

DAUGAVPILS UNIVERSITĀTE  
DZĪVĪBAS ZINĀTŅU UN TEHNOLOĢIJU INSTITŪTS

G. Liberta Inovatīvās mikroskopijas centrs

Mg.phys. Jānis Sņķeris

Promocijas darbs

**Mikro un nano struktūru iegūšana uz  
metālu un metālu kompozītmateriālu  
plāno kārtiņu virsmām ar fokusētu  
elektronu starojumu**

Zinātniskais vadītājs:  
Dr.phys. Vjačeslavs Gerbreders

Daugavpils 2022



DAUGAVPILS  
UNIVERSITĀTE

NACIONĀLAIS  
ATTĪSTĪBAS  
PLĀNS 2020



EIROPAS SAVIENĪBA  
Eiropas Sociālais  
fonds

I E G U L D Ī J U M S T A V Ā N Ā K O T N Ē

Darbs izstrādāts ar ESF atbalstu projektā "Daugavpils Universitātes stratēģiskās specializācijas jomu akadēmiskā personāla profesionālās kompetences stiprināšana 3. kārtā", vienošanās Nr. 8.2.2.0/20/I/003.

**Promocijas darbs izstrādāts** Daugavpils Universitātes G. Liberta Inovatīvās Mikroskopijas Centrā, laika posmā no 2015. gada līdz 2022. gadam.

Darbs sastāv no 118 lapām, 63 attēliem, 9 tabulām un 1 pielikuma.

Darba forma: Disertācija fizikas nozarē, cietvielu fizikas apakšnozarē.

**Darba zinātniskais vadītājs:**

*Dr.Phys.*, **Vjačeslavs Gerbreders**, vadošais pētnieks, Daugavpils Universitāte, Latvija.

**Oficiālie recenzenti:**

1. *Dr.sc.ing.*, **Andris Šutka**, profesors, Rīgas Tehniskā Universitāte, Latvija.
2. *Dr.sc.ing.*, **Jurģis Porinš**, profesors, Rīgas Tehniskā Universitāte, Latvija.
3. *Dr.Phys.*, **Boriss Poļakovs**, vadošais pētnieks, Latvijas Universitātes Cietvielu fizikas institūts, Latvija.

**Promocijas darba aizstāvēšana** notiks: Daugavpils Universitātes Fizikas un astronomijas promocijas padomes atklātā sēdē 2022. gada 23. novembrī Daugavpilī, Parādes ielā 1a, 130. auditorijā plkst. 13:00.

Ar promocijas darbu un tā kopsavilkumu var iepazīties **Daugavpils Universitātes Bibliotēkā**, Parādes ielā 1, Daugavpilī un Daugavpils Universitātes interneta mājas lapā [www.du.lv](http://www.du.lv)

**Atsauksmes sūtīt promocijas padomes sekretāram:** Daugavpilī, Parādes ielā 1a, LV-5401, epasts: [eriks.sledevskis@du.lv](mailto:eriks.sledevskis@du.lv)

Promocijas padomes priekšsēdētāja: *Dr.Phys.*, **Irēna Mihailova**

Promocijas padomes sekretārs: *Dr.Phys.*, **Ēriks Sļedevskis**

# Saturs

1	Ievads . . . . .	8
1.1	Tēmas aktualitāte un motivācija . . . . .	8
1.2	Darba mērķis un uzdevumi . . . . .	8
1.3	Darba novitāte . . . . .	9
1.4	Promocijas darba struktūra . . . . .	9
2	Literatūras pārskats . . . . .	10
2.1	Elektronu starojuma mijiedarbība ar vielu . . . . .	10
2.1.1	Elastīgas mijiedarbības . . . . .	11
2.1.2	Neelastīgas mijiedarbības . . . . .	12
2.2	Mikro- un nano-struktūru iegūšanas metodes . . . . .	20
2.2.1	Plāno kārtiņu iegūšanas metodes . . . . .	20
2.2.2	Mikro- un nano-litogrāfija . . . . .	24
	EBL . . . . .	26
	„Bez maskas” EBL . . . . .	29
	Tiešā ieraksta EBL . . . . .	31
	SPL . . . . .	33
2.3	Formas atmiņas materiāls - nitinols . . . . .	36
2.3.1	Formas atmiņas mehānisms . . . . .	37
2.3.2	Nitinolā sastopamās kristāliskās fāzes . . . . .	39
3	Pētījumos izmantotās metodes un iekārtas . . . . .	46
3.1	Paraugu sagatavošana . . . . .	46
3.1.1	Plāno kārtiņu uzputināšanas sistēma <b>BYII-5</b> . . . . .	46
3.1.2	Plāno kārtiņu uzputināšanas sistēma Kurt Lesker Lab18 . . . . .	46
3.1.3	Nanodaļiņu uzputināšanas sistēma Mantis Na- nosys500 . . . . .	46
3.2	Paraugu īpašību noteikšana un kontrole . . . . .	47
3.2.1	EDXS mikroanalīzes modulis Oxford Instruments INCA X-act . . . . .	47
3.2.2	XRD Rigaku SmartLab . . . . .	47
3.2.3	CLSM Leica TCSP-5 . . . . .	47
3.3	Mikro un nanostruktūru veidošana un izpēte . . . . .	48
3.3.1	SEM Tescan VEGA II LMU . . . . .	48
3.3.2	SEM Tescan MAIA3 . . . . .	48
3.3.3	AFM Park NX10 . . . . .	48
4	Pētījumu rezultāti un diskusija . . . . .	49

4.1	Nanostruktūru veidošana uz a-AsS <sub>2</sub> /Ag dubultslāņu virsmām ar fokusētu elektronu staru . . . . .	49
4.2	Nanostruktūru modificēšana uz a-AsS <sub>2</sub> /Ag dubultslāņu virsmām ar C-AFM metodi . . . . .	56
4.3	Nanostruktūru veidošana uz dažādu metālu virsmām ar fokusētu elektronu staru . . . . .	68
4.4	Nanostruktūru veidošana uz Cr plānajām kārtiņām uz stikla pamatnes ar fokusētu elektronu staru un slapjo kodināšanu . . . . .	75
4.5	Reversīvu nanostruktūru veidošana uz nitinola plāno kārtiņu virsmām ar fokusētu elektronu staru . . . . .	84
5	Noslēgums . . . . .	88
5.1	Secinājumi . . . . .	88
5.2	Aizstāvamās tēzes . . . . .	89
5.3	Autora publicitāte . . . . .	90
	5.3.1 Publikācijas par darba tēmu . . . . .	90
	5.3.2 Citas publikācijas . . . . .	90
	5.3.3 Dalība konferencēs . . . . .	90
	Bibliogrāfija . . . . .	92
	Pateicības . . . . .	112

**A Nitinolā sastopamo kristālisko fāžu pulveru paraugu rentgendifrakcijas dati**

**113**

## Anotācija

Jēdzieni “mikro-litogrāfija” un “nano-litogrāfija” tiek izmantoti lai apzīmētu metožu kopu, ar kurām izgatavo iekārtas un mehānismus attiecīgi mikro- vai nano-mērogā. Metāla mikro-/nano-struktūras tiek izmantotas virknē dažādu zinātnes un tehnoloģiju nozaru, piemēram mikro-/nano-elektronikā, plazmonikā, mikroelektromehāniskajās sistēmās un biomedicīnā. Šo nozaru attīstībai ir svarīga jaunu mikro-/nano-litogrāfijas metožu izpēte un to pilnveidošana. Šī darba mērķis bija attīstīt no elektronu stara litogrāfijas atvasinātas mikro-/nano-litogrāfijas metodes, pētīt kā fokusēts elektronu stars mijiedarbojas ar dažādu metālu plānajām kārtiņām un metālu saturošām plāno kārtiņu sistēmām.

Darba gaitā ar fokusētu elektronu staru, punktu un rastra skenēšanas režīmā, tika apstaroti sudraba un amorfā halkogenīda dubultslāņi, kā arī dažādu metālu un nitinola plānās kārtiņas, kas bija uzputinātas uz dažādu materiālu pamatnēm. Fokusēta elektronu starojuma ietekmes rezultāti uz apstarotajiem paraugiem tika novēroti un mērīti ar skenējošās elektronu mikroskopijas un atomspēku mikroskopijas metodēm. Paraugu ķīmiskais sastāvs un kristāliskā struktūra attiecīgi tika noteikta ar elektronu enerģijas dispersīvās rentgenstaru spektroskopijas un rentgenstaru difraktometrijas metodēm. Optiskās caurlaidības spektroskopija tika izmantota lai noteiktu, kā elektronu stara apstarotajos apgabalos izmainās Cr plāno kārtiņu slapjās kodināšanas ātrums.

Fokusēta elektronu stara iedarbības rezultātā uz visiem apstarotajiem paraugiem tika novērota virsmas profila deformācija/izplešanās, kā rezultātā veidojās struktūras, kuru forma un izmērs bija atkarīgi no elektronu stara apstarošanas režīma un parametriem, kā arī no apstaroto paraugu īpašībām, piemēram ķīmiskā sastāva vai plāno kārtiņu biezuma. Punktu apstarošanas režīmā iegūto struktūru augstums un platums (pie pus-augstuma) attiecīgi variēja 50–2000 nm un 0,1–10 μm robežās. Uz metāla plāno kārtiņu virsmām tika novērota korelācija starp struktūru augstumu un metāla kušanas temperatūru, kā arī starp struktūru platumu un metāla tilpuma magnētisko uzņēmību — uz metāliem ar zemāku kušanas temperatūru veidojās augstākas struktūras, bet uz metāliem ar augstāku tilpuma magnētisko uzņēmību veidojās ievērojami platakas struktūras. Uz apstaroto Cr plāno kārtiņu virsmas tika novērota kodināšanas ātruma samazināšanās par līdz 27% kā arī Cr atomu difūzija stikla pamatnē, kas daļu no Cr slāņa padarīja nekodināmu. Eksperimentos ar Cr plāno kārtiņu apstarošanu tika novērota izteikta stikla un plastