrona-cauruma pāri pusvadītājos, virsmas polaritonu selektīvi ierosinājumi u.c. Tīri fotoķīmiskos procesos temperatūras pieaugums ir ļoti neliels un var tikt neievērots.

Bieži fotoķīmiskie procesi notiek kopā ar termoķīmiskiem, kāds no tiem var dominēt, vai iesākties viens un turpināties otrs.

Precīzai termāla vai netermāla lāzerapstrādes procesa definēšanai ir nepieciešamas detalizētas zināšanas par fundamentālu gaismas mijiedarbību ar vielu un par daudziem relaksāciju laikiem. Šāda informācija ir pieejama tikai dažām speciālām sistēmām. Šī iemesla dēļ, definīcijas parasti nav ļoti striktas, vēl jo vairāk tādēļ, ka primārā gaismas mijiedarbība ar vielu vienmēr ir netermāla [133].

Mūsu laboratorijā tika realizēts tiešais lāzērieraksts, kas nozīmē kādas struktūras vai raksta izveidošanu parauga virsmā, uz to soli pa solim iedarbojoties ar lāzeru. Rezultātā uz parauga virsmas var iegūt noteikta veida līnijas vai liknes, kuru morfoloģija un ģeometrija ir stipri atkarīga no lāzera jaudas.

Teorētiski izskaitļots temperatūras sadalījums uz parauga virsmas tiešā lāzērieraksta laikā shematiski ir attēlots zīmējumā 4.3.1.2..



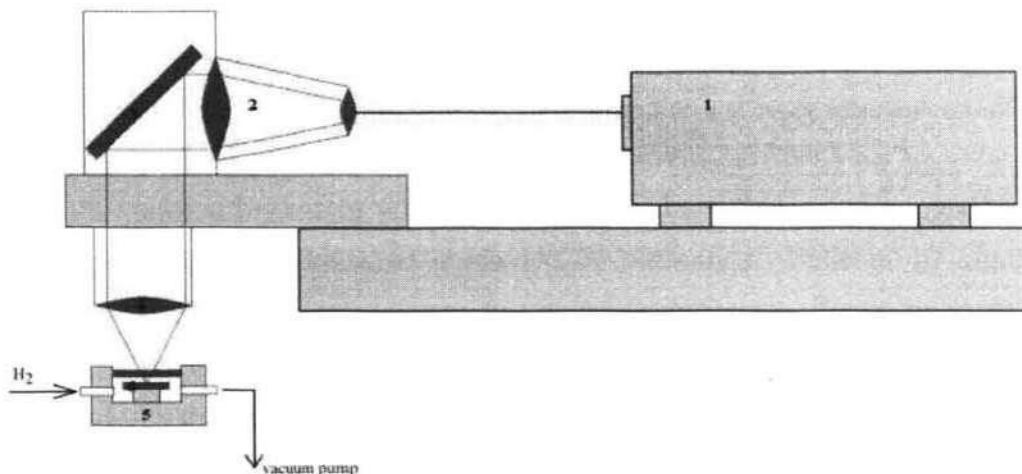
#### 4.3.1.2. zīmējums.

Temperatūras sadalījums uz parauga virsmas tiešā lāzērieraksta laikā.  
 Koordinātu sistēmas sākums ir lāzera stara vidū,  $T_c$  - temperatūra p-tā  $x = 0$ ,  
 $T_e$  - temperatūra p-tā  $x = a$ .

Lāzera stara pārvietošanās notiek pa  $x$  asi ar ātrumu  $v_c$ , un iegūto līniju īpašības ir atkarīgas arī no šī stara pārvietošanās ātruma.

Tiešais lāzērieraksts tiek plaši izmantots, jo ir iespējams iegūt dažādas mikrostruktūras ar labu morfoloģiju un citiem parametriem. Tā piemēram, tiešo lāzērierakstu izmanto omisko kontaktu veidošanai, ķēžu labošanai mikroelektro-niskās ierīcēs, litogrāfisko masku defektu labošanai, mikrolēcu un dažādu trīsdi-mensiju mikroskopisku objektu izgatavošanai [133].

Mūsu laboratorijā tika izveidota iekārta kārtiņu lāzerapstrādei, ar kuras palī-dzību ir iespējams veikt dažādu paraugu lāzerapstrādi dažādās atmosfērās (4.3.1.3. zīm.). Paraugi tiek ievietoti kamerā ar logu, kura ir hermētiski izolēta un tajā tika uzturēta ūdeņraža atmosfēra ar  $1 - 2 \cdot 10^5$  Pa lielu spiedienu. Kā starojuma avots tika izmantots CW YAG:Nd (viļņa garums 1064 nm) lāzers. Lāzera stars tiek fokusēts uz parauga virsmas, stara diametra izmērs pie  $1/e^2$  intensitātes bija  $2\omega_0 = 20\mu m$ . Tiešam lāzērierakstam stars tika pārvietots per-pendikulāri parauga virsmai ar programmējama x-y galda palīdzību. Iegūtās



#### 4.3.1.3. zīmējums.

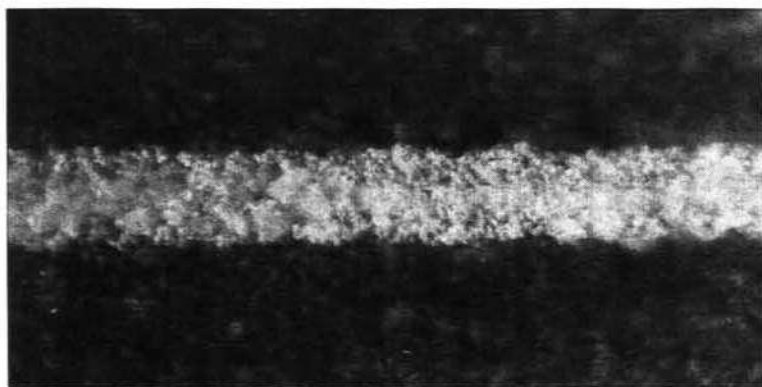
Lāzerapstrādes iekārtas shēma.

1 - lāzers, 2 - lēcu sistēma, 3 - spogulis, 4 - kustīga lēca, 5 - reakcijas kamera, 6 - paraugs.

līnijas tika novērtētas ar optiskā mikroskopa palīdzību, to pretestība uz garuma vienību tika noteikta ar standarta četru zonu metodi istabas temperatūrā.

### 4.3.2. *Lāzerapstrādes ietekme uz kārtiņu vadītspēju un magnētiskajām īpašībām*

Darbos [134, 135] tika ziņots par vadošu līniju lāzerierakstu Y-Ba-Cu-O keramikā. Līnijas tika iegūtas pēc augstāk aprakstītās metodikas (4.3.2.1.. zīm.).



#### 4.3.2.1. zīmējums.

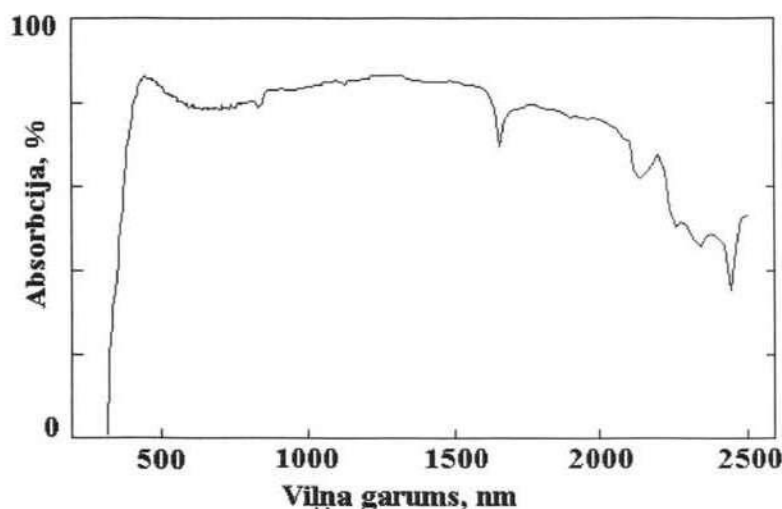
Tiešajā lāzerierakstā iegūta līnija Y-Ba-Cu-O keramikā.

Šī metode tika izmantota arī indija alvas oksīda (ITO) kārtiņu metalizācijai. ITO ir viens no visplašāk lietotajiem vadošajiem oksīdiem, jo tas apvieno labu elektrovadītspēju, ko iespējams mainīt plašās robežās, mainot skābekļa daudzumu



kārtniņā, un labas optiskās īpašības. Šo oksīdu lieto dažādās optoelektroniskās ierīcēs, plakanaajos displejos, sensoros u.c. ierīcēs [136–141].

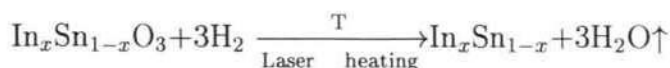
Mūsu izmantotās ITO kārtiņas tika iegūtas reaktīvajā magnetronu uzputināšanā no metāliska avota. Mērķis bija 20 cm diametrā In (92%) un Sn (8% pēc svara). Pārklājums In:Sn tika izkausēts argona/skābekļa/ūdeņraža atmosfērā un 400 nm biežumā tika uzklāts uz stikla (XC3) pamatnes. Paliktņi 10 minūtes tika tīrīti ultraskaņas tīrītājā ar acetonu un tad ar metanolu. Pirms ievietošanas sistēmā, visi paraugi tika nosusināti ar sausu slāpekli. ITO kārtiņu mikrostruktūra ir mikrokristāliska, ar nelielām metāliskām (In) saliņām [142, 143]. Tika izmantoti paraugi ar pretestību  $\approx 10 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ , kas ir 100 - 1000 reizes augstāka par metalizēto līniju pretestību. Kārtiņu gaismas absorbcijas spektrs redzams zīmējumos 4.3.2.2. un 4.3.2.3..

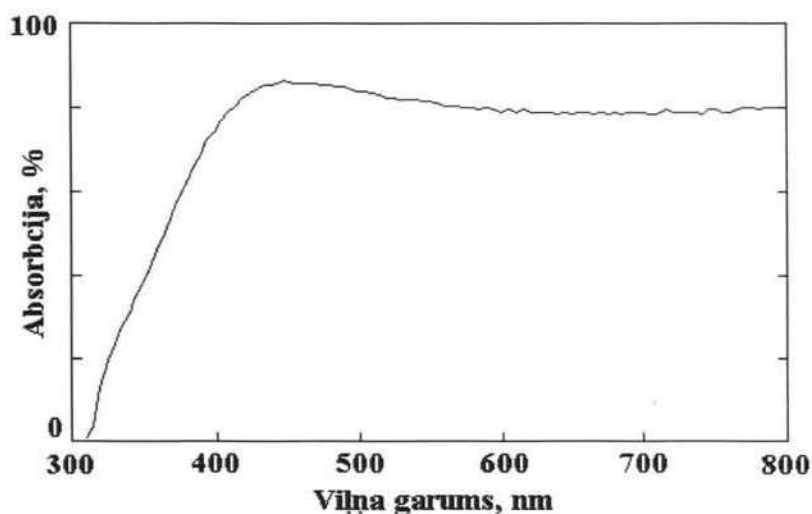


4.3.2.2. zīmējums.

ITO absorbcijas spektrs gaismas viļņa garumu diapazonā 300 - 2500 nm.

Lāzera stara izraisīto reakciju ITO kārtiņā vienkāršoti var attēlot šādi:



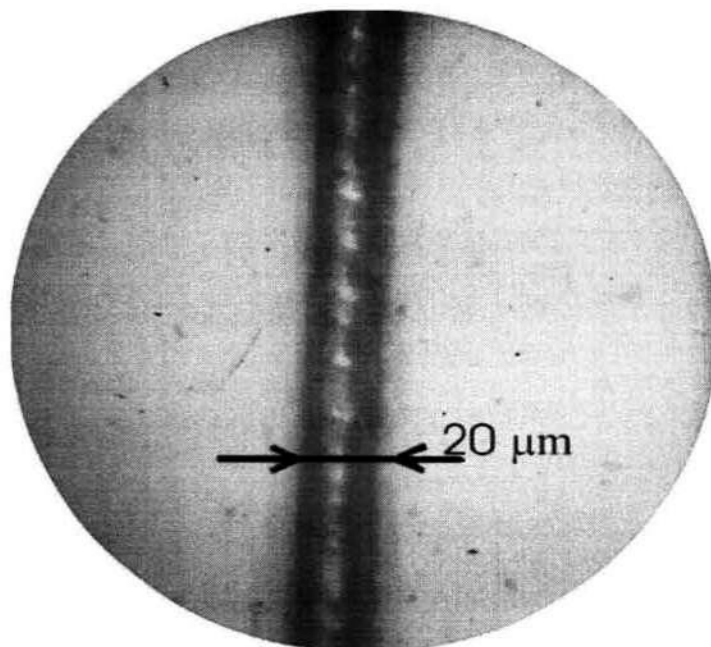


#### 4.3.2.3. zīmējums.

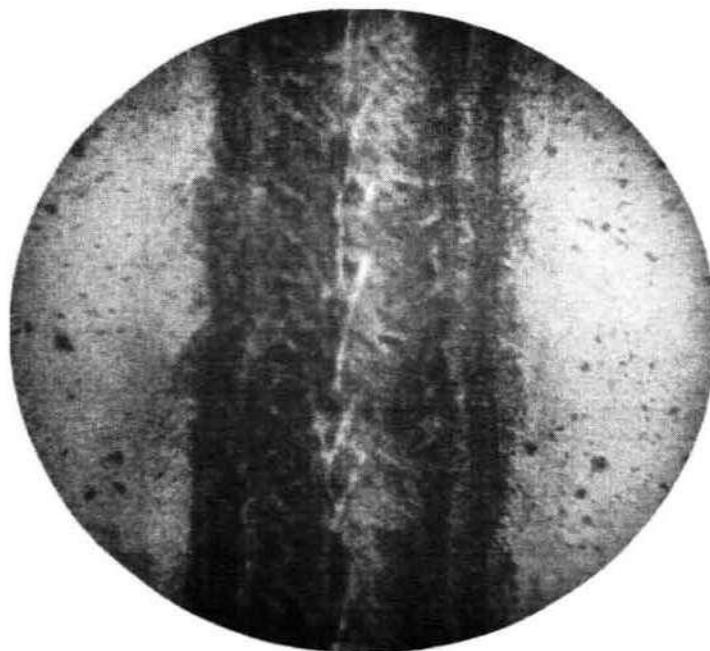
ITO absorbcijas spektrs gaismas viļņa garumu diapazonā 300 - 800 nm.

Rezultātā tika iegūtas metāliskas līnijas ITO kārtiņu virsmā (4.3.2.4. - 4.3.2.6. zīm.).

Tika veikti eksperimenti ar dažādām lāzera jaudām un stara pārvietošanās ātrumiem ūdeņraža atmosfērā  $1,5 \cdot 10^5$  Pa lielā spiedienā. Kā redzams attēlos, ja lāzera jauda ir neliela vai vidēja (1-7 W), tad tiek iegūtas līnijas ar pietiekami labu metalizācijas pakāpi. Ja lāzera stara jaudu palielina, notiek paliktņa destrukcija temperatūras gradienta dēļ, kas rada arī līniju vadītspējas samazināšanos.



(a)



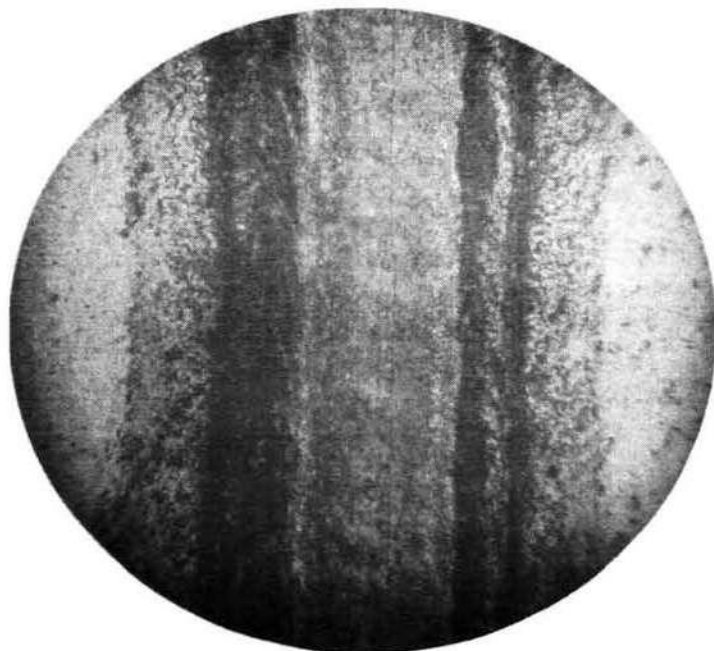
(b)

#### 4.3.2.4. zīmējums.

Metalizētas līnijas ITO kārtiņas virsmā. Atmosfēra -  $H_2$ , spiediens  $1,5 \cdot 10^5$  Pa, lāzera jauda  $\approx 6,5$  W un stara pārvietošanās ātrums -  $51 \mu\text{m/s}$ .



(a)



(b)

#### 4.3.2.5. zīmējums.

Metalizētas līnijas ITO kārtiņas virsmā. Atmosfēra -  $H_2$ , spiediens  $1,5 \cdot 10^5$  Pa, lāzera jauda  $\approx 6,5$  W un stara pārvietošanās ātrums -  $84 \mu\text{m/s}$  (a) un  $244 \mu\text{m/s}$  (b).



(a)

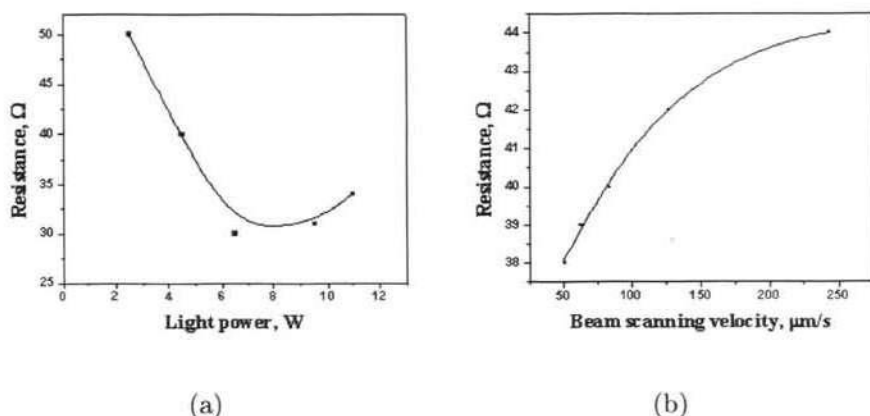


(b)

#### 4.3.2.6. zīmējums.

Metalizētas līnijas ITO kārtiņas virsmā. Atmosfēra -  $H_2$ , spiediens  $1,5 \cdot 10^5$  Pa, lāzera jauda  $\approx 9,5$  W un stara pārvietošanās ātrums -  $51 \mu\text{m/s}$  (a) un  $127 \mu\text{m/s}$  (b).

Līniju pretestības atkarība no lāzera stara jaudas un skanēšanas ātruma parādīta zīmējumā 4.3.2.7..



4.3.2.7. zīmējums.

Metalizēto līniju pretestības atkarība no lāzera stara jaudas (a) un stara pārvietošanās ātruma (b).

Eksperimentālie dati parāda, ka tiešajā lāzēriestā iegūto līniju pretestība ir atkarīga gan no lāzera stara jaudas, gan stara pārvietošanās ātruma. Lielas vadītspējas līniju iegūšanai ir jāizmanto lielāka jauda un mazāks stara pārvietošanās ātrums, jo reducēšanās reakcijai ir nepieciešams laiks un augsta temperatūra. Bet jāņem vērā parauga paliktņa izturība, kura plaisāšana temperatūras gradienta dēļ var krasi samazināt līniju vadītspēju, vai arī pamatne var tikt pilnībā sagrauta.

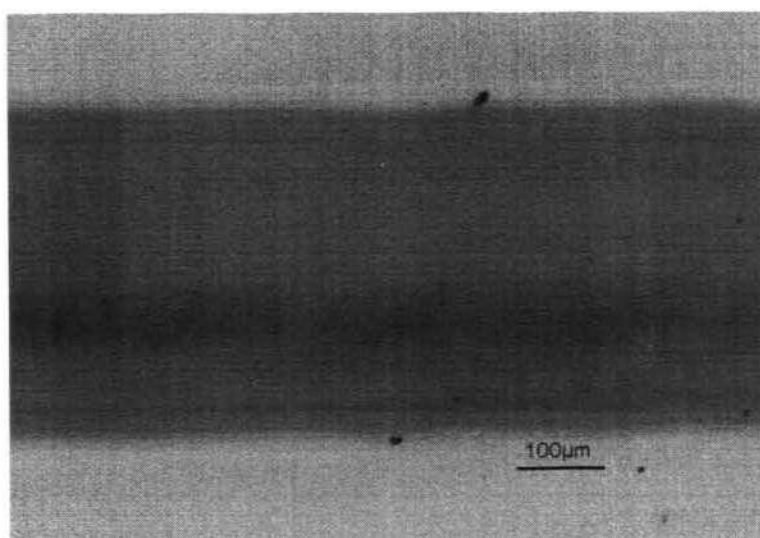
Šādu tehnoloģiju var izmantot dažādu sensoru ražošanai, kontakta nodrošināšanai u.c. mērķiem. Mūsu ideja ir izmantot šo tehnoloģiju magnētisku-nemagnētisku mikrostruktūru izveidošanai magnētiskās kārtiņās. Viens no veidiem, kā iegūt šāda veida struktūras, ir iedarboties ar lāzera staru konvenciāli – lokāli iztvaicēt magnētisko materiālu. Zīmējumā 4.3.2.8. ir redzamas iztvaicēta līnija daudzslāņu sistēmā /Fe/Al/x3, kur Fe un Al slāņu biezums ir 30 nm.

Kā tika parādīts iepriekš (skat. nodaļu 4.2.3.), šāda daudzslāņu sistēma temperatūras ietekmē aktīvi veido savienojumu FeAl, kuram ir atšķirīgas magnētiskās īpašības. Ar lāzera palīdzību ir mēģināts panākt lokālu šāda savienojuma veidošanos, kas ir vēl viena iespēja magnētisku-nemagnētisku mikrostruktūru izveidošanā (4.3.2.9. zīm.).



#### 4.3.2.8. zīmējums.

Ar lāzera staru (defokusēts, jauda  $\approx 9,5$  W) iztvaicēta līnija /Fe/Al/x3 paraugā uz sitāla pamatnes.



#### 4.3.2.9. zīmējums.

Ar lāzera staru (defokusēts, jauda  $\approx 1$  W) izveidota līnija /Fe/Al/x3 paraugā uz sitāla pamatnes.

Pagaidām mūsu rīcībā nav tehnikas, kas apstiprinātu ka iegūtā līnija ir ar savādākām magnētiskajām īpašībām, bet darbs tiek turpināts.

## 5. Promocijas darba galvenie rezultāti

Darba veikšanai tika projektēta un izgatavota oriģināla iekārta - modificēta Peninga šūna nanostrukturētu vienslāņa un daudzslāņu kārtiņu iegūšanai plazmas uzputināšanas ceļā, un veikta tās izpēte iekārtā ar bāzes vakuumu  $10^{-9}$  tori.

Izmantojot datormodelēšanu, aprēķināts Peninga šūnas potenciālu sadalījums trijās dimensijās dažādām elektrodu konfigurācijām - ideālam Peninga slazdam un Peninga šūnai ar cilindrisku un stieņveida anodu. Peninga šūnas ar cilindrisku un stieņveida anodu potenciālu sadalījums maz atšķiras no ideālā gadījuma. Iegūtie dati tika izmantoti uzputināšanas iekārtu izveidošanā. Tika izveidotas modificētas Peninga šūnas ar stieņveida un T veida anodiem, kā arī ar atvērtu cilindrisko jeb  $\sqcup$ veida anodu. Visām katodu ģeometrijām tika iegūtas voltampēru raksturlīknes, secināts, ka vislabāk uzputināšanas iekārtai atbilst modificētā šūna ar  $\sqcup$ veida anodu.

Atklāta Peninga šūnas ar oglekļa elektrodēm spēja efektīvi atsūknēt inerto gāzi (ksenonu) [144]. Šāda spēja nav raksturīga parastajiem magnētizlādes vakuuma sūkņiem, kuros par katoda materiālu kalpo aktīvie metāli (Ti u.c.). Pētījumi parādīja, ka tā izmantojama kā inerto gāzu sūknis spiediena diapazonā  $2 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-4}$  tori.

Izstrādāta vienslāņu un daudzslāņu nanostrukturētu kārtiņu uzputināšanas metodika. Darba gaitā kamerā tiek iegūts ultraaugsts vakuums - līdz  $10^{-9}$  tori. Tad kamerā tiek ielaista tīra darba gāze, kuras spiediens darba režīmā ir  $7 \cdot 10^{-4}$  tori. Tas tiek regulēts ar modificētu Peninga šūnu ar oglekļa katodiem [144]. Darba gāzes patēriņš ir aptuveni  $3 \cdot 10^{-5}$  litri vienā procesā, tātad līdz pat  $3 \cdot 10^{-6}$  l uz vienu paraugu.

Modelēšanas ceļā novērtēts un eksperimentāli pārbaudīts iegūto kārtiņu biezuma vienmērīgums. Eksperimentālam kārtiņu biezuma vienmērīguma novērtējumam uz paliktņiem 60x60 mm trijos dažādos attālumos no elektroda tika uzputinātas puscaurspīdīgas Al kārtiņas un iegūts caur šīm kārtiņām izgājušās gaismas intensitātes sadalījums pa kārtiņas virsmu. Iegūtie eksperimentālie dati salīdzināti ar teorētiskajiem. Parādīts, ka katodu izputināšanā Peninga izlādē daļiņu sadalījumu pa izlidošanas leņķiem  $\Theta$  var aproksimēt ar funkciju  $((n + 1)/2\pi) \cos^n \Theta$  [59, 60], ja  $n=1$  (attālumam  $d_1 = 59$  mm) un  $n=0,25$  (attālumam  $d_2 = 104$  un  $d_3 = 129$  mm).

Pētījumiem tika izmantotas plazmas uzputināšanas ceļā iegūtas dažāda biezuma (50 - 900 nm) vienslāņa Al, Fe, Ni, W, Mo; divslāņu Ti/Fe, Zr/Fe, Hf/Fe



un daudzslāņu C/Al/ $\times 15$ /C, C/Ti/ $\times 15$ /C, C/Fe/ $\times 3$ , Al/Fe/ $\times 3$ , [Co/Fe/Ni] $\times n$  kārtiņas uz stikla, silīcija un sitāla pamatnēm kā arī ar mikrotriboloģisko metodi [145] iegūtas nanostrukturētas Al un Cu kārtiņas.

Promocijas darbs veltīts nanostrukturētu (nanometru biezuma) kārtiņu struktūras un magnētisko īpašību izpētei un to modificēšanas iespēju noskaidrošanai. Pētīta 20 līdz 100 nm biezu Fe kārtiņu tekstūras atkarība no apakšslāņa biezuma, apakšslānim izmantojot metālus (Ti, Hf un Zr), kuru režģa periods ir tuvs Fe režģa periodam. Apakšslāņa biezums tika mainīts no 0,5 līdz 300 nm. Dzelzs kārtiņu difraktogrammās tika reģistrēti tikai difrakcijas maksimumi [110] un to otrā kārtā [220]. Novērota Fe kārtiņas difrakcijas maksimumu intensitātes atkarība no apakšslāņa maksimumu intensitātes, kas liecina par apakšslāņa tekstūras ietekmi. Atrasts, ka Fe kārtiņu teksturēšanās pakāpe nav likumsakarīgi atkarīga no apakšslāņa biezuma.

Atkvēlinot Fe kārtiņas, novērota koherentās izkliedes bloku pārorientācija: 500 nm biežai Fe kārtiņai pirms atkvēlināšanas tika novērots maksimums [110], bet pēc atkvēlināšanas šis maksimums vairs netika novērots, toties, parādījās intensīvs maksimums [200]. Atrasta rentgendifrakcijas maksimumu intensitātes nelineāra atkarība no plēves biezuma: pie 673 K un 773 K atkvēlinātai 70 nm Fe kārtiņai difrakcijas maksimumu intensitāte ir augstāka kā 100 nm un 200 nm kārtiņām pie tādām pašām temperatūrām. Šie fakti tiek skaidroti ar jau uzklāto slāņu tekstūras ietekmi uz nākošo slāņu teksturēšanos.

Fe kārtiņās novērota koercivitātes samazināšanās 1,5 līdz 4 reizes, pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai no 273 K līdz 773 K. Iespējams, ka to rada izmaiņas paraugu kristāliskajā tekstūrā.

Pirmoreiz veikti sistemātiski pētījumi par atkvēlināšanas ietekmi uz Ni kārtiņu struktūru un magnētiskām īpašībām. Novērots magnētisku 50 - 200 nm biezu Ni kārtiņu, kā arī 17,5 un 24,5 nm biezu daudzslāņu [Co/Fe/Ni] $n$  sistēmu koercivitātes pieaugums palielinoties kārtiņu biezumam un atlaidināšanas temperatūrai. Ni kārtiņām, pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai no 273 K līdz 773 K, koercivitāte palielinās apm. 3 reizes. Daudzslāņu nanostrukturētai [Co/Fe/Ni] $n$  sistēmai pieaugot atkvēlināšanas temperatūrai no 273 K līdz 773 K, koercivitāte palielinās 8 reizes.

Visām magnētiskajām kārtiņām novērota inducētā magnētiskā anizotropija, par ko liecina ievērojama magnetizācijas likņu un histerēzes cilpu, kas mērītas divos savstarpēji perpendikulāros lauka virzienos, atšķirība. To rada kārtiņu izgatavošanas procesā paralēli pamatnei pieliktais magnētiskais lauks. Pēc

atkvēlināšanas 673 un 773 K temperatūrā šī anizotropija zūd. Šo īpašību izmaiņu var skaidrot ar kārtiņu teksturēšanās pieaugumu, kristalītu izmēra palielināšanos un virsmas graudainības samazināšanos.

Veikts pētījumu cikls par starpslāņu lomu daudzslāņu kārtiņu termiskās stabilitātes paaugstināšanā. Izmantoti alumīnija oksīda un amorfā oglekļa starpslāņi. Par amorfā oglekļa starpslāņu izmantošanas perspektīvu bija īpaša interese arī tehnisku iemeslu dēļ, jo Peninga šūnas ar oglekļa katodiem tiek izmantotas izstrādātajā uzputināšanas iekārtā. Pētāmo objektu lokā iekļauti arī ar oriģinālu mikrotriboloģisko metodi iegūti nanostrukturētie Al un Cu pārklājumi. Atrasts, ka ar mikrotriboloģisko metodi iegūtie Al/Al oksīda nanostrukturētie pārklājumi ir termiski stabili temperatūrās pat līdz 800 K, kas tuva alumīnija kušanas temperatūrai. Neparasti augsto nanostrukturētas saglabāšanās spēju nodrošina alumīnija oksīda starpslāņi, radot barjeru difūzijas kontrolētai graudu augšanai. Atrasts, ka arī oglekļa starpslāņi nodrošina nanostrukturētas saglabāšanos, nepieļaujot metāla graudu augšanu caur slāņiem. Taču konstatēts, ka gan uzputināšanas, gan karsēšanas laikā notiek starpslāņu modifikācija, uz to robežvirsmām veidojoties karbīdiem, ko apstiprina karbīdiem atbilstošu difrakcijas maksimumu parādīšanās rentgendifrakcijas spektros un kārtiņu mikrociētības ievērojams pieaugums. Šādu reakciju aktivēšanās jau uzputināšanas laikā ir raksturīga plazmas uzputināšanas procesam [54].

Pētītie nanostrukturētie Al/Al oksīda pārklājumi kā arī Ti un Al daudzslāņu plazmas pārklājumi ar amorfā oglekļa starpslāņiem sava nanostrukturētā stāvokļa, kā arī cieto oksīdu un karbīdu klātbūtnes dēļ uzrādīja augstu cietību, kura vairākkārt pārsniedz masīviem metāliem raksturīgo cietību. Augstās cietības dēļ šie pārklājumi varētu būt perspektīvi triboloģiskiem u.c. pielietojumiem.

Pētīta kārtiņu modifikācijas iespēja lāzerstarojuma iedarbībā. Fe/Al daudzslāņu kārtiņās parādīta magnētiska materiāla lokālas iztvaicēšanas iespēja, kas ļauj mainīt magnētisko kārtiņu konfigurāciju un veidot tajā no kārtiņas brīvus celiņus vai apgabalus. Izmantojot indija alvas oksīda (ITO) kārtiņas kā modeļa materiālu, parādīta struktūras lokālas modifikācijas iespēja lāzerstarojuma inducēto ķīmisko reakciju rezultātā. Tiesajā lāzēriestā, kas veikts reducējošā ūdeņraža atmosfērā ar CW YAG:Nd (viļņa garums 1064 nm) lāzera palīdzību, ITO kārtiņās iegūti vadoši celiņi, kuru pretestība ir līdz pat 1000 reizes zemāka nekā neapstrādātai kārtiņai. Šīs tehnoloģijas izmantošana ir perspektīva daudzslāņu kārtiņās, inducējot reakcijas uz robežvirsmām.

Tuvākajā nākotnē ir plānots turpināt un padziļināt pētījumus plāno kārtiņu

modificēšanā ar lāzerstarojumu, kā arī veikt dažādu daudzslāņu kārtiņu kombināciju meklējumus, lai radītu jaunus materiālus ar specifiskām magnētiskām, elektriskām un mehāniskām īpašībām dažādiem pielietojumiem (sensori, atmiņas u.c. funkcionālo elementi, antifrikcijas pārklājumi u.t.t.).

## 6. Promocijas darba tēzes

1. Projektēta un izgatavota modificēta Peninga šūna nanostrukturētu vienslāņa un daudzslāņu kārtiņu iegūšanai un veikta izstrādātas tehnoloģijas izpēte iekārtā ar bāzes vakuumu  $10^{-9}$  tori, kā darba gāzi izmantojot Xe. Parādīts, ka šūna ar oglekļa elektrodiem izmantojama kā inerto gāzu sūkņis spiediena diapazonā  $2 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-4}$  tori.
2. Pētīta Fe kārtiņu tekstūras atkarība no Ti, Hf un Zr apakšslāņa biezuma. Novērota Fe kārtiņas difrakcijas līniju intensitātes atkarība no apakšslāņa līniju intensitātes, kas liecina par apakšslāņa orientācijas ietekmi. Atrasts, ka Fe kārtiņu teksturēšanās pakāpe nav atkarīga no apakšslāņa biezuma.
3. Visām magnētiskajām kārtiņām novērota inducētā magnētiskā anizotropija, ko rada kārtiņu uzputināšanas procesā paralēli pamatnei pieliktais magnētiskais lauks, un kura izzūd pēc kārtiņu atkvēlināšanas.  
Ni un daudzslāņu [Co/Fe/Ni]<sub>n</sub> kārtiņās novērots koercivitātes pieaugums palielinoties kārtiņu biezumam un atkvēlināšanas temperatūrai. Ni kārtiņas kļūst magnētiski cietākas. Novērotās izmaiņas var skaidrot ar kārtiņu teksturēšanās pieaugumu, kristalītu izmēra un virsmas graudainības palielināšanos.  
Atkvēlinot Fe kārtiņas, novērota koherentās izkliedes bloku pārorientācija un atrasta rentgendifrakcijas maksimumu intensitātes nelineāra atkarība no kārtiņas biezuma, kas izskaidrojama ar jau uzklāto slāņu tekstūras ietekmi uz nākošo slāņu teksturēšanos.
4. Pētīta Ti un Al daudzslāņu nanostrukturēto kārtiņu struktūras stabilizēšanas iespēja, izmantojot alumīnija oksīda un amorfā oglekļa starpslāņus. Atrasts, ka gan oksīda, gan oglekļa starpslāņi nodrošina nanostrukturās saglabāšanos temperatūrās līdz 800 K, radot barjeru difūzijas kontrolētai kristalītu augšanai caur slāņiem. Novērota oglekļa starpslāņu modifikācija, uz to robežvirsmām gan uzputināšanas, gan karsēšanas laikā veidojoties karbīdiem, ko apstiprina rentgendifrakcijas dati un kārtiņu mikrocietības ievērojams pieaugums.
5. Pētīta kārtiņu modifikācijas iespēja lāzerstarojuma iedarbībā. Fe/Al daudzslāņu kārtiņās parādīta magnētiska materiāla lokālas iztvaicēšanas iespēja, kas ļauj mainīt magnētisko kārtiņu konfigurāciju.

## Pateicības

Darbs izpildīts ar projekta VPD1/ESF/PIAA/04/NP/3.2.3.1/0003/0065 “Atbalsts doktorantūras studijām un pēcdoktorantūras pētījumiem dabas zinātnēs un informācijas tehnoloģijās” un LZP projekta 01.0348 “Daudzslāņu metālisku plēvju kristāliskās struktūras un magnētoptisko īpašību termiski stimulētu izmaiņu pētīšana” finansiālu atbalstu.

Autors izsaka visdziļāko pateicību visiem publikāciju līdzautoriem par ieguldījumu šī darba tapšanā.

## Citētā literatūra

- [1] C. Prados, D. Garcia, F. Lesmes, J.J. Freijo, A. Hernando. Extraordinary anisotropic magnetoresistance effect under 35 Oe field at room temperature in Co/Ni multilayers. *Applied Physics Letters*. **67**(5), 718, 1995.
- [2] J.C. Jacquet, T. Valet. A new magneto-optical effect discovered on magnetic multilayers: the magnetorefractive effect. In *Proc. Symp.: Magnetic Ultrathin Films, Multilayers and Surfaces*, pp. 477–490, San Francisco, 1995. ACM.
- [3] T. Katayama, Y. Suzuki, H. Awano, Y. Nishihara, N. Koshizuka. Enhancement of the magneto-optical Kerr rotation in Fe/Cu bilayered films. *Phys. Rev. Lett.* **60**, 1426–1429, 1988.
- [4] S.S.P. Parkin, Z.G. Li, David J. Smith. Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers. *Applied Physics Letters*. **58**(23), 2710–2712, 1991.
- [5] J.M. Gallego, D. Lederman, T.J. Moran, I.K. Schuller. Large magnetoresistance with low saturation fields in magnetic/magnetic superlattices. *Applied Physics Letters*. **64**(19), 2590, 1994.
- [6] Murayama, A.Hyomi, K. Eickmann, J. Falco. Underlayer-induced perpendicular magnetic anisotropy in ultrathin Co/Au/Cu(111) films: A spin-wave Brillouin scattering study. *Physical Review*. **B**(58), 8596, 1998.
- [7] W.B. Zeper, F.J.A.M. Greidanus, P.F. Carcia, C.R. Fincher. Perpendicular magnetic anisotropy and magneto-optical Kerr effect of vapor-deposited Co/Pt-layered structures. *Journal of Applied Physics*. **65**(12), 4971–4975, 1989.
- [8] C.-J. Lin, G.L. Gorman. Evaporated CoPt alloy films with strong perpendicular magnetic anisotropy. *Applied Physics Letters*. **61**(13), 1600–1602, 1992.
- [9] B.M. Lairson, B.M. Clemens. Enhanced magneto-optic Kerr rotation in epitaxial PtFe(001) and PtCo(001) thin films. *Applied Physics Letters*. **63**(10), 1438–1440, 1993.
- [10] R.E. Camley, J. Barnas. Theory of giant magnetoresistance effects in magnetic layered structures with antiferromagnetic coupling. *Phys. Rev. Lett.* **63**, 664–667, 1989.
- [11] G.C. Xiong, Q. Li, H.L. Ju, S.M. Bhagat, S.E. Lofland, R.L. Greene, T. Venkatesan. Giant magnetoresistive memory effect in  $\text{Nd}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_z$  films. *Applied Physics Letters*. **67**(20), 3031–3033, 1995.
- [12] B. Dieny, V.S. Speriosu, S.S.P. Parkin, B.A. Gurney, D.R. Wilhoit, D. Mauri. Giant magnetoresistive in soft ferromagnetic multilayers. *Phys. Rev.* **B**(43), 1297–1300, 1991.
- [13] S.S.P. Parkin, R. Bhadra, K.P. Roche. Oscillatory magnetic exchange coupling through thin copper layers. *Phys. Rev. Lett.* **66**, 2152–2155, 1991.
- [14] S.S.P. Parkin. Systematic variation of the strength and oscillation period of indirect magnetic exchange coupling through the 3d, 4d, and 5d transition metals. *Phys. Rev. Lett.* **67**, 3598–3601, 1991.
- [15] J. Unguris, R.J. Celotta, D.T. Pierce. Observation of two different oscillation periods in the exchange coupling of Fe/Cr/Fe(100). *Phys. Rev. Lett.* **67**, 140–143, 1991.
- [16] P.J.H. Bloemen, R. van Dalen, W.J.M. de Jonge. Short period oscillation of the interlayer exchange coupling in the ferromagnetic regime in Co/Cu/Co(100). *Journal of Applied Physics*. **73**(10), 5972–5974, 1993.

- [17] M.H. Kryder. Magneto-optical storage materials. *Thin Solid Films*. **216**(1), 174, 1992.
- [18] H. Kanai, K. Yamada, K. Aoshima, Y. Ohtsuka, J. Kane, M. Kanamine, J. Toda, Y. Mizoshita. Spin-Valve Read Heads with NiFe/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> Layers for 5 Gbit/in<sup>2</sup> Density Recording. *IEEE Trans. Magn.* **35**(5), 3368, 1996.
- [19] Z. Wang, Y. Nakamura. Quaternary giant magnetoresistance random access memory. *J. Appl. Phys.* **79**(8), 6639, 1996.
- [20] M. Xu, T.M. Liakopoulos, C.H. Ahn, S.H. Han, H.J. Kim. A Microfabricated Transformer for High Frequency Power and Signal Conversion. *IEEE Trans. Magn.* **34**(4), 1369, 1998.
- [21] K.H. Shin, M. Inoue, K.I. Arai. Strain sensitivity of highly magnetostrictive amorphous films for use in microstrain sensors. *Journal of Applied Physics*. **85**(8), 5465–5467, 1999.
- [22] I. Fergen, K. Seemann, A.V.D. Weth, A. Schuppen. Soft ferromagnetic thin films for high frequency applications. *J. Magn. Magn. Mater.* **146**, 242–245, 2002.
- [23] H. Lessoff, D.C. Webb. Magnetostatic wave planar YIG devices. *Thin Solid Films*. **39**, 185, 1976.
- [24] K. Takei, O. Ishii, M. Senda. Application of magnetic metal thin films to EMI noise filter. In *Electromagnetic Compatibility, IEEE International Symposium*, pp. 508–510, 1996.
- [25] D.W. Hoffman, J.-S. Park, and T.S. Morley. Inert gases in tungsten: A test of predictive capability. *J. Vac. Sci. Technol. A*. **12**(4), 1451–1456, 1994.
- [26] Window. Removing the energetic neutral problem in sputtering. *J. Vac. Sci. Technol. A*. **11**(4), 1522 – 1527, 1993.
- [27] L.V. Kozlovsky, E.M. Reikhrudel, G.V. Smirnitckaja. Electrical resistivity and structure of Hf films deposited in the discharge with oscillating electrons. *JTP*. **52**(7), 1448 – 1450, 1982.
- [28] L.V. Kozlovsky. Deposition of multilayers by ion sputtering. *Instruments and Experimental Techniques*. **38**(3), 417–420, 1995.
- [29] N.J. Tarantin. Some aspects of the Penning trap theory. *Nuclear Instr. Meth. Phys. Res.* **B**(126), 392–395, 1997.
- [30] Y.N. Hsu, S. Jeong, David E. Laughlin, David N. Lambeth. Effects of Ag underlayers on the microstructure and magnetic properties of epitaxial FePt thin films. *Journal of Applied Physics*. **89**(11), 7068–7070, 2001.
- [31] M. Pakala, Y. Huai, G. Anderson, L. Miloslavsky. Effect of underlayer roughness, grain size, and crystal texture on exchange coupled IrMn/CoFe thin films. *Journal of Applied Physics*. **87**(9), 6653–6655, 2000.
- [32] H. Zeng, M.L. Yan, N. Powers, D.J. Sellmyer. Orientation-controlled nonepitaxial L<sub>10</sub> CoPt and FePt films. *Applied Physics Letters*. **80**(13), 2350–2352, 2002.
- [33] M. Zheng, G. Choe, Kenneth E. Johnson. Seedlayer and underlayer effects on the crystallographic orientation and magnetic recording performance of glass media. *Journal of Applied Physics*. **91**(10), 7068–7070, 2002.

- [34] J.F. Gregg, S.M. Thompson, S.J. Dawson, K. Ounadjela, C.R. Staddon, J. Hamman, C. Fermon, G. Saux, K. O'Grady. Effect of magnetic interactions and multiple magnetic phases on the giant magnetoresistance of heterogeneous cobalt-silver thin films. *Phys. Rev. B* (49), 1064–1072, 1994.
- [35] J.F. Gregg, W. Allen, K. Ounadjela, M. Viret, M. Hehn, S. M. Thompson, J. M. D. Coey. Giant Magnetoresistive Effects in a Single Element Magnetic Thin Film. *Phys. Rev. Lett.* **77**, 1580–1583, 1996.
- [36] T. Otit, G.A. Niklasson, P. Svedlindh, C.G. Granqvist. Anisotropic optical, magnetic, and electrical properties of obliquely evaporated Ni films. *Thin Solid Films.* **307**, 245, 1997.
- [37] Y.V. Kudryavtsev, V.V. Nemoshkalenko, Y.P. Lee, K.W. Kim, C.G. Kim, B. Szymanski. Magneto-optical spectroscopy study of the solid-state reaction in Ti/Ni multilayered films. *J. Appl. Phys.* **88**(5), 2430, 2000.
- [38] O. Kohmoto, N. Mineji, Y. Isagawa, F. Ono, O. Kubo. Perpendicular anisotropy of sputtered Ni films. *J. Magn. Magn. Mater.* **239**, 36, 2000.
- [39] V. Koronkevich, V. Kiryanov, V. Korolkov, A. Poleshchuk, V. Cherkashin, E. Churin, A. Kharissov. Fabrication of diffractive optical elements by direct laser-writing with circular scanning. In *Proc. SPIE DIP-94*, Vol. 2363, pp. 290–297, 1995.
- [40] D.B. Chrisey, A. Pique, J. Fitz-Gerald, R.C.Y. Auyeung, R.A. McGill, H.D. Wu, M. Duignan. New approach to laser direct writing active and passive mesoscopic circuit elements. *Applied Surface Science.* **154-155**, 593–600, 2000.
- [41] A. Gupta, R. Jagannathan. Laser writing of copper lines from metalorganic films. *Applied Physics Letters.* **51**(26), 2254–2256, 1987.
- [42] A. Pique, D.B. Chrisey, R.C.Y. Auyeung, S. Lakeou, R. Chung, R.A. McGill, P.K. Wu, M.T. Duignan, J. Fitz-Gerald, H.D. Wu. Laser direct writing of circuit elements and sensors. In *Proc. SPIE*, Vol. 3618, pp. 330–339, 1999.
- [43] M.T. Gale, M. Rossi, J. Pedersen, H. Schuetz. Fabrication of continuous-relief micro-optical elements by direct laser writing in photoresists. *Optical Engineering.* **33**(11), 3556–3566, 1994.
- [44] R.C. Dye, R.E. Muenchausen, N.S. Nogar, A. Mukherjee, S.R.J. Brueck. Laser writing of superconducting patterns on  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  films. *Applied Physics Letters.* **57**, 1149–1151, 1990.
- [45] D.J. Ehrlich, R.M. Osgood, T.F. Deutsch. Laser chemical technique for rapid direct writing of surface relief in silicon. *Applied Physics Letters.* **38**, 1018–1020, 1981.
- [46] M. Rothschild, C. Arnone, D.J. Ehrlich. Excimer-laser etching of diamond and hard carbon films by direct writing and optical projection. *Journal of Vacuum Science and Technology B.* **4**(1), 310–314, 1986.
- [47] ДЖ. Поут, К. Ту, ДЖ. Мейер. *Тонкие пленки - взаимная диффузия и реакции.* Мир, Москва, 1982.
- [48] W. Sinke, G.P.A. Frijlink, F.W. Saris. Oxygen in titanium nitride diffusion barriers. *Applied Physics Letters.* **47**(5), 471–473, 1985.
- [49] E. Kolawa, J.S. Chen, J.S. Reid, P.J. Pokela, M.A. Nicolet. Tantalum-based diffusion barriers in Si/Cu VLSI metallizations. *Journal of Applied Physics.* **70**(3), 1369–1373, 1991.



- [50] H.P. Kattelus, E. Kolawa, K. Affolter, M-A. Nicolet. Sputtered W-N diffusion barriers. *Jour. Vac. Sci. Tech. A.* **3**(6), 2246–2254, 1985.
- [51] M. Takeyama, A. Noya, T. Sase, A. Ohta. Properties of TaN<sub>x</sub> films as diffusion barriers in the thermally stable Cu/Si contact systems. *Jour. Vac. Sci. Tech. B.* **14**(2), 674–678, 1996.
- [52] K. Holloway, P.M. Fryer, C. Cabral, J. M. E. Harper, P.J. Bailey, K.H. Kelleher. Tantalum as a diffusion barrier between copper and silicon: Failure mechanism and effect of nitrogen additions. *Journal of Applied Physics.* **71**(11), 5433–5444, 1992.
- [53] S.M. Watson, L. Zeng, J. Musielski, R.A. Wincheski, A.L. Wilkerson, E. Broitman, B.C. Holloway, A.C. Reilly. Carbon nitride as a buffer layer for magnetic thin films. *Thin Solid Films.* **476**(1), 148–151, 2005.
- [54] Л. Маиссел, Р. Гненгл. *Технология тонких пленок*, Vol. 2. Советское радио, Москва, 1977.
- [55] Ю. Ф. Комник. *Физика металлических пленок*. Атомиздат, Москва, 1979.
- [56] Л. С. Палатник, И. И. Папирнов. *Эпитаксиальные пленки*. Наука, Москва, 1971.
- [57] В.Е. Минчаев. *Нанесение пленок в вакууме*. Высшая школа, Москва, 1989.
- [58] М. Праттон. *Тонкие ферромагнитные пленки*. Судостроение, Ленинград, 1967.
- [59] P. Lecoeur, B. Mercey, H. Murray. Influence of angular distribution on the deposition rate of species sputtered from a multicomponent target in different configurations: Applications to mixed valence copper oxides. *J. Vac. Technol.A.* **13**(4), 1995.
- [60] Q. Fan, X. Chen, Y. Zhang. Computer simulation of film thickness distribution in symmetrical magnet magnetron sputtering. *Vacuum.* **46**, 229 – 232, 1995.
- [61] Л. Маиссел, Р. Гненгл. *Технология тонких пленок*, Vol. 1. Советское радио, Москва, 1977.
- [62] Y. Sato, A. Kitagawa, T. Miyata, H. Sakamoto, S. Yamada. Ion-pumping mechanism in a pulsed Penning source: application to the production of multiply charged ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research.* **A**(450), 231–234, 2000.
- [63] J.M. Weber, K. Hansen, M.W. Ruf, H. Hotop. Penning ionization of C<sub>60</sub> and C<sub>70</sub>. *Chemical Physics.* **239**, 271–286, 1998.
- [64] I. Bergstrom, C. Carlberg, T. Fritioff, G. Douysset, R. Schuch, J. Schonfelder. SMILETRAP-A Penning trap facility for precision mass measurements using highly charged ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research.* **A**, 2001.
- [65] Xiang Fei, W.M. Snow. Cylindrical Penning traps with dynamic orthogonalized anharmonicity compensation for precision experiments. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research.* **A**(425), 431–440, 1999.
- [66] L.V. Nikitin, E.V. Likhushina, S.V. Sveshnikov, G.V. Smirnitckaya. The structure and magnetic properties of thin films of Ni and Co deposited in Penning discharge. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* **148**, 102–103, 1995.
- [67] Э.М. Рейхрудель, Г.В. Смирницкая. Разряд с осциллирующими электронами и его применение в вакуумных насосах. *ВИНИТИ.* **8**, 43 – 92, 1976.

- [68] M. Kretzschmar. Particle motion in a Penning trap. *European Journal of Physics*. **12**(5), 240–6, 1991.
- [69] J. Vojtik, R. Kotal, J. Fisher. Classical trajectory picture of the autoionization event in  $\text{He}(2^3\text{S})-\text{D}_2$  Penning ionization: collision energy dependence. *Chemical Physics*. **229**, 165–174, 1998.
- [70] J.P. Biersack, L. Haggmark. A Monte Carlo Computer Program for the Transport of Energetic Ions in Amorphous Targets. *Nucl. Instr. and Meth.* **174**, 257, 1980.
- [71] J.F. Ziegler. *The Stopping and Range of Ions in Matter*, Vol. 2-6. Pergamon Press, 1977-1985.
- [72] W.D. Westwood. Calculation of deposition rates in diode sputtering systems. *J. Vac. Sci. Technol.* **15**(1), 1, 1978.
- [73] T. Car, N. Radic. Film thickness variation in a cylindrical magnetron deposition device. *Thin Solid Films*. **293**, 78, 1997.
- [74] R. A. Yankov, S. Mandl. Plasma immersion ion implantation for silicon processing. *Annalen der Physik*. **10**(4), 279–298, 2001.
- [75] M. Armacost, P.D. Hoh, R. Wise, W. Yan, J.J. Brown, J.H. Keller, G.A. Kaplita, S. D. Halle, K. P. Muller, M. D. Naeem, S. Srinivasan, H. Y. Ng, M. Gutsche, A. Gutmann, B. Spuler. Plasma-etching processes for ULSI semiconductor circuits. *IBM J. Res. Dev.* **43**(1/2), 1999.
- [76] A.E. Curzon, A.T. Pawlowicz. Electron diffraction from thin films of solidified gases. *Proc. Phys. Soc.* **85**, 375–398, 1965.
- [77] L.H. James, G. Carter. Ion bombardment induced re-emission studies of argon in an ionization pump. *J. Appl. Phys.* **14**, 147–154, 1963.
- [78] H. Barankova, L. Bardos. Hollow cathode plasma sources for large area surface treatment. *Surface and Coatings Technology*. **146**, 486–490, 2001.
- [79] John O. Stoner. Collodion-reinforcement and plasma-cleaning of target foils. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. **A**(480), 171–1770, 2002.
- [80] P. Kruger, R. Knes, J. Friedrich. Surface cleaning by plasma-enhanced desorption of contaminants (PEDC). *Surface and Coatings Technology*. **112**, 240–244, 1999.
- [81] J.A. Vaumoron, M.P. de Biasio. Argon and rare gas instability with heavy metal cathode Penning pumps. *Vacuum*. **20**(3), 109 – 111, 1969.
- [82] A. Roth. *Vacuum Technology*. North-Holland Publishing Company, Amsterdam-New York-Oxford, 1976.
- [83] T.C. Huang, G.Lim, E. Parmigioni and E. Kay. Effect of ion bombardment during deposition on the X- ray microstructure of thin silver films. *J.Vac. Sci. Technol.* **3**(6), 2161 – 2166, 1985.
- [84] G. Carter, J.S. Colligon, J.H. Leck. Ion Sorption in the Presence of Sputtering. In *Proc. Phys. Soc.*, Vol. 79, 1962.
- [85] В.В. Суренянец. Растворы инертных газов в твердых телах. *ЖФЖ*. **45**(12), 2985–2996, 1971.
- [86] Д.М. Васильев. К методике разделения  $K_\alpha$  дублета рентгеновских линий. *ЖТФ*, Том XXV, вып. 11, 1955.

- [87] С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. *Рентгенографический и электронно-оптический анализ*. МИСИС, Москва, 1994.
- [88] В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич. *Теория рассеяния рентгеновских лучей*. МГУ, Москва, 1978.
- [89] E. Dobierzewska-Mozrzymas, P. Bieganski, E. Pieciul. Influence of thermal annealing process on electrical properties of Mn films. *Vacuum*. **50**(1-2), 35–39, 1998.
- [90] J.C. Oliveira de Jesus, W.S. Kim, M. Aderholz, W. Kleemann. Annealing effects on the structural and magneto-optical properties of MnBi(Al, Si) alloy films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **151**, 259–262, 1995.
- [91] L.A. Knauss, J.M. Pond, J.S. Horwitz, D.B. Chrisey, C.H. Mueller, R. Treece. The effect of annealing on the structure and dielectric properties of  $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$  ferroelectric thin films. *Applied Physics Letters*. **69**(1), 25–27, 1996.
- [92] Bin-Shing Chen, Mao-Chieh Chen. Thermal stability of cobalt silicide thin films on Si(100). *Journal of Applied Physics*. **74**(2), 1035–1039, 1993.
- [93] M.T.S. Nair, P.K. Nair, R.A. Zingaro, E.A. Meyers. Enhancement of photosensitivity in chemically deposited CdSe thin films by air annealing. *Journal of Applied Physics*. **74**(3), 1879–1884, 1993.
- [94] G.D. Hu, I.H. Wilson, J.B. Xu, W.Y. Cheung, S.P. Wong, H.K. Wong. Structure control and characterization of  $SrBi_2Ta_2O_9$  thin films by a modified annealing method. *Applied Physics Letters*. **74**(9), 1221–1223, 1999.
- [95] A.C. Damask, G.J. Dienes. *Point Defect in Metals*. Gordon and Breach, Science Publishers, Inc., New York, 1963.
- [96] A. Markwitz, N. Vandesteene, M. Waldschmidt, G. Demortier. Characterization of the interdiffusion in Au-Al layers by RBS. *J. Anal. Chem.* **358**, 59–63, 1997.
- [97] R. W. Balluffi, J. M. Blakely. Special aspects of diffusion in thin films. *Thin Solid Films*. **25**, 363, 1975.
- [98] M. Marudachalam, R.W. Birkmire, H. Hichri, J.M. Schultz, A. Swartzlander, M.M. Al-Jassim. Phases, morphology, and diffusion in  $CuIn_xGa_{1-x}Se_2$  thin films. *Journal of Applied Physics*. **82**(6), 2896–2905, 1997.
- [99] G.H. Gilmer, H.H. Farrell. Grain-boundary diffusion in thin films: I. The isolated grain boundary. *Journal of Applied Physics*. **47**(9), 3792–3798, 1976.
- [100] Jing-Cheng Lin, Chiapyng Lee. Grain Boundary Diffusion of Copper in Tantalum Nitride Thin Films. *Journal of The Electrochemical Society*. **146**(9), 3466–3471, 1997.
- [101] P.H. Holloway, D.E. Amos, G.C. Nelson. Analysis of grain-boundary diffusion in thin films: Chromium in gold. *Journal of Applied Physics*. **47**(9), 3769–3775, 1976.
- [102] А.Д. Васильев. Низкотемпературная диффузия в поликристаллической тонкопленочной системе Pd/Ag. *Письма в ЖТФ*. **29**(2), 42–44, 2003.
- [103] Q.S. Bie, M. Lu, J. Du, H.W. Zhao, K. Xia, H.R. Zhai, S.M. Zhou, Q.Y. Jin, L.Y. Chen. Complex optical constants and magneto-optic Kerr effect of Co/Al/Co sandwiches. *Physics Letters*. **A**(210), 341–346, 1996.

- [104] J.M. Riveiro, J.P. Andres, J. Colino. Magneto-optic Kerr effect at the interface of Co/Gd bilayers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **198-199**, 428-430, 1999.
- [105] L. Tong, J. Du, M. Pan, M. Lu, D. Feng, L. Chen, X. Jin, H. Zhai. Magneto-optical, optical and GMR effect in Ni-Co/Cu multilayers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **198-199**, 273-275, 1999.
- [106] D. Knabben, N. Weber, B. Raab, Th. Koop, F.U. Hillebrecht, E. Kisker, G.Y. Guo. Transverse magneto-optical Kerr effect of Fe at the 2p excitation threshold. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **190**, 349-356, 1998.
- [107] O.A. Aktsipetrov. Nonlinear magneto-optics in magnetic nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. **202**, 165-173, 2002.
- [108] H. Zhigao, Z. Minyong, C. Huang, L. Heng. Study of the nonlinear magneto-optical Kerr rotations at the surfaces and interfaces in transition metal thin films. *Materials Science and Engineering*. **B(76)**, 38-42, 2000.
- [109] G. Tessier, P. Beauvillain. Non linear optics and magneto-optics in ultrathin metallic films. *Applied Surface Science*. **164**, 175-185, 2000.
- [110] M. Faraday. *Experimental Researches in Electricity*. *Trans. Roy. Soc.* **5**, 592, 1846.
- [111] J. Kerr. On rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet. *Philos. Mag.* **3**, 321-343, 1877.
- [112] C.J. Robinson, R.N. Payne, A.E. Bell. Hydrogenated amorphous carbon dielectric coatings for magneto-optic data storage media. *Journal of Applied Physics*. **64(9)**, 4646-4650, 1988.
- [113] Alan E. Bell. Materials for magneto-optic data storage. *Journal of Applied Physics*. **63(8)**, 3648, 1988.
- [114] H. Le Gall, R. Sbiaa, S. Pogossian. Present and future of magneto-optical recording materials and technology. *Journal of Alloys and Compounds*. **275**, 677-684, 1998.
- [115] H. Awano, N. Ohta. Present and future of magneto-optical recording materials and technology. *Journal of Alloys and Compounds*. **275**, 677-684, 1998.
- [116] H. Awano, N. Ohta. Magneto-optical recording technology toward 100 Gb/in<sup>2</sup>. *IEEE J. Select. Topics in Quantum Electronics*. **4(5)**, 815-820, 1998.
- [117] J.C. Maxwell. *A Treatise on Electricity and Magnetism*, Vol. II. Clarendon Press, Oxford, 1873.
- [118] Z.Q. Qiu, S.D. Bader. Surface magneto-optic Kerr effect (SMOKE). *J. Magnetism and Magnetic Materials*. **200**, 664-678, 1999.
- [119] Е.Е. Шалыгина, В.В. Молоканов, М.А. Комарова. Магнитооптическое исследование микромагнитной структуры и процессов намагничивания  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$  аморфных микропроволок. *ЖЭТФ* 122. **3(9)**, 593, 2002.
- [120] Е.Е. Shalyguina, K.H. Shin. Influence of nonmagnetic layer (Ti,Zr,Pt) on magnetic and magneto-optical properties of Fe/NML bilayers and Fe/NML/Fe trilayers. *J. Magn. Magn. Mater.* **220(2-3)**, 167, 2000.
- [121] Е.Е. Shalyguina, N.I. Tsidaeva, O.A. Shalyguina, L. V. Kozlovsky. Magneto-optical investigation of low-dimensional magnetic structures. In *Proc. of joint seminar 7*, 2000.

- [122] С.В. Вонсовский. *Магнетизм*. Наука, Москва, 1971.
- [123] C.J. Lin, G.L. Gorman, C.H. Lee, R.F.C. Farrow, E.E. Marinero, H.V. Do, H. Notarys. Magnetic and Structural Properties of Co/Pt Multilayers. *J. Magn. Magn. Mater.* **93**, 194, 1991.
- [124] M.D. Cooke, L.-C. Wang, R. Watts, R. Zuberek, G. Heydon, W.M. Rainforth, G.A. Gehring. The effect of thermal treatment, composition and substrate on the texture and magnetic properties of FeCo thin films. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33**, 1450–1459, 2000.
- [125] A. Sharma, P. Bhatt, R. Brajpuriya, S. Tripathi, S.M. Chaudhari. Correlation study between structural, magnetic and transport properties of annealed Co thin films. *Vacuum.* **78**(1), 47–51, 2005.
- [126] J. A. Barnard, M. Tan, A. Waknis, and E. Haftek. Magnetic properties and structure of Al/Fe-N periodic multilayer thin films. *J. Appl. Phys.* **69**(8), 5298, 1991.
- [127] Chung-Hee Chang, Mark H. Kryder. Effect of substrate roughness on microstructure, uniaxial anisotropy, and coercivity of Co/Pt multilayer thin films. *Journal of Applied Physics.* **75**(10), 6864–6866, 1994.
- [128] M. Li, Y.-P. Zhao, G.-C. Wang, H.-G. Min. Effect of surface roughness on magnetization reversal of Co films on plasma-etched Si(100) substrates. *Journal of Applied Physics.* **83**(11), 6287–6289, 1998.
- [129] G.S. Krinchik. *Physics of Magnetic Phenomena*. Moscow State University, 1985.
- [130] И.И. Корнилов, Н.М. Матвеева, Л.И. Пряхина, Р.С. Полякова. *Металлохимические свойства элементов периодической системы*. Наука, Москва, 1966.
- [131] Д. Маклин. *Механические свойства металлов*. Metallurgy, Москва, 1965.
- [132] G. Chow, N. Noskova. *Nanostructured Materials*. NATO ASI Series. **50**, 1997.
- [133] D. Bauerle. *Laser Processing and Chemistry*. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1996.
- [134] G. Liberts, M. Eyett, D. Bauerle. Direct laser writing of superconducting patterns onto semiconducting ceramic Y-Ba-Cu-O. *Appl. Phys.* **A**(45), 314–317, 1988.
- [135] E. Tamanis, G. Liberts, L. Berzina. Direct laser writing of conductive patterns in advanced ceramic materials. In *Proc. SPIE*, Vol. 5123, pp. 39–42, 2003.
- [136] I. Hamberg, C.G. Granqvist. Evaporated Sn-doped In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films: basic optical properties and applications to energy efficient windows. *J. Appl. Phys.* **60**, R123, 1986.
- [137] K.L. Chopra, S. Major, D.K. Pandya. Transparent conductors - A status review. *Thin Solid Films.* **102**, 1, 1983.
- [138] R.B.H. Tahar, T. Ban, Y.Ohya, Y. Takahashi. Electric transport in tin-doped indium oxide thin films prepared by sol-gel technique. *J. Appl. Phys.* **83**, 2139–2141, 1998.
- [139] H. Kim, A. Pique, J.S. Horwitz, H. Mattoussi, H. Murata, Z.H. Kafafi, D. B. Chrisey. Indium tin oxide thin films for organic light-emitting devices. *Applied Physics Letters.* **74**(23), 3444–3446, 1999.

- [140] T. Margalith, O. Buchinsky, D.A. Cohen, A.C. Abare, M. Hansen, S.P. DenBaars, L.A. Coldren. Indium tin oxide contacts to gallium nitride optoelectronic devices. *Applied Physics Letters*. **74**(26), 3930–3932, 1999.
- [141] S. Mailis, L. Boutsikaris, N.A. Vainos, C. Xirouhaki, G. Vasiliou, N. Garawal, G. Kiriakidis, H. Fritzsche. Holographic recording in indium-oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) and indium-tin-oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ ) thin films. *Applied Physics Letters*. **69**(17), 2459–2461, 1996.
- [142] J. Kleperis, A. Lusi. Properties of ITO transparent electrode thin films onto different substrates. In *Proc. SPIE*, Vol. 5123, pp. 215–220, 2003.
- [143] G. Vaivars, J. Kleperis, J. Zubkans, G. Vitins, G. Liberts, A. Lusi. Influence of thin film coatings on the gas sensitivity properties of narrow laser cut gap in  $\text{In}_2\text{O}_2$  on glass substrate. *Sensors And Actuators*. **B**(33), 173–177, 1996.
- [144] L.V. Kozlovsky, E. Tamanis. The Use of Carbon-Cathode Penning Discharge Cells to Evacuate Xenon over a Pressure Range of  $10^{-3}$  -  $10^{-4}$  Torr. *Instr. Exp. Techn.* **1/2**, 2005.
- [145] F. Muktepavela, G. Bakradze, A. Mironovs, S. Stolyarova, E. Tamanis. Metal-oxide nanostructured coatings obtained by microtribological method. In *21th Scientific Conference*, Institute of Solid State Physics, University of Latvia, Riga, Latvia, 2005.

# Publicēto darbu saraksts

## Publikācijas:

1. F. Muktepavela, G. Bakradze, V. Skvortsova, E. Tamanis, S. Stolyarova. Effect of mechanoactivation on interfacial interaction in metal/oxide systems. *Latvian Journal of Physics and Technical Sciences*. No. 1, pp. 3-9, 2005.
2. L. V. Kozlovsky, E. Tamanis. The Use of Carbon-Cathode Penning Discharge Cells to Evacuate Xenon over a Pressure Range of  $10^{-3}$  -  $10^{-4}$  Torr. *Instruments and Experimental Techniques*. Vol. 48, No. 1, pp. 127-129, 2005.
3. F. Muktepavela, G. Bakradze, E. Tamanis, S. Stolyarova, N. Zaporina. Influence of mechanoactivation on the adhesion and mechanical properties of metal/oxide interfaces. *Phys. Stat. Sol.* Vol. 2, No. 1, pp. 339 - 342, 2005.
4. E. Tamanis, G. Liberts, J. Kleperis. Direct laser writing of conductive structures on indium tin oxide. *Lithuanian Journal of Physics*. Vol. 44, No. 4, pp. 291-294, 2004.
5. E. Tamanis, G. Liberts, L. Berzina. Direct laser writing of conductive patterns in advanced ceramic materials. *Proc. SPIE*. Vol. 5123, pp 39-42, 2003.
6. L.V. Kozlovsky, E. Tamanis. Nonuniformity of Thickness of Films Obtained by Ion Sputtering in the Penning Discharge. *Instruments and Experimental Techniques*. Vol. 42, No. 4, pp 1-4, 1999.

## Konferenču tēzes:

1. F. Muktepavela, G. Bakradze, S. Stolyarova, E. Tamanis. Metāl-oksīda nanostrukturēto pārklājumu iegūšana ar mikrotriboloģijas metodi. *Nanomateriāli un nanotehnoloģijas*, Rīga, 30.-31. marts, 2005.
2. F. Muktepavela, G. Bakradze, A. Mironovs, S. Stolyarova, E. Tamanis. Metal-oxide nanostructured coatings obtained by microtribological method. *21th Scientific Conference, Institute of Solid State Physics, University of Latvia*, Riga, Latvia, 7-9 february, 2005.

3. G. Liberts, E. Tamanis. Light, fluids, magnetism. *Magnetic forces in bio- and nanotechnologies*, Riga, Latvia, 16-18 september, 2004.
4. G. Liberts, Ģ. Ivanovs, V. Dimza, E. Tamanis. Thermo-optical investigations of sodium-bismuth titanate single crystal and PLZT ceramics. *ECAPD 7*, Liberec, Czech Republic, 6-9 september, 2004.
5. G. Liberts, Ģ. Ivanovs, V. Dimza, A. Firsovs, E. Tamanis. Advanced thermo-optical materials for micro-optical applications. *ICO 04*, Tokyo, Japan, 12-15 july, 2004.
6. G. Liberts, Ģ. Ivanovs, A. Firsovs, E. Tamanis. Thermo-optical investigations of sodium-bismuth titanate single crystal. *AOMD 4*, Tartu, Estonia, 6-9 july, 2004.
7. E. Tamanis, G. Liberts, J. Kleperis. Direct laser writing of conductive structures on indium tin oxide. *Interaction of radiation with materials*. Kaunas, 2003.
8. E. Tamanis, G. Liberts, L. Berzina. Direct laser writing of conductive patterns in advanced ceramic materials. *The 3rd International Conference Advanced Optical Materials and Devices*. Riga, 2002.
9. E. Tamanis, L.V. Kozlovskis, E.E. Šaligina. W, Mo, Fe plēvju kristāliskās struktūras un Fe plēvju magnētoptisko īpašību termostimulētas izmaiņas. *Latvijas Fizikas Biedrības 7. zinātniskā konference*, Daugavpils, 2002.
10. E. Tamanis, L.V. Kozlovskis. Peninga gāzislādes izputināšanas avoti ar stieņveida anodiem. *Latvijas Fizikas Biedrības 5. zinātniskā konference*, Daugavpils, 2000.
11. E. Tamanis, L.V. Kozlovskis. Peninga izlādē iegūtu plēvju biezuma nevienmērība. *Latvijas Fizikas Biedrības 4. zinātniskā konference*, Daugavpils, 1998.



# Pielikums

Starptautiskos izdevumos par promocijas tēmu  
publicēto rakstu kopijas

**EFFECT OF MECHANOACTIVATION ON INTERFACIAL INTERACTION  
IN METAL/OXIDE SYSTEMS**

F. Muktepavela, G. Bakradze, V. Skvortsova

Institute of Solid State Physics, University of Latvia,  
Kengaraga iela 8, Riga, LV1063, LATVIA

E. Tamanis

Daugavpils University,  
Parades iela 1, Daugavpils, LV5400, LATVIA

S. Stolyarova

Technion, Solid State Institute,  
Technion-City, Haifa 32000, ISRAEL

Properties of interfaces in solid state metal/oxide joints (Al/SiO<sub>2</sub>, Al/MgO, Al/glass, Mg/MgO, Mg/SiO<sub>2</sub>, In/glass etc) are reported. The interfaces were formed at plastic deformation of metal on the oxide surface at room temperature. Their structure, composition, and micromechanical properties were studied by the AFM, X-ray diffraction, SIMS, optical microscopy, and precision microindentation techniques. A noticeable adhesion was observed for metals with high affinity for oxygen and only in the regions of the maximum shear stress. Formation of a reaction zone with an oxygen concentration gradient in which the metal near interface hardens is detected. The effect of mechanoactivation is considered as a result of physical and chemical interaction and formation of nanostructures in deformed metal/oxide systems.

**Keywords:** *metal/oxide (metal/ceramic) interfaces, adhesion, mechanoactivation, micromechanical properties, nanostructure.*

## 1. INTRODUCTION

Metal/oxide interfaces play a crucial role in many important present-day technological applications such as optoelectronic and microelectronic systems, heterogeneous catalysis, oxide dispersion-strengthened alloys, powder materials, solid state joint devices, anticorrosion and thermal insulation coating industry, etc.; moreover, they have found important applications in medicine [1–3]. In such applications, often the properties of the heterophase interface, but not of the bulk materials, determine the behaviour of a system. Mechanical properties, structure, and adhesion strength on metal/oxide interfaces are of the greatest concern. Most of studies in this area have been performed at high temperatures and are devoted to the role of diffusion processes in the formation of the structure and adhesion bonds [2–5]. At the same time, comparatively little attention has been paid to the obtaining of metal-oxide composites at room temperature, when thermoactivation of adhesion is negligible. Only few sources of detailed information in literature on this problem provide evidence of such possibility [6–8]. According to some theoretical works [9, 10], it is possible to enhance the adhesion at metal/oxide interfaces at room temperature by introducing the structural defects into oxide surface layers.

The question about the role played by structural defects in the formation of a chemical bond at the solid-state interfaces is still controversial. On the one hand, there are

considerations about active centres of adhesion such as dislocations and vacancy groups [11]. On the other, experimental data on atomically-clean metal/metal, metal/Si and metal/Ge interfaces have shown that under the conditions of full contact the atomic interaction occurs with formation of chemical bonds, and no further activation of the surfaces is needed [12-14]. In this case, the thermodynamical gain in surface energy ( $\Delta F$ ) of two fully contacting materials could be expressed as follows:

$$\Delta F = \gamma_o^A + \gamma_o^B - \gamma_{ib}^{AB},$$

where  $\gamma_o^A$  is the surface energy of the contacting metal A;  $\gamma_o^B$  is the surface energy of the contacting metal B (or semi-conductor); and  $\gamma_{ib}^{AB}$  is the interphase boundary energy. Evidently, the  $\Delta F$  values for such systems as metal/metal, metal/Si and metal/Ge are high enough to form chemical bonding between the contacting surfaces. For the systems metal/oxide the influence of the oxide surface activation on the adhesion strength could be expected. One of the possible activation means is the mechanoactivation of oxide surface layers by plastic flow of metals. However, experimental data on metal/oxide solid state joining at room temperature are seldom met in the literature.

In the present work, the properties of interfaces in solid state joints of metal/oxide (Al/SiO<sub>2</sub>, Al/MgO, In/glass, Mg/SiO<sub>2</sub>, and others) formed by plastic flow of metals at room temperature are investigated.

## 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

The metal/oxide solid-state joints were obtained by static compression of freshly prepared metal and oxide surfaces at room temperature. The contact experiments with atomically-clean surfaces were performed in high vacuum (10<sup>-6</sup> Pa) and in air by the controlled rupture/cleaving of the samples. Right after the rupture of samples the surfaces of metal and oxide were brought into contact with each other. The interfaces were formed under the conditions of plastic flow of metal on oxide surface. For our studies, polycrystalline simple metals (Al, Sn, Pb, Mg, Cd, In), boron-silica glass, and single crystal oxides (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO) were chosen. The adhesion strengths of joints were determined in pull-off tests. The fracture mode was examined after the tests. The structure and composition of fracture surfaces were studied by optical microscopy (NEOPHOT 30), AFM (Nanoscope), X-ray diffraction (DRON-3M), and SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). For the SIMS method, Ar<sup>+</sup> ions with energy of 6keV were used, the ion sputtering rate being 0.01-0.02  $\mu\text{m}/\text{min}$ . The peak intensity ( $I^+$ , arbitrary units) of the investigated elements served as a working standard. The micromechanical properties were determined by a microhardness tester allowing the measurements to be carried out at very small loading (3·10<sup>-3</sup> N) [15]. The indenter was a Vicker's diamond pyramid. To reveal the presence of dislocations in MgO single crystals the chemical etchant: 5 parts of saturated NH<sub>4</sub>Cl solution, one part of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and one part of distilled water - was used.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

The results of mechanical tests have shown that the metals Al, In and Mg have the strongest adhesion to the oxides (Table 1). Fractures of these joints occurred with the transfer of metal to the surface of oxide, being the evidence of a strong chemical bonding at the metal/oxide interfaces. The adhesion strength of Sn, Cd, Pb was much smaller than in the case of aluminium, indium or magnesium, and in many cases fractures occurred along the metal/oxide interfaces. The observed distinction in the adhesion strength between the investigated metals can be explained in terms of the thermodynamics of chemical interaction between metals and oxygen of the oxide.

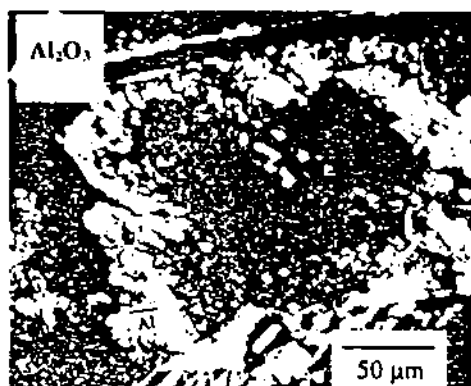
Table 1

Adhesion strength ( $\sigma$ , MPa), transfer of metal (+ or -) to oxide surfaces in pull-off tests of metal/oxide joints, and metal oxide formation energies ( $-\Delta Z_{293} \cdot 10^{-6}$ , J/kmol)

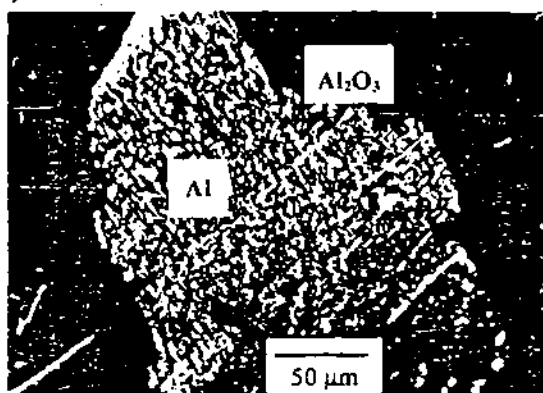
Metal \ Oxide	$\sigma$ , MPa				Metal oxide	$\Delta Z_{293} \cdot 10^{-6}$ , J/kmol
	Glass	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO		
Al	60 +	62 +	65 +	60 +	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1675
In	25 +	20 +	18 +	18 +	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	926
Mg	22 +	15 +	20 +	25 +	MgO	602
Sn	2 +	10 +	0 -	10 +	SnO <sub>2</sub>	581
Cd	2 -	0 -	5 +	5 +	CdO	260
Pb	2 -	2 +	0 -	5 -	PbO	219

Table 1 shows that the oxide formation energy increases from aluminium to lead. Metals with a high affinity for oxygen form stronger adhesive bonds with the surface of oxides. To verify this, more than one set of experiments were run. This result will be compared with the experimental data obtained by other authors who studied the adhesion on thin-film metals/oxide systems after the activation by electron or ion beam and in wetting experiments [16]. However, in our case the formation of strong adhesion in these systems occurs not over the whole contact area but only in the regions of the maximum shear stress (Fig. 1, a).

a)



b)



c)

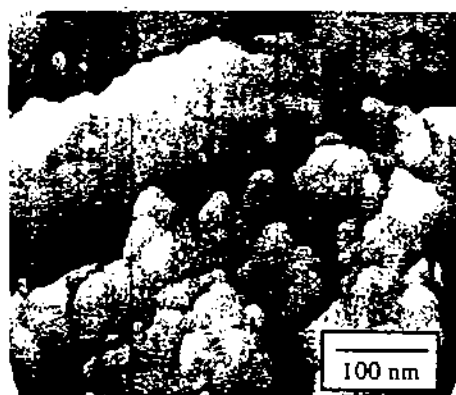


Fig. 1. Micrographs of the fracture of metal/oxide joints: Al transferred to Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at normal contact (a) and at friction scheme (b), dark field; AFM image of transferred Al (c)

Special experiments with the Al/glass system were performed so that plastic flow of Al on the surface of glass could be obtained under friction. In this case strong adhesion is observed over the whole surface of oxide (Fig. 1, b). The AFM studies of surfaces show that

the transferred metals (Al in this case) have a nanostructure with a grain size from 30 to 100 nm (Fig. 1, c), though the nanostructure is not homogeneous. This result was confirmed by our X-ray diffraction data and, in addition, it shows that the nanostructure of the transferred Al is stable after annealing in vacuum. Thus, the action of the maximum shear stress leads to the formation of nanostructure in metal near the interface. The raised density of defects on the grain boundaries characterizes this strongly deformed state of metal. It could be assumed that the metals with high affinity for oxygen and having nanostructured state form chemical bonds with the oxides more easily.

If we consider the obtained result for some processes on the oxide surface, we can explain the metal/oxide chemical bonding at room temperature by mechanoactivation of the oxide surface. Also, the possibility exists of such mechanoactivation by plastic flow of metal. Point defects and dislocations may be treated as the main influencing structural factors. The energy of point defect formation in oxide is insignificant ( $\approx 2$  eV). Therefore, it is possible to assume with confidence that point defects are formed in the near-surface layers of oxide even at room temperature under the active plastic flow of all investigated metals. On the other hand, it was interesting to find out the role of dislocations of oxide in the formation of adhesive bonds. If dislocations in the zones of metal transfer to the oxide cause the occurrence of adhesive bonds, then by etching it would be possible to reveal this. We have studied the role of dislocations in In/MgO and Pb/MgO systems, with different (as shown above in Table 1) adhesion and thermodynamics of metal/oxygen interaction (e.g. indium showed strong adhesion to a crystal, with transfer of metal to the MgO surface at the testing of joints). At the same time, adhesion of lead did not exceed the level of physical adsorption, and no transfer of metal was observed. Except for that, the hardness of soft In (about 16 MPa) was smaller than the value of starting stress for dislocations in MgO ( $\tau_0 \approx 28$ –30 MPa), whereas the hardness of Pb (30 MPa) should be sufficient to create fresh dislocations in MgO [17]. Etching experiments on the MgO crystal did not reveal the presence of new dislocations around and inside the area of the transferred In (Fig. 2, a). As concerns lead, groups of fresh dislocations are clearly visible in the field of its contact with the crystal in the area of the maximum shear stress in MgO, but without any trace of Pb adhesion with MgO (Fig. 2, b). So, at present there is sufficient evidence that dislocations do not play any significant role in the formation of chemical bonding between metal/oxide interfaces. Apparently, the high concentration of point defects on oxide surface can be the primary mechanoactivation factor of adhesion with metals. We can assume that the presence of point defects facilitates the formation of metal-oxygen complex.

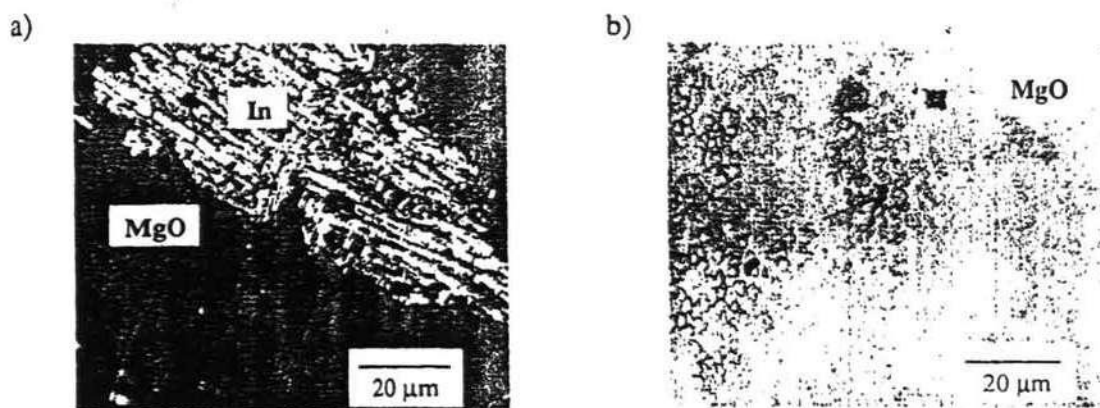


Fig. 2. Micrographs of the etched MgO surface after contact with In (a) and Pb (b)

The leading role of oxygen and point defects in the formation of metal/oxide adhesion is confirmed by the theoretical data on adsorption and by the experimental data on thin film adhesion in metal/oxide systems [9, 10, 18]. To verify this hypothesis in our case the chemical compound of the metal transferred to oxide was experimentally traced level-

by-level by the SIMS method. Here, as an example, the result obtained for aluminium transferred to glass is given in Fig. 3, which shows the presence of oxidized aluminium. This result testifies about the formation of a reaction Me-MeO zone (with a size of 0.5–1  $\mu\text{m}$ ) spreading in the metal, with a gradient of oxygen concentration. The formation of such a zone is possible only for metals with a high activity to oxygen and also because of many deformation defects and the nanostructure of metals. The grain boundary diffusion coefficients in nanomaterials synthesized by means of severe plastic deformation are known to be an order of magnitude higher than in classical polycrystals [19, 20].

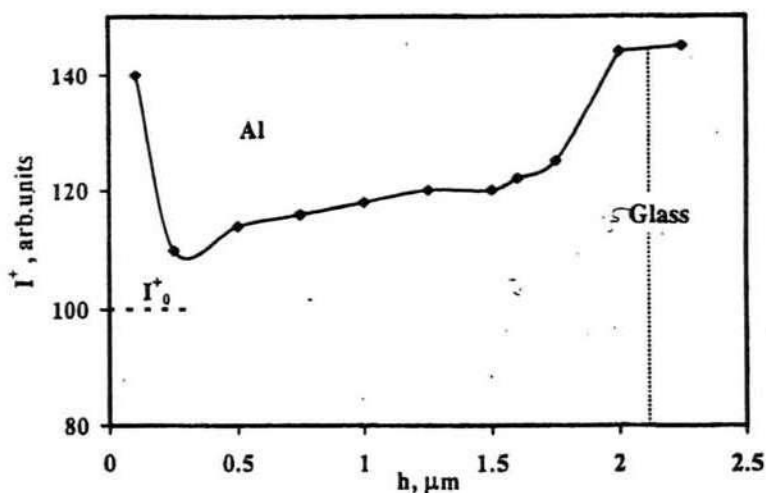


Fig. 3. Depth profile of the intensity of SIMS-signal of  $\text{Al}^+$  in the Al transferred to glass. The intensity of non-oxidized Al is pointed as  $I_0^+$

Thus, in the regions of maximum shear stress the processes of atomic diffusion of oxygen and formation of metal-oxygen complexes can take place. In turn, a change in the mechanical properties of metals near the interface can also be expected. The presence of metal oxide – even nonstoichiometric one – should raise the hardness of metals. We can compare the mechanical properties of metals on the fracture surfaces at metal/oxide joints with those of deformed bulk metals. The data on Al and In are presented in Table 2. As is seen, the microhardness of the two metals noticeably increases in the fracture zone. At the same time, the strength value for aluminium decreases, while in the case of indium it remains high. Apparently, a brittle Al- $\text{Al}_x\text{O}_y$  composite forms at Al/oxide interface ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  is known to be a very hard and brittle material). For  $\text{In}_2\text{O}_3$  these properties are expressed weaker, and formation of such oxide causes increase both in hardness and in strength.

Table 2

Microhardness ( $H$ , MPa) and strength ( $\sigma$ , MPa) of the deformed bulk metals and the metals transferred to  $\text{SiO}_2$

Metal	$H$ , MPa		$\sigma$ , MPa	
	bulk metal	transferred metal	bulk metal	transferred metal
Al	400	700	200	62
In	16	150	9	15

The change in mechanical properties of metal near the metal/oxide interface corresponds to the SIMS data and testifies about the formation of a reaction zone under influence of plastic deformation.

#### 4. CONCLUSIONS

The investigation carried out by us allows the conclusion to be drawn that a strong chemical adhesion arises on the metal/oxide interface under plastic deformation of metal at room temperature. Mechanoactivation of the adhesion occurs in the metals with low oxide formation energies only in the regions of the maximum shear stress. In such regions the metals are nanostructured and noticeably hardened. Influence of dislocations on the oxide surface was found to be insignificant; at the same time, the nanostructural state of metal, together with the high concentration of point defects in the near-surface layer of oxide, can be the primary factors of interfacial chemical interaction in metal/oxide systems.

#### REFERENCES

1. Ernst F. (1995) Metal-oxide interfaces *J. Mat. Sci. Eng.* **R14** 97–156.
2. Lojkowski W., Fecht H.-J. (2000) *The Structure of Intercrystalline Interfaces* Progress in Materials Science **45** :Pergamon, 339–568.
3. Sinnott S.B., Dickey E.C. (2003) Ceramic/metal interface structures and their relationship to atomic and meso-scale properties *Mater. Sci. Eng. R-Reports* **R43** 1–59.
4. Wagner M., Wagner T., Carroll D.L., Marien J., Bonnell D.A., and Rühle M. (1997) *Model Systems for Metal-Ceramic Interface Studies* MRS Bulletin **22** 8-15.
5. Akatsu T., Hosoda N., Suga T., Rühle M. (1999) Microstructure of Al/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> interface fabricated by surface activated bonding at room temperature *Mat. Sci. Forum* **329** 294–297.
6. Keino M., Shinichiro F. (1991) Microstructure and adhesion mechanism of mechanically prepared composite particles *J. Mater. Sci. Eng. B* **10** 139–147.
7. Muktepavela F., Manika I., Kalnacs J. (2000) Investigation of mechanically alloyed metal/oxide coatings by SIMS method *Latv. J. Phys. Tech. Sci.* **6** 141–144.
8. Bailey F.P., Black K.J.T (1978) Au/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid state reaction *J. Mat. Sci.* **13**, 1045–1050.
9. Zhukovskii Yu.F., Kotomin E.A., Jacobs P.W.M., Stoneham A.M., Harding J.H. (2000) Modelling of silver adhesion on MgO(100) surface with defects *J. Phys. Condens. Matter.* **12** 55–66.
10. Duffy D., Harding J. and Stoneham A.M. (1994) The energies of point defects near metal/oxide interfaces *J. Appl. Phys.* **76** 2791–2798.
11. Krasulin Ju. L. (1971) *Interaction of Metal with Semiconductor in Solid State* Moscow: Nauka (in Russian).
12. Upit G.P. (1971) Bonding of juvenile surfaces of Al with Si. *Izvestija AN Latv. PSR ser. phys-tech. nauk* **1** 22–25 (in Russian).
13. Muktepavela F., Maniks J. (1998) Mechanical properties and accommodation processes on metallic interfaces *Nanostructured Materials* **10** (3) 479–484.
14. Buckley D.H. (1981) *Surface Effects in Adhesion Friction, Wear and Lubrication* Amsterdam: Elsevier.
15. Muktepavela F., Manika I., Mironovs V. (1997) Structure and mechanical properties of Al-B composite powder *Mat. Design* **18** 257–259.
16. Woïrgard J., Cabioc T., Riviere J.P., Dargenton J.C. (1998) Nanoindentation characterization of SiC coatings prepared by dynamic ion mixing *Surf. & Coat. Techn.* **100–101** 128–131.
17. Sangwal K., Sanz F., Gorostiza P. (1999) Study of the surface morphology of the (100) cleavage planes of MgO single crystals by atomic force microscopy *Surf. Sci.* **424** 139–144.
18. Netzer F.P (2002) Interfacial oxide layers at the metal-oxide phase boundary *Surf. Rev. & Let.* **9** 1553–1563.

19. Paritskaya L.N., Kaganovskii Yu., Bogdanov V.V. (2005) Size-dependent interdiffusion in nanomaterials *Sol. St. Phen.* **101–102** 123–130.
20. Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Islamgaliev R.K. (1998) Processing and properties of nanostructured materials prepared by severe plastic deformation (ed. Chow G.M., Noskova N.I.) *Nanostructured materials* NATO ASI series **50** 121–142.

## MEHĀNOAKTIVĀCIJAS IETEKME UZ METĀLA/OKSĪDA ROBEŽVIRSMAS MIJIEDARBĪ BU

F. Muktepāvela, G. Bakradze, V. Skvorcova, E. Tamanis, S. Stojarova

### Kopsavilkums

Pētīti metāla/oksīda (Al/SiO<sub>2</sub>, In/MgO, Pb/MgO, Mg/SiO<sub>2</sub>, Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uc) robežvirsmu adhēzijas procesi un mehāniskās īpašības. Metālu cietfāžu savienojumi ar oksīdiem tika iegūti aukstās metāla plastiskās deformācijas apstākļos. Tika izmantotas SIMS, AFM, X-ray optiskās un elektronu mikroskopijas un precīzās mikrocietības metodes. Atrasts, ka ievērojamā adhēzija notiek tikai bīdes deformāciju zonās, un tā vērojama sistēmām, kuras raksturojas ar augstu metāla radniecību ar skābekli. Uz robežvirsmas no metāla puses veidojas reakcijas zona, kas raksturojas ar nanostruktūru, skābekļa koncentrācijas gradientu un paaugstinātu mikrocietību. Mehānoaktivācijas ietekme tika izskatīta kā punktveida defektu izveidošanas oksīda virsmas slānī, struktūras pārvērtības metālā un ķīmisko reakciju rezultāts.

06.01.2005.



## The Use of Carbon-Cathode Penning Discharge Cells to Evacuate Xenon over a Pressure Range of $10^{-3}$ – $10^{-4}$ Torr

L. V. Kozlovskii and E. Tamanis

University of Daugavpils, Vienības ielā 13, Daugavpils, LV-5400 Latvia

Received April 20, 2004

**Abstract**—Experimental data are presented as proof that the Penning discharge in a carbon-cathode cell can be used to reduce (or regulate) the Xe pressure in the working chamber of an ultrahigh vacuum system from  $2 \times 10^{-3}$  to  $2 \times 10^{-4}$  Torr. Sorption of Xe is attributed to the implantation of accelerated ions in the porous structure of the surface carbon layers formed while the cathodes are being prepared from a powdered material and under ion bombardment. As the Xe pressure is lowered within the above limits, the evacuation rate decreases from  $\approx 0.045$  L/s to zero. The time dependence of the evacuation rate is governed by the initial Xe pressure.

The bombardment of surfaces with accelerated ions of inert gases is used to study the surfaces of solid bodies and the interaction between charged particles and a solid body; to deposit pure surface layers; and, in other experiments performed in an ultrahigh vacuum, to remove polluted surface layers and apply film coatings. Among the noble gases, Xe atoms have the highest atomic weight and diameter, and the probability of implanting them in surface layers is minimal; hence, impurity atoms of Xe minimally alter the properties of these surface layers. As a rule, ion treatment of a surface in ultrahigh vacuum systems is performed over a range of inert gas pressures in which the particle collision probability is low ( $10^{-3}$ – $10^{-5}$  Torr), and the ion current density varies within wide limits.

The diode magnetic discharge pumps conventionally used for the Xe evacuation at such pressures display instability that manifests itself as a cyclic rise in pressure. As a result, the inert gas pressure may increase uncontrollably to values of  $\sim 10^{-2}$ – $10^{-3}$  Torr; these exceed the limiting pressures of these pumps for inert gases. The experience gained in carrying out experiments with the YCY-4 ultrahigh vacuum system showed that the instability of HMД-0 pumps when exhausting Xe at a pressure  $\sim 5 \times 10^{-4}$  Torr is detected after 5–10 min of operation.

A noticeable sorption of Xe was observed in experiments on the deposition of film coatings in a Penning discharge [1] when the cathodes were made of carbon. Below, we present experimental data that characterize the process of Xe sorption (i.e., its evacuation) in a Penning discharge cell with carbon cathodes and dimensions of  $20 \times 40 \times 5$  mm.

Zeolite pumps cooled with liquid nitrogen were initially used to evacuate the working vacuum chamber; an HMД-04 magnetic-discharge pump exhausted it

further to a pressure of  $5 \times 10^{-9}$  Torr. The vacuum system was then warmed to a temperature of 150–200°C. The gas pressure was measured by a ВИ-12 instrument with the help of an Alpert–Bayard ionization gauge. The anode voltage in the Penning discharge device was varied from 1.4 to 2 kV.

The evacuation rate  $S$  was determined using the constant volume method [2]. This method consists in measuring the change in pressure from  $P_1$  to  $P_2$  in a chamber of constant volume  $V$  over the time interval between  $t_1$  and  $t_2$ :

$$S = 2.3[V/(t_2 - t_1)] \log(P_1/P_2). \quad (1)$$

Figs. 1a and 1b show the time dependences of the pressure and, hence, of the evacuation rate for two initial values of Xe pressure. The parameters of the discharge had the following values: discharge current  $I_1 = I_2 = 9.25$  mA, anode voltage  $U_{a1} = 1.4$  kV and  $U_{a2} = 1.8$  kV. The volume of the vacuum chamber was  $\approx 30$  L.

The experimental data were processed as follows: The approximating continuous function was determined from the time dependence of the pressure. Using this function and Eq. (1), we calculated the values of the evacuation rate. The function approximating the empirical dependence of pressure  $P$  on time  $t$  (Fig. 1a) is described by the formula

$$P(t) = P_0 + (2A/\pi)[w/(4(t - t_0)^2 + w^2)],$$

where  $P_0 = 0.0034$ ,  $t_0 = 482.7713$ ,  $w = 1602.07887$ , and  $A = -6.36674$ .

The respective function for Fig. 1b is

$$P(t) = A_2 + (A_1 - A_2)/(1 + \exp((t - t_0)/B)),$$

$$A_1 = 0.00591, \quad A_2 = 0.00037,$$

$$t_0 = -306.17251, \quad B = 103.78863.$$

At initial pressure  $P \approx 1.6 \times 10^{-3}$  Torr, the evacuation rate in the first five minutes varied only slightly around a value of 0.045 L/s and then diminished to zero as a result of the Xe pressure reaching its minimum ( $\approx 0.85 \times 10^{-3}$  Torr) at  $t > 400$  s and not changing further (Fig. 1a). At starting pressure  $P \approx 0.65 \times 10^{-3}$  Torr, the limiting pressure of Xe was  $\approx 0.37 \times 10^{-3}$  Torr (Fig. 1b), and the time dependence of the evacuation rate differed significantly from the previous case.

When the cathodes were made of metals having different atomic weights and crystal structures (W, Ta, Mo, Hf, Zr, Nb, Ti, Al, Cu, Fe, and Ni), the absorption of Xe was not detected; over a time interval of 500 s, the measured pressure remained constant within the error of measurements. In view of this, the Xe sorption observed in the case of carbon cathodes may be associated solely with the implantation of accelerated ions in the porous structure of the cathode material, which was manufactured from a powder. In a Penning discharge, two cathodes are sputtered; as a result, a film is deposited on their surfaces through the sputtering of the opposite cathode. The deposition of the film proceeds simultaneously with its sputtering. The ion current density is distributed nonuniformly over the cathode surfaces: it is maximal at their centers, diminishing with the radial distance [3]. The Xe atoms contained in the pores are "immured" by the carbon film only in those regions on the cathode where the ion current density is rather low (i.e., where the number of deposited carbon atoms exceeds that of those sputtered).

The difference in behavior between the time dependences of the evacuation rate at initial pressures of  $1.6 \times 10^{-3}$  and  $0.65 \times 10^{-3}$  Torr resulted from the fact that, in the first case, the decrease in the Xe pressure was followed by a 11% decrease in the discharge current, whereas, in the second case, the current was almost halved; the resulting change in the discharge current was approximated by a linear function. The stabilization of the Xe pressure indicates that the pumping process is governed by the high concentration of pores in the cathode material, into which the Xe atoms penetrate after their neutralization at the surface, and the contribution of their "immurement" to the sorption is small. After all of the pores in the cathode's surface layer are occupied by Xe atoms, dynamic equilibrium is established between the following processes: (1) the sputtering of atoms that were initially embedded in the pores, (2) the implantation of bombarding atoms in accessible pores, and (3) the elimination of pores and the simultaneous formation of new ones due to the ion bombardment of the cathode material.

At initial pressures of  $> 2 \times 10^{-3}$  Torr, the pressure declines over the first 3–5 min and then increases; i.e., instability appears in the pumping. This has been labeled argonna instability, since it was first observed during evacuation of argon using magnetic discharge pumps equipped with Ti cathodes. As a result, the pressure in the working chamber may exceed the original

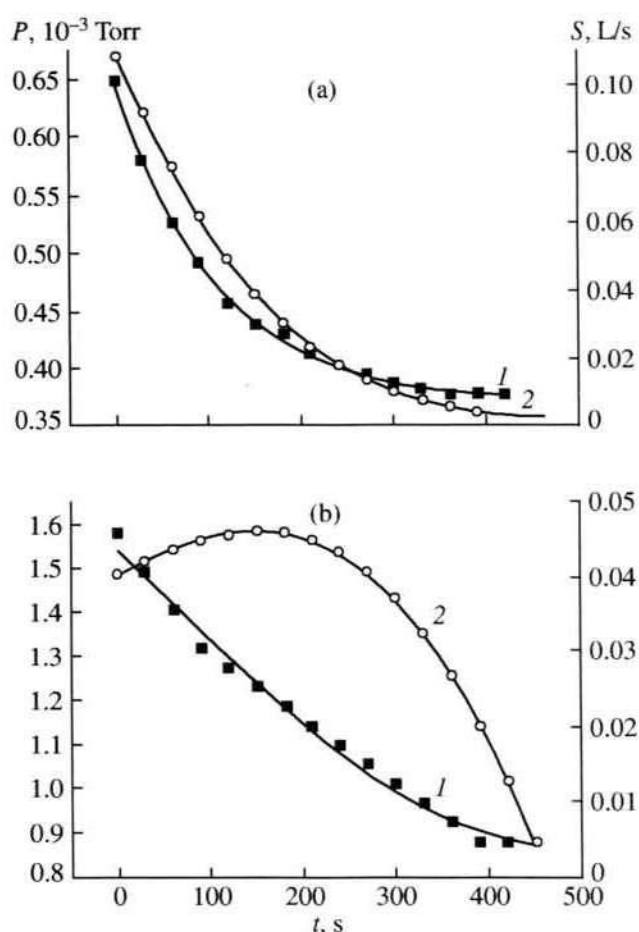


Fig. 1. Time dependence of (1) pressure  $P$  and (2) evacuation rate  $S$  at a start pressure of (a)  $\approx 0.65 \times 10^{-3}$  and (b)  $\approx 1.6 \times 10^{-3}$  Torr.

value of the Xe pressure. Under these conditions, the instability is caused by the density of the ion current at the cathode surfaces increasing with pressure. Initially, ions are implanted in the pores; subsequently, ionic etching dominates over deposition (thanks to the sputtering of the opposite cathode), and the originally trapped gas atoms are released.

As is done in magnetic discharge pumps, several discharge cells may be used to avoid this instability, one substantial difference being that the anode voltage must be sequentially applied to each cell after a certain time, during which the evacuation rate is positive. If a single discharge cell is used, the pressure of Xe can be lowered to the level of  $1.8 \times 10^{-4}$  Torr. The experimental data presented in this paper are evidence that the Penning discharge in a chamber with carbon cathodes may be used to lower (or regulate) the pressure of the Xe gas in the working chamber of an ultrahigh vacuum system from  $2 \times 10^{-3}$  to  $2 \times 10^{-4}$  Torr. This range can be extended by using more than one cell and by optimizing the parameters of the discharge chamber (the configu-

ration of the electrodes, the anode voltage, and the magnetic field). It is common knowledge that diffusion or turbomolecular pumps may also be used for this purpose; in this case, however, the working vacuum chamber may be soiled with vapors from the oils used in these pumps, which is impermissible in ultrahigh vacuum studies.

## REFERENCES

1. Kozlovskii, L.V., *Prib. Tekh. Eksp.*, 1995, no. 3, p. 193.
2. Roth, A., *Vacuum Technology*, Amsterdam: North-Holland, 1976, p. 267.
3. Reikhrudel', E.M. and Smiritskaya, G.V., *Itogi Nauki Tekh., Ser. Elektron. Primenenie*, 1976, vol. 8, pp. 43-92.

## Influence of mechanoactivation on the adhesion and mechanical properties of metal/oxide interfaces

F. Muktepavela<sup>\*1</sup>, G. Bakradze<sup>1</sup>, E. Tamanis<sup>2</sup>, S. Stolyarova<sup>3</sup>, and N. Zaporina<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Institute of Solid State Physics, University of Latvia, 8 Kengaraga, Riga LV1063, Latvia

<sup>2</sup>Daugavpils University, 1 Parades, Daugavpils, LV 5400, Latvia

<sup>3</sup>Technion, Solid State Institute, Technion-City, Haifa 32000, Israel

<sup>4</sup>Institute of Inorganic Chemistry, Technical University of Riga, 34 Miera, Salaspils LV2169, Latvia

Received 11 July 2004, revised 6 August 2004, accepted 20 August 2004

Published online 20 January 2005

PACS 68.35.Gy, 68.35.Np, 68.37.–d

Properties of interfaces in solid state metal/oxide joints (Al/SiO<sub>2</sub>, Al/MgO, Al/glass, Mg/MgO, In/glass, Mg/SiO<sub>2</sub>, etc.) are reported. Interfaces were formed at plastic deformation of metal on the oxide surface at room temperature. Structure, composition, and micromechanical properties of the interfaces are studied by AFM, X-ray diffraction, SIMS, electron, optical microscopy, and precision microindentation. A noticeable adhesion is observed in the regions of maximum shear strain in case of metals with low oxide formation energy. Formation of a reaction zone with oxygen concentration gradient is detected in which the metal near the interface hardens. The effect of mechanoactivation is considered as a result of physical and chemical interaction and formation of nanostructures in deformed me/oxide systems.

© 2005 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

**1 Introduction** Metal/oxide interfaces play a crucial role in many important technological applications including optoelectronic systems, oxide dispersion-strengthened alloys, catalyst, powder materials, solid state joint devices, etc. [1, 2]. In such applications, frequently the properties of the heterophase interface and not of the bulk materials, determine behaviour of the system. Mechanical properties, structure, and adhesion on metal/oxide interfaces are of the greatest concern. Most studies have been made at high temperature and devoted to the role of diffusion processes. At the same time attention has been paid to obtaining of metal-oxide composites under plastic deformation of metals at room temperature, when thermoactivation is negligible. A few data relevant to the problem provide evidence of such a possibility [3, 4]. According to theoretical considerations [5, 6], introducing of defects into the surface layer may increase adhesion at room temperature. The present study is focused on properties of interfaces of metal/oxide (Al/SiO<sub>2</sub>, Al/MgO, In/glass, Mg/SiO<sub>2</sub>, and other) solid state joints obtained by plastic flow of metals at room temperature.

**2 Experimental procedure** Metal/oxide solid state joints were obtained by static compression of freshly prepared metal and oxide surfaces at room temperature. Experiments with atomically clean contact surfaces were made by controlled rupture/cleaving of the samples in high vacuum (10<sup>-6</sup>Pa). The interfaces were formed under conditions of plastic flow of metal on the oxide surface. Polycrystalline simple s-p metals (Al, Sn, Pb, Mg, Cd, In), boron-silica glass, and single crystal oxides (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO) were chosen for study as samples of high (99,99%) purity. Adhesion strength of joints was esti-

\* Corresponding author: e-mail: famuk@latnet.lv. Phone +371 7261132, Fax:+371 7132778

mated by pull-off tests. The fracture mode was studied after the test. The structure, composition and micromechanical properties were studied by AFM, X-ray diffraction, SIMS, optical microscopy and by a microhardness tester allowing carrying out measurements at very small loading ( $3 \cdot 10^{-3}$  N) [7,8].

**3 Results and discussion** The results of mechanical test showed that metals Al, In and Mg have the strongest adhesion to oxides (Table 1). Fractures of these joints occurred with transfer of metal to oxide surface being the evidence of a strong chemical bonding. Adhesion strength of metals Sn, Cd, Pb is much smaller and fractures in many cases occurred along the interface. The observed distinction in adhesion between the investigated metals may be explained in terms of thermodynamics of chemical interaction of metals with oxygen of the oxide.

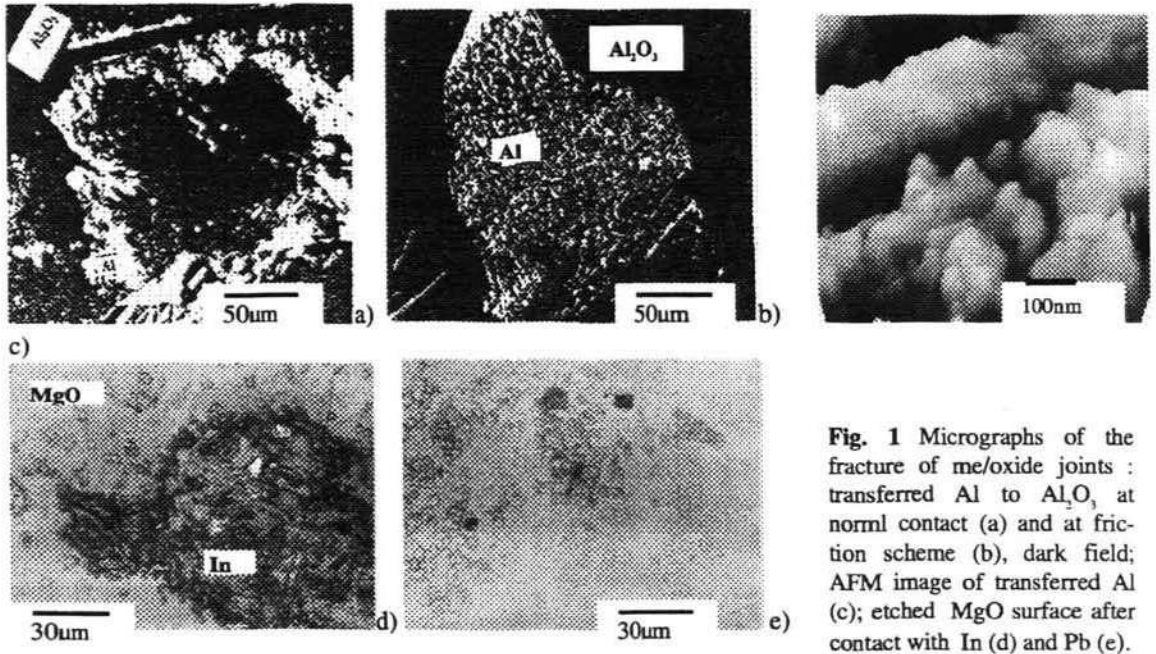
**Table 1** Adhesion strength ( $\sigma$ , MPa), transfer of metal (+ or -) to oxide surfaces in the pull-off test of the metal/oxide joint, and metal oxide formation energy ( $-\Delta Z_{293} \cdot 10^4$ , J/kmol).

Metal \ Oxide	$\sigma$ , MPa				Metal oxide	$-\Delta Z_{293} \cdot 10^4$ , J/kmol
	Glass	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO		
Al	60 +	62 +	65 +	60 +	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1675
In	25 +	20 +	18 +	18 +	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	926
Mg	22 +	15 +	20 +	25 +	MgO	602
Sn	2 +	10 +	0 -	10 +	SnO	581
Cd	2 -	0 -	5 +	5 +	CdO	260
Pb	2 -	2 +	0 -	5 -	PbO	219

Table 1 shows that the oxide formation energy increases from aluminium to lead. Metals with a high affinity to oxygen form stronger adhesive bonds with the surface of oxides. However, formation of a strong adhesion in these systems does not occur over the whole contact area but only in the regions of the maximum shear strain (Fig. 1a). Special experiments with the Al/glass system were performed so that plastic flow of Al on the glass surface was obtained under friction. In this case a strong adhesion was observed over the whole surface of oxide (Fig. 1b). The AFM studies of surfaces showed that transferred metals (in this case Al) have a nanostructure with a grain size from 30 to 100 nm (Fig. 1c). Nanostructure is not homogeneous. This result is confirmed by X-ray diffraction the data of which also show that the nanostructure of Al is stable after annealing in vacuum. Thus, action of the maximum shear strain leads to the formation of nanostructure in metal near the interface. Nanostructured metals with a high affinity to oxygen form chemical bonds with oxides.

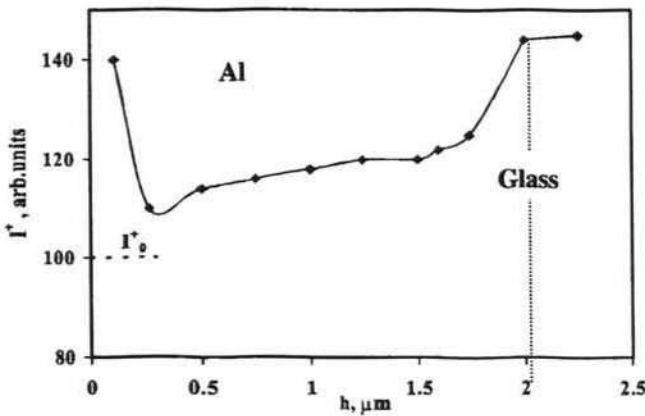
We can explain the me/oxide chemical bonding at room temperature by mechanoactivation of the oxide surface. Let us consider the possibility of mechanoactivation of the oxide surface by plastic flow of metals. Point defects and dislocations may be considered as the structural factors of influence. The point defect formation energy in oxide ( $\approx 2$  eV) is insignificant. Therefore, it is possible to assume with confidence their occurrence in near-surface layers of oxide even at a room temperature under active plastic flow of metals. We have studied the role of dislocations in In/MgO and Pb/MgO systems in which the thermodynamics of me/oxygen interaction is different (Table 1). Etching of MgO does not reveal presence of new dislocations around and inside the area of the transferred In (Fig. 1d). The hardness of soft In being only 16 MPa is smaller than a starting stress for dislocations in MgO ( $\tau_p \approx 28$ –30 MPa). The hardness of Pb (30 MPa) should be sufficient to create dislocations in MgO. Really, a group of new dislocations is found in the area of the maximum shear stress but with no trace of adhesion or transferred Pb (Fig. 1e). Apparently, a high concentration of point defects on the oxide surface the presence of which facilitates formation of metal-oxygen complex can be the primary factor of mechanoactivation. The

leading role of oxygen and point defects in me/oxide adhesion is confirmed by theoretical data on adsorption and by experimental data on thin film adhesion in metal/oxide systems [5, 9].



**Fig. 1** Micrographs of the fracture of me/oxide joints : transferred Al to Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at normal contact (a) and at friction scheme (b), dark field; AFM image of transferred Al (c); etched MgO surface after contact with In (d) and Pb (e).

To test the hypothesis of the leading role of oxygen the chemical compound of the metal transferred to oxide was experimentally traced level-by-level by SIMS (secondary ion massspectrometry) method. The oxidised aluminium in the Al transferred to the surface of glass is shown in Fig. 2. This result is an evidence of formation of a 0.5–1µm deep Me-MeO reaction zone spreading in the metal, with a gradient of oxygen concentration.



**Fig. 2** Depth profile of the intensity of SIMS-signal of Al<sup>+</sup> in the Al transferred to glass. Intensity of non-oxidised Al pointed as I<sub>0</sub><sup>+</sup>.

The grain boundary diffusion coefficients in nanomaterials synthesized by means of severe plastic deformation are known to be by an order of magnitude higher than in classical polycrystals. Thus, in regions of maximum shear stress atomic diffusion of oxygen is promoted. A change of mechanical properties of metal near the interface may also be expected. Let us compare mechanical properties of metals on fracture of metal/oxide joints with properties of deformed bulk metals. The data on Al and In are presented in Table 2.

**Table 2** Microhardness (H, MPa) and strength ( $\sigma$ , MPa) of deformed bulk metals and metals transferred to SiO<sub>2</sub>

Metal	H, MPa		$\sigma$ , MPa	
	bulk	Transferred	bulk	Transferred
Al	400	700	200	62
In	16	150	9	15

As it is seen, the microhardness of the two metals strongly increases in the fracture zone. At the same time the strength of Al decreases while in case of In remains high. Apparently, a brittle Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite is formed at the Al/oxide interface. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is known to be a very hard and brittle material. In oxide is not so hard and brittle. Therefore, the presence of In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> increases the hardness and strength.

**4 Conclusions** A strong chemical adhesion is obtained on the metal/oxide interface under plastic deformation of metal at room temperature. Mechanoactivation of adhesion occurs in metals with low oxide formation energy in the regions of maximum shear stress. In the Me–MeO reaction zone forming at shear stress the metal is nanostructured and hardened. The nanostructured state of metal, together with high concentration of point defects in the near-surface layer of oxide promote chemical interaction of the metal and oxide oxygen increasing adhesion.

**Acknowledgement** Authors would like to express deep thanks to Dr. V. Skvortsova for providing the MgO samples.

## References

- [1] F. Ernst, *J. Mater. Sci. Eng.* **R15**, 97 (1995).
- [2] W. Lojkowski and H.-J. Fecht, *The Structure of Intercrystalline Interfaces*, *Progress in Materials Science*, Vol. 45 (Pergamon Press, 2000), pp. 339–568.
- [3] F. Muktepavela, I. Manika, and J. Kalnacs, *Latv. J. Phys. Techn. Sci.* **6**, 141 (2000).
- [4] T. Akatsu, N. Hosoda, T. Suga, and M. Rühle, *Mater. Sci. Forum.* **294–297**, 329 (1999).
- [5] E. Heifets, Yu. Zhukovskii, E. Kotomin, and M. Causa, *Chem. Phys. Lett.* **283**, 395 (1998).
- [6] D. Duffy, J. Harding and A.M. Stoneham, *J. Appl. Phys.* **76**, 2791 (1994).
- [7] F. Muktepavela, I. Manika, and V. Mironovs, *Mater. Design* **18**, 257 (1997).
- [8] S.A. Varchenya, F.O. Muktepavel, and G.P. Upit, *phys. stat. sol. (a)* **1**, K165 (1970).
- [9] M. Keino and F. Shinichiro, *J. Mater. Sci. Eng. B* **10**, 139 (1991).

## DIRECT LASER WRITING OF CONDUCTIVE STRUCTURES ON INDIUM TIN OXIDE

E. Tamanis<sup>a</sup>, G. Liberts<sup>a</sup>, and J. Kleperis<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Department of Physics, Daugavpils University, Parades 1, LV-5400 Daugavpils, Latvia

E-mail: fizika@dau.lv

<sup>b</sup> Institute of Solid State Physics, Kengaraga 8, LV-1063 Riga, Latvia

Received 20 October 2003

Investigations on the laser-induced reduction of indium tin oxide (ITO) are presented. Here, the oxygen content of the material is locally decreased by CW YAG:Nd laser irradiation in hydrogen atmosphere. The dependences of resistance of metallized stripes versus laser beam power and beam scanning velocity are shown. Electrical conductivity of laser-written stripes was estimated 2–3 orders higher with respect to raw ITO film conductivity.

**Keywords:** laser processing, direct laser writing, laser-assisted reduction

**PACS:** 42.62.Cf, 73.61.At, 82.50.Bc

### 1. Introduction

Indium tin oxide (ITO) is one of the most widely used transparent conducting oxides for optoelectronic devices, flat panel displays and sensors, as it combines good electrical conductivity with high transparency in the visible range [1–3].

Laser processing, including direct laser writing, is based on the interaction of intense laser radiation with either the material surface or/and with the ambient medium surrounding this material [4]. The microscopic mechanism of excitation can be photothermal or photochemical in nature.

We had reported that oxygen content of advanced ceramic materials can be locally reduced by CW YAG:Nd laser irradiation in hydrogen atmosphere [5, 6]. Here a similar method has been presented to produce metallized stripes on to ITO surface.

### 2. Experimental procedure

Indium tin oxide thin films were obtained by reactive magnetron sputtering from metallic source. The target was a 20 cm diameter In (92%) and Sn (8% by weight). Alloy In–Sn was melt in argon atmosphere by using quartz crucible. Films (400 nm in thickness) were deposited on glass (K-8) substrates. The substrates were cleaned in an ultrasonic cleaner for 10 min

with acetone and then methanol. All substrates were blown dry with nitrogen gas before they were introduced into the deposition system. The structure of a thin ITO film is microcrystalline, with small metallic (In) islands.

For laser processing the ITO samples were placed into a reaction chamber, which has been operated with constant pressure of hydrogen 1.5 bar. Laser-induced reduction and alloying was then achieved by focusing the irradiation of CW YAG:Nd (1064 nm wavelength) laser beam onto the sample surface. In the present experiments the diameter of the beam waist was  $2\omega_0 = 20 \mu\text{m}$  at  $1/e^2$  intensity. For direct laser writing the laser beam was translated perpendicularly to sample surface with PC programmable  $x$ – $y$  stage. The conducting stripes were characterized by optical microscope, the resistance per length of stripe was measured by using a standard four-probe technique at room temperature.

The conducting stripes were characterized by optical microscope, the resistance per length of stripe was measured by using a standard four-probe technique at room temperature. We have used ITO samples with medium range conductivity ( $\approx 10 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ ) 100–1000 times lower compared to laser metallized stripes. It allows one to use in the first approximation the four-probe method for resistance measurements.



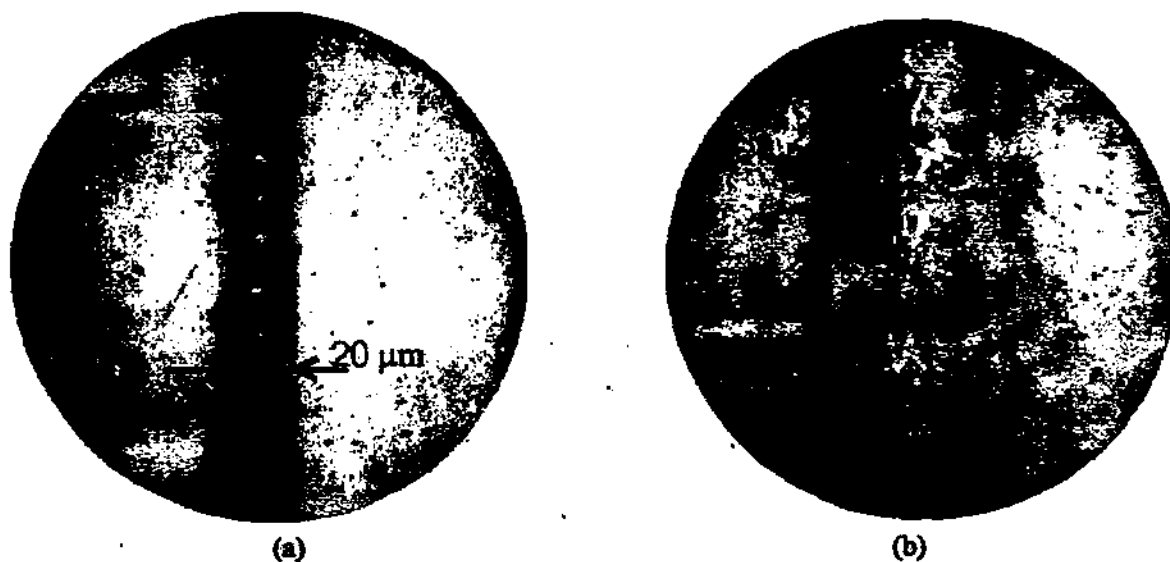


Fig. 1. Metallized stripes on ITO. The ambient atmosphere was 1.5 bar  $H_2$ , laser power  $\approx 6.5$  W, and scanning velocity  $51 \mu\text{m/s}$ .

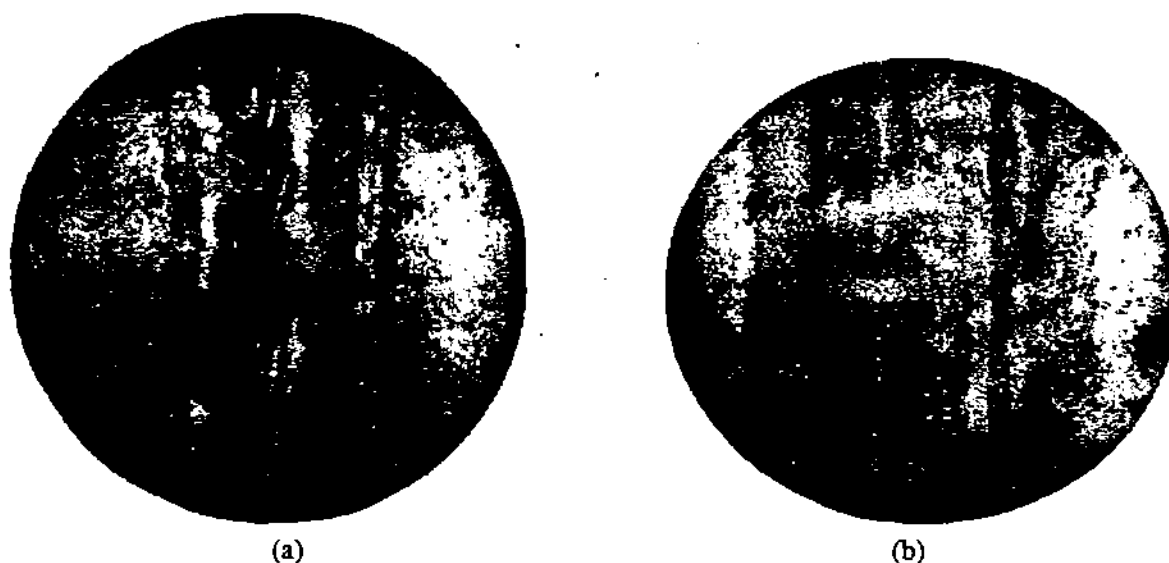


Fig. 2. Metallized stripes on ITO. The ambient atmosphere was 1.5 bar  $H_2$ , laser power  $\approx 6.5$  W, and scanning velocity (a)  $84 \mu\text{m/s}$  and (b)  $244 \mu\text{m/s}$ .

### 3. Results

We have demonstrated laser-induced metallization of ITO (Figs. 1–3). The dependence of resistance of stripes from laser beam power and beam scanning velocity are shown in Fig. 4. The electrical conductivity of laser-written stripes due to reduction in hydrogen ambient was estimated 2–3 orders higher with respect to raw ITO film conductivity.

Here, the hydrogen pressure is 1.5 bar, different laser power and scanning velocity has been used. With low and medium laser powers (1–7 W) strong surface reduction of material takes place. When the laser power is further increased, destruction of the sample surface

was observed (Fig. 3), which evidently leads to conductivity decrease.

Experimental data show that the resistance of the conducting stripes depends strongly upon from processing parameters: laser beam power and scanning velocity. For higher conductivity of stripes it is necessary to use higher light power and longer reaction time with respect to diffusion processes and melting of reduced ITO.

### 4. Conclusions

We have presented single-step direct laser writing of electrically conducting patterns onto indium tin oxide



Fig. 3. Metallized stripes on ITO. The ambient atmosphere was 1.5 bar  $H_2$ , laser power  $\approx 9.5$  W, and scanning velocity (a)  $51 \mu\text{m/s}$  and (b)  $127 \mu\text{m/s}$ .

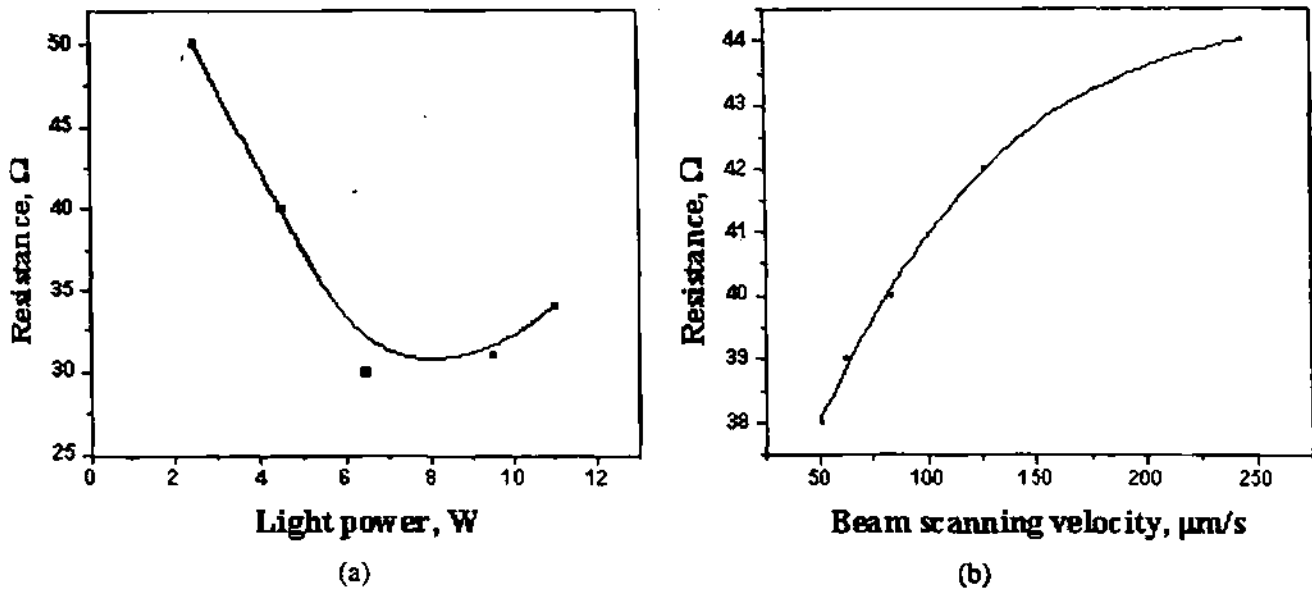


Fig. 4. Resistance of metallized stripes versus (a) laser beam power and (b) beam scanning velocity.

surface. The process is believed to be based on photothermally activated diffusion and removal of oxygen from the sample surface. Because of strong influence of oxygen content on the resistance of ITO, this technique permits one to draw conducting electrode structures.

#### References

- [1] I. Hamberg, C.G. Granqvist, Evaporated Sn-doped  $\text{In}_2\text{O}_3$  films: Basic optical properties and applications to energy efficient windows, *J. Appl. Phys.* **60**, R123 (1986).
- [2] K.L. Chopra, S. Major, and D.K. Pandya, Transparent conductors – A status review, *Thin Solid Films* **102**, 1 (1983).
- [3] R.B.H. Tahar, T. Ban, Y. Ohya, and Y. Takahashi, Electric transport in tin-doped indium oxide thin films prepared by sol-gel technique, *J. Appl. Phys.* **83**, 2139–2141 (1998).
- [4] D. Bauerle, *Laser Processing and Chemistry* (Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg/New York, 1996).
- [5] G. Liberts, M. Eyett, and D. Bauerle, Direct laser writing of superconducting patterns onto semiconducting ceramic Y–Ba–Cu–O, *Appl. Phys.* **45**, 314–317 (1988).
- [6] E. Tamanis, G. Liberts, and L. Berzina, *Proc. SPIE* **5123**, 39–42 (2003).

**TIESIOGINIS LAIDŽIŪJŲ SANDARŲ IŠDEGINIMAS LAZERIU ANT INDŽIO ALAVO OKSIDO**E. Tamanis<sup>a</sup>, G. Liberts<sup>a</sup>, J. Kleperis<sup>b</sup><sup>a</sup> *Daugpilio universitetas, Daugpilis, Latvija*<sup>b</sup> *Kieto kūno fizikos institūtas, Latvija***Santrauka**

Tirta indžio alavo oksido redukcija švitinant lazerio spinduliu. Deguonies koncentraciją pavyksta lokaliai sumažinti švitinant YAG:Nd lazeriu vandenilio atmosferoje. Gauta metalizuotų juoste-

lių varžos priklausomybė nuo lazerio spinduliuotės galios ir spindulio slinkties greičio. Rasta, kad lazeriu išdegintų juostelių laidumas yra 2–3 eilėmis didesnis, nei pradinės nešvitintos plėvelės.

# Direct laser writing of conductive patterns in advanced ceramic materials

Edmunds Tamanis<sup>a</sup>, Guntis Liberts<sup>a\*</sup>, Liga Berzina<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Department of Physics, Daugavpils University, 1 Parades Str. Daugavpils, LV-5400, Latvia

<sup>b</sup>Faculty of Chemical Technology, Riga Technical University, 12/24, Riga, LV-1048, Latvia

## ABSTRACT

Investigations on the laser-induced reduction of advanced ceramic materials, including high-temperature superconductive (HTSC) ceramics, are presented. Here, the oxygen content of the material is locally decreased by CW YAG: Nd laser irradiation in H<sub>2</sub> atmosphere. Direct laser-written metallic stripes into the weakly conducting sample surface had been tested by standard 4-point-probe technique in He dewar. New data about resistance temperature dependences of 100% laser reduced stripes of HTSC Y-Ba-Cu-O ceramics has been determined. Our experimental data are in good agreement with Matthiessen's law with respect to laser-written electrodes as YCu<sub>2</sub> alloys. As for high resistive stripes in HTSC ceramics being written into the surface under incomplete reduction regime we have found similar resistance behavior to random network of Cu fine particles connected 2D through thin oxide barriers. In the case of Bi - based HTSC ceramics a controversial picture takes place - low melting temperature of Bi oxide gives rise to segregation of Bi microspheres along the stripes corresponding to incomplete electroding. Although the laser-assisted surface alloying and metallization of bioceramics has been performed.

Keywords: Laser writing, ceramics, electroding

## 1. INTRODUCTION

Laser processing, including direct laser writing, is based on the interaction of intense laser radiation with either the material surface or/and with the ambient medium surrounding this material<sup>1</sup>. The microscopic mechanism of excitation can be photothermal or photochemical in nature. As for novel ceramic HTSC and bioceramics, which are highly absorbing in the visible region of spectrum and are very sensitive to the changes of oxygen concentration, there exist many possibilities to perform direct laser writing (structure modification, electroding). Our previous detailed research<sup>2,3</sup> of laser-induced oxidation and reduction of HTSC materials and In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - glass systems<sup>4</sup> had been applied for electroding and gas sensor devices. The present work reports the more detailed investigations of the resistance of laser-reduced stripes with respect to completeness of the process.

## 2. EXPERIMENTAL

For laser processing the samples (polished ceramic pellets) were placed into a reaction chamber, which was operated with constant pressure of hydrogen or oxygen up to 2000 mbar. Laser-induced oxidation-reduction or alloying was then achieved by focusing the 532 nm or 1064 nm wavelength CW YAG: Nd laser beam onto the sample surface. For direct laser writing the reaction chamber was translated perpendicularly to the laser beam with PC programmable x-y stage. The conducting stripes were characterized by dc electrical measurements vs temperature (from He to room temperature) and optical microscope. The resistance per length of stripe at room temperature was measured by using a standard four-probe technique. As for HTSC ceramic samples the pre-reduction in oven (nitrogen ambient) has been performed (in order to obtain highly resistive reference host).

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

We have determined new data about resistance temperature dependences of 100% laser-reduced stripes of Y-Ba-Cu-O, which are in good agreement with our earlier work<sup>3</sup>. According to research<sup>5</sup> of 4d transition metal impurities in Cu and classic Matthiessen's law and our experimental data we have concerned that laser-written conductive stripes are YCu<sub>3</sub> alloys. The temperature dependences of the resistivity of laser-reduced Y-Ba-Cu-O HTSC stripes clearly demonstrate true metallic origin (Fig.1.). For the high resistance stripes related to insufficient reduction of Y-Ba-Cu-O we have applied  $\ln R$  vs  $1/T$  analysis with respect to 2D conductivity model of coupled fine particles of Cu<sup>6</sup>. Figure 2 shows the resistivity in Arrhenius coordinates of the incomplete reduced stripe characterized with energy barrier  $\approx 0,4$  eV. As for Bi-based HTSC ceramics (composition Bi<sub>1</sub>Sr<sub>1</sub>Ca<sub>1</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>x</sub>) we have seen controversial picture – absence of complete laser-induced reduction due to low melting temperature of Bi oxide corresponding with early segregation of Bi microspheres along the stripes. Direct X-ray microprobe analysis of reference host and laser processed zone confirms Bi segregation (Fig.3., Tab.1.).

As for the laser processing of bioceramics we have performed preliminary experiments of laser-induced reduction and etching of bioceramics.

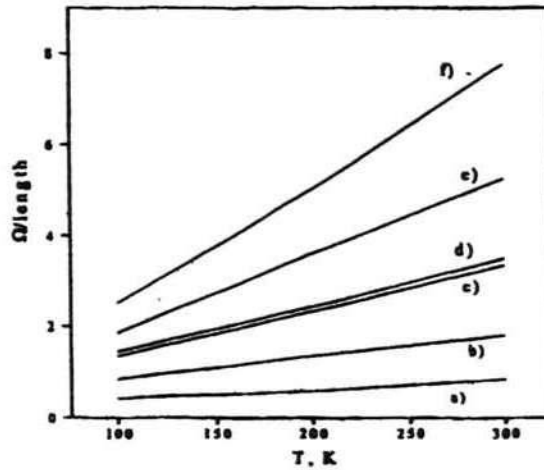


Fig. 1. Temperature dependence of resistivity for completely laser-reduced stripes in Y-Ba-Cu-O ceramics. a) - 240 mW, 1800 mbar, 4  $\mu$ /s, b) - 520 mW, 1800 mbar, 40  $\mu$ /s, c) - 240 mW, 1800 mbar, 40  $\mu$ /s, d) - 240 mW, 1800 mbar, 200  $\mu$ /s, e) - 520 mW, 500 mbar, 100  $\mu$ /s, f) - 400 mW, 500 mbar, 100  $\mu$ /s.

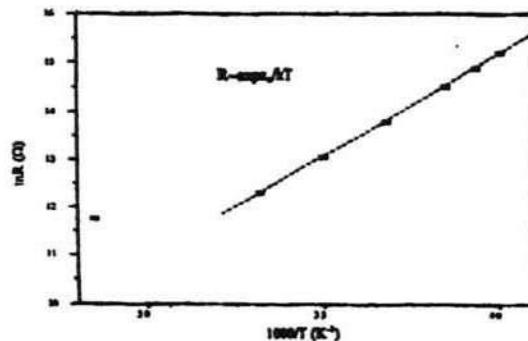


Fig. 2. Arrhenius plot for resistivity of incompletely laser-reduced stripe of Y-Ba-Cu-O ceramics.

Element	Line (eV)	Counts		
		1	2	3
Cu	920	694	100	109
	940	749	100	129
	960	679	100	119
Sr	1800	4714	938	692
	1820	4908	1009	762
	1840	4978	1070	892
	1860	4743	1113	886
	1880	4005	1120	998
Bi	2420	6654	9190	8887
	2440	7192	9975	9358
Ca	3680	3594	541	375
	3700	4029	564	366
	4000	1103	389	400
	4020	1097	389	339

Tab. 1. X ray microprobe line intensities for different area (reference host -1, boundary -2, Bi rich microspheres - 3)

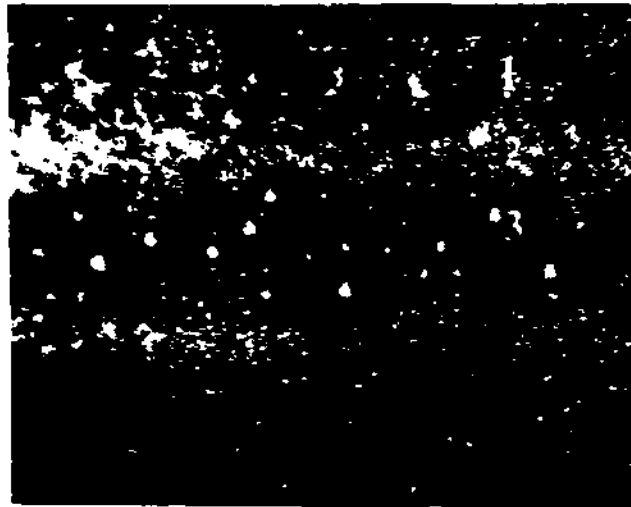


Fig. 3. Segregation of Bi particles after laser-reduction experiment on  $\text{Bi}_1\text{Sr}_1\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$  ceramics. Numeration corresponds to the X ray microprobe data in Table 1. 1 - reference host, 2 - boundary, 3 - laser processing central zone. The stripe width - 20  $\mu\text{m}$ .

### CONCLUSION

We have determined metallic type of resistivity of completely laser-reduced stripes of Y-Ba-Cu-O ceramics. As for insufficient degree of reduction we have explored 2D Cu microparticle network conductivity model. Bi containing HTSC ceramics are not useful for laser-assisted electroding due to early Bi segregation in the process.

### ACKNOWLEDGMENTS

This work has been partially supported by Latvian Science Council Grant No.01. 381. Author are grateful to M.Kalnbergs from Institute of Solid State Physics of University of Latvia for providing the HTSC samples.

## REFERENCES

1. D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1996.
2. G. Liberts, M. Eyett, D. Bäuerle, "Direct laser writing of superconducting patterns onto semiconducting ceramic Y-Ba-Cu-O" *Appl. Phys. A*, 46, pp. 331-334, 1988.
3. G. Liberts, M. Eyett, D. Bäuerle, "Laser-induced surface reduction of the high  $T_C$  superconductor" *Appl. Phys. A*, 45, pp. 314-317, 1988
4. G. Vaivars, J. Kleperis, J. Zubkans, G. Vitins, G. Liberts, A. Lasis, "Influence of thin film coatings on the gas sensitivity properties of narrow laser cut gap in  $In_2O_3$  on glass substrate" *Sensors and Actuators B*, 33, pp. 1-5, 1996.
5. T. Toyoda, J. "The effect of 4d Transition Metal Impurities on the Residual Resistivity of Au or Cu", *J. of the Phys. Soc. of Japan*, 39, No1, July, pp. 76-83, 1975.
6. S. Kobayashi, F. Komori, Y. Ootuka, W. Sasaki, "InT Dependence of Resistivity in Two-Dimensionally Coupled Fine Particles of Cu", *J. of the Phys. Soc. of Japan, Letters*, 49, No4, October, pp. 1635-1636, 1980.

---

\*Correspondence: Email: [liberts@du.lv](mailto:liberts@du.lv)

## Nonuniformity of Thickness of Films Obtained by Ion Sputtering in the Penning Discharge

L. V. Kozlovskii and E. Tamanis

Daugavpils Pedagogical University, Vienības iela 13, Daugavpils, LV-5407 Latvia

Received December 15, 1998

**Abstract**—The nonuniformity of thickness of films obtained by ion sputtering in the Penning discharge is evaluated by calculations and measured experimentally. The calculated and experimental data agree if the angular distribution of the sputtered particles used in calculations has the form  $(n + 1/2\pi)\cos^n\theta$ , where  $n = 0.25-1$ , depending on the distance to the substrates. The dependence observed is explained by the effect of collisions of the sputtered Al atoms with Xe atoms of the working gas at a pressure of  $7 \times 10^{-4}$  Torr.

The working gas pressure plays an important role during ion sputtering. If the pressure is such that  $\lambda/d < 1$ , where  $\lambda$  is the free path of the sputtered particles and  $d$  is the target-substrate distance (for which the distance between the target and substrate centers can be taken), due to collisions, the particle energy becomes comparable to their thermal energy. Sputtering devices based on the Penning discharge [1] make it possible to deposit films in a wide pressure range, including the case of  $\lambda/d > 1$ . The low-pressure conditions can be employed for depositing multilayer films with layer thicknesses of up to several nanometers, when high deposition rates are unnecessary. In order to obtain films with a minimum working gas content, the heaviest inert gas, Xe, must be used.

Two cathodes are sputtered in the Penning discharge. The influence of the angular distribution of the sputtered particles on their deposition rate has been studied for substrates positioned in parallel or normally to the cathode [2]. This work considers the case of a plane substrate arbitrarily oriented with respect to the cathodes (Fig. 1).

The number of particles  $N$  sputtered per unit time from an area element  $dx'dy'$  in the vicinity of the point  $S(x', y', 0)$  onto the cathode surface is

$$N = kj(x', y')/e, \quad (1)$$

where  $k$  is the sputtering coefficient of the cathode material by Xe ions,  $j(x', y')$  is the current density for single-charge ions, and  $e$  is the electron charge.

The number of particles  $dN$  entering inside the solid angle  $d\Omega$  is determined by the formula

$$dN = N\tau d\Omega, \quad (2)$$

where  $\tau$  is the function describing the angular distribution of the sputtered particles. When polycrystalline targets are sputtered, the distribution of the sputtered particles in the escape angles  $\theta$  measured from the nor-

mal to the target surface is approximated by the cosine law

$$((n + 1/2\pi)\cos^n\theta). \quad (3)$$

We assume that  $\tau$  is independent of the azimuthal angle and has the form (3). Such a function  $\tau$  is used for describing particle flows in apparatuses for film deposition. Let  $d\sigma$  be an element of the substrate surface area in the vicinity of point  $T$ . Then,

$$d\Omega = d\sigma \cos\psi / |\vec{TS}|^2, \quad (4)$$

where  $\psi$  is the angle between the normal to the substrate surface and  $\vec{TS}$ . In view of this fact, the number of particles  $dN/d\sigma$  falling on the unit area of the substrate per unit time in the vicinity of point  $T$  during sputtering of a single cathode is determined by the expression

$$dN/d\sigma = \iint_G \frac{kj(x', y')\tau \cos\psi}{e|\vec{TS}|^2} dx'dy'. \quad (5)$$

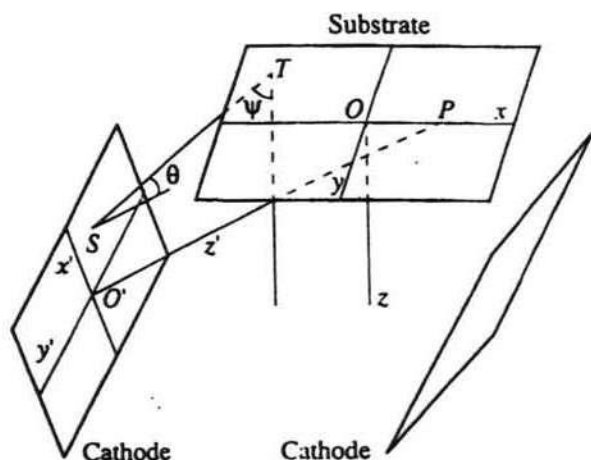


Fig. 1. Layout of the cathodes and substrate.



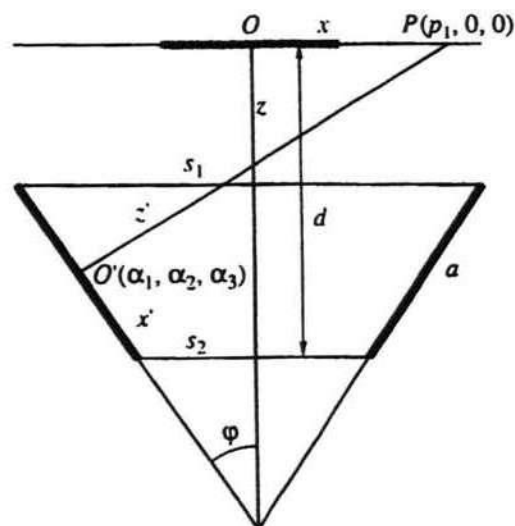


Fig. 2. Symmetric arrangement of the cathodes with respect to the substrate.

where  $G$  is the cathode surface. The ion current density  $j(x', y')$  was considered to be constant in  $dN/d\sigma$  calculations.

In our experiments, the cathodes were positioned symmetrically with respect to the substrate plane (Fig. 2). The geometric parameters of the sputtering system are characterized by the value of  $d$ , cathode width  $a$ , and distances  $s_1$  and  $s_2$  between the parallel straight lines confining the cathodes in the form of a rectangle.

Note that, for a sputtering system symmetric with respect to the  $Oyz$ -plane, the particle flow arriving at the point  $(x, y, 0)$  during second cathode sputtering is equal to the particle flow from the first cathode at the point  $(-x, y, 0)$ . Thus, when conducting computations, one may calculate the flow of condensing particles from a single cathode. In this case, the particle adhesion coefficient was assumed to be 1 [3]. Note that in order to calculate the relative condensate thickness it is sufficient to assume that the adhesion coefficient is constant. Integral (5) is calculated numerically.

All films were deposited with the following discharge parameters:  $p = 7 \times 10^{-1}$  Torr (Xe pressure),  $U_a = 2$  kV (anode voltage), and 5 mA (discharge current). The geometric parameters of the sputtering system are as follows:  $a = 25$  mm,  $b = 50$  mm (cathode length),  $s_1 = 50$  mm, and  $s_2 = 57$  mm. Glass substrates with dimensions of  $60 \times 60$  mm were used. Films were deposited at  $d = 59, 104,$  and  $129$  mm. The film deposition rate was determined from the mass of the coating deposited in a given time interval.

The thickness nonuniformity was studied with the photometry technique. First, a calibration curve was measured, i.e., the power of laser radiation with a wavelength of 70 nm transmitted through films was measured as a function of film thickness in a range of 5–60 nm. An MT4042 semiconductor laser and a CBL instrument

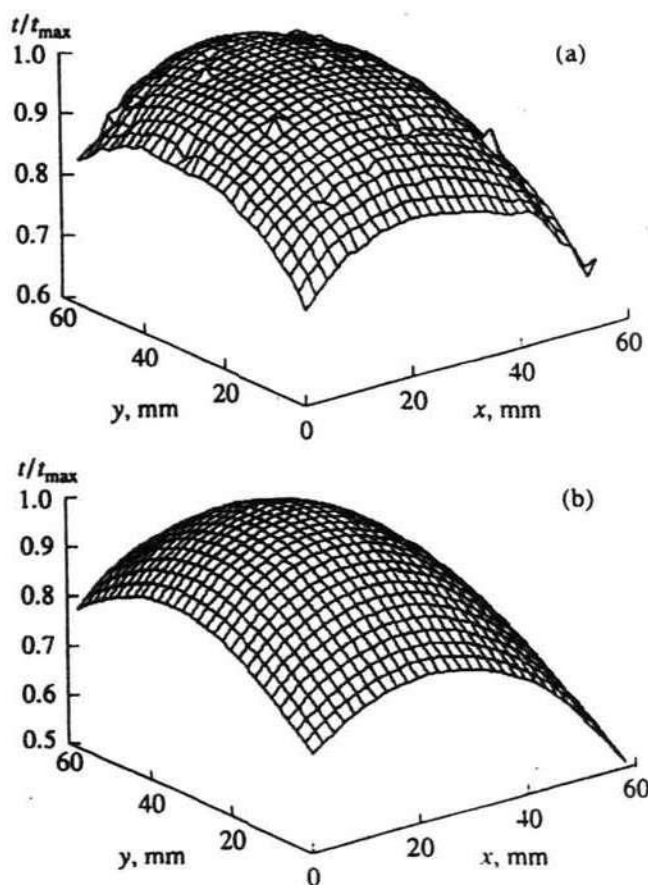


Fig. 3. Relative film thickness  $t/t_{\max}$  as a function of the coordinates  $x$  and  $y$  in the substrate plane: (a) experiment and (b) calculations at  $n = 0.25$  and  $d = 104$  mm.

(Texas Instruments) with an appropriate sensor were employed. Cubic splines were used for interpolating experimental data [4]. Then, the transmitted light power was measured at the nodes of a  $2 \times 2$ -mm grid on the surface of a substrate measuring  $60 \times 60$  mm with a deposited film. The thickness values were computed by using the calibration curve.

Experimental data were compared to the calculated ones obtained at different  $n$  (0, 0.25, 0.5, 1, 1.5, and 2) in formula (3). We found that, for  $d = 59$  mm and  $d = 104, 129$  mm, the best fitted  $n$  are 1 and 0.25, respectively. As an example, Fig. 3 shows 3D plots of the relative film thickness  $t/t_{\max}$  as a function of coordinates  $x$  and  $y$  in the substrate plane for  $d = 104$  mm. The value of  $n = 0.25$  described well the experimental data for Cu films deposited at an Ar pressure of  $8 \times 10^{-3}$  Torr [5]. The fact that the function describing the spatial distribution of the sputtered particles changes its form with increasing  $d$  is, apparently, associated with collisions between these particles and atoms of the working inert gas.

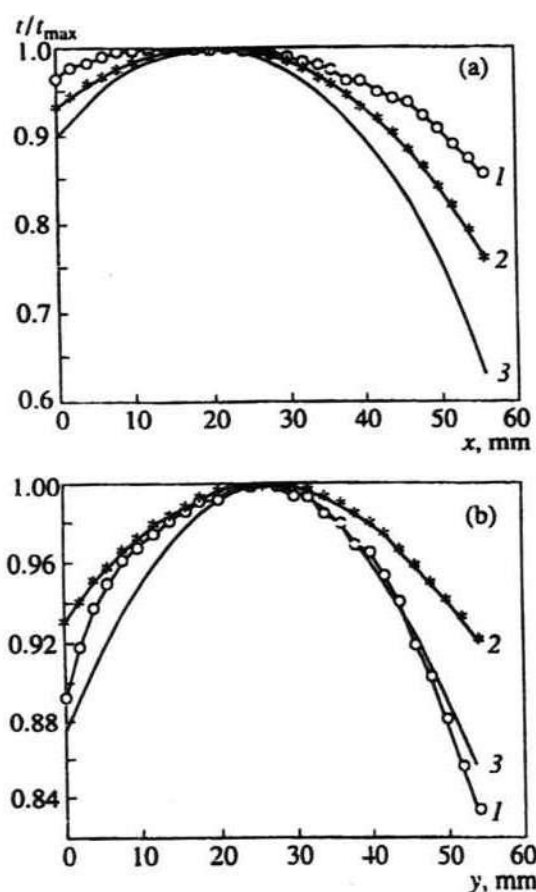


Fig. 4. Relative film thickness  $t/t_{\max}$  as a function of the coordinate (a)  $x$  in the plane  $y=0$  and (b)  $y$  in the plane  $x=0$  at  $d=104$  mm: (1) experimental data; (2) calculations without an exponential factor; and (3) calculations with an exponential factor.

The free-path  $\lambda$  of a particle can be calculated from the formula

$$\lambda^{-1} = \sqrt{2\pi n_s a_s^2 + (\pi n_g (a_s + a_g)^2 / 4)} \sqrt{1 + m_s / m_g} \quad (6)$$

where  $n_s$  and  $n_g$  are the numbers of the sputtered atoms and gas atoms per unit volume, and  $m_s$ ,  $m_g$ ,  $a_s$ , and  $a_g$

Table 1. Relative values of the film deposition rates and average densities of the sputtered-particle flows on a substrate with dimensions of  $20 \times 20$  mm at  $d=104$  and  $129$  mm

$d$ , mm	$v/v_{59}^*$	$(dN/d\sigma)/(dN/d\sigma)_{59}^{**}$	
		the exponential factor is taken into account	the exponential factor is neglected
104	0.17	0.23	0.34
129	0.13	0.12	0.22

\*  $v_{59}$  is the experimental value of the film deposition rate at  $d=59$  mm.

\*\*  $(dN/d\sigma)_{59}$  is the calculated flow of Al atoms at  $d=59$  mm.

are the masses and diameters of the corresponding atoms. It is obvious that  $n_s \ll n_g$ .

The free path for the sputtered atoms, whose kinetic energy is much higher than the thermal energy of the working gas atoms, is  $\sim 40\%$  longer than that calculated from formula (6) [6]. The  $\lambda$  value for the sputtered Al atoms calculated from (6) was 105 mm, demonstrating that interatomic collisions must be taken into account at  $d=104$  and 129 mm. This can be done if we assume that the particle flow at the distance  $r$  from the point  $S(x', y', 0)$  decreases by a factor of  $\exp(r/\lambda)$  [7].

Table 1 presents the relative film-deposition rates obtained experimentally and the relative values of  $dN/d\sigma$  calculated with and without an exponential factor in integral (5) at various  $d$  values. These data show that, if collisions are taken into account in such a simple form, a much better agreement with the experimental data is observed in comparison to the collisionless model.

Figure 4 presents the relative film thicknesses  $t/t_{\max}$  as a function of coordinate  $y$  in the plane  $x=0$  and coordinate  $x$  in the plane  $y=0$  for  $d=104$  mm. These data show that the introduction of an exponential factor does not significantly change the curve shapes. The calculated and experimental data agree well for  $d=59$  mm. This is probably due to the fact that this  $d$  value is smaller than the free path of the particle. It is obvious that the introduction of an exponential factor is insufficient for describing collisions, and their consideration is a separate problem [6], which was not examined in this study.

The ion current flowing to one cathode can be considered to be equal to approximately half of the discharge current. By using the data calculated for  $d=59$  mm (when collisions can be neglected) and measured film deposition rates, we calculated the coefficient of sputtering polycrystalline Al by Xe ions, which was found to be 2.9. The TRIM program was used for these calculations [8]. The average energy of Xe ions in the Penning discharge can be approximately evaluated as  $0.5eU_a = 1000$  eV, taking into account that the ionization in the discharge occurs in the entire discharge gap at pressures of  $\sim 10^{-4}$  Torr and weak magnetic fields. The sputtering coefficients at angles of ion incidence of  $90^\circ$ ,  $45^\circ$ , and  $60^\circ$  were found to be 0.74, 2.3, and 4.0, respectively. For the cell geometry used in experiments, the angles of incidence of Xe ions on cathodes lie within a wide range, thus yielding a sputtering coefficient value characteristic of an oblique ion incidence on the cathodes.

A characteristic of the film's thickness nonuniformity is the parameter  $\delta$  defined by the relation

$$\delta = (t_{\max} - t_{\min}) / (t_{\max} + t_{\min}),$$

where  $t_{\max}$  and  $t_{\min}$  are the maximum and minimum thickness values, respectively. Table 2 presents experimental and calculated  $\delta$  values.

Table 2. Values of  $\delta$  for various  $d$ 

d, mm	$\delta$ , %		
	experimental value	the exponential factor is taken into account	the exponential factor is neglected
59	57.8	73.5	66.9
104	19.5	26.9	22.5
129	16.3	19.8	15.9

Comparing the results of measurements to the calculated data, we see that the cosine law in the form (3) can be applied to evaluating the film thickness nonuniformity for Penning sputtering devices as well.

#### ACKNOWLEDGMENTS

We are grateful to S. Berg and I. Katardiev for placing the TRIM program at our disposal and for their help in computer calculations.

A part of this work was performed at the University of Uppsala (Sweden) within the framework of the Nordic-Baltic Scholarship Scheme.

#### REFERENCES

1. Kozlovskii, L.V., *Prib. Tekh. Eksp.*, 1995, no. 3, p. 193.
2. Lecoeur, P., Mercey, B., and Murray, H., *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1995, vol. 13, no. 4, p. 2221.
3. Bergsaker, H. and Emmoth, B., *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B*, 1988, vol. 33, p. 435.
4. Potemkin, V.G., *MATLAB. Spravochnoe posobie* (MATLAB Handbook), Moscow: Dialektika, 1997.
5. Fan, Q.H., Chen, X.H., and Zhang, Y., *Vacuum*, 1995, vol. 46, no. 3, p. 229.
6. Westwood, W.D., *J. Vac. Sci. Technol.*, 1978, vol. 15, no. 1, p. 1.
7. Car, T. and Radic, N., *Thin Solid Films*, 1997, vol. 293, p. 78.
8. Biersack, J.P. and Haggmark, L.G., *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, 1980, vol. 174, p. 257.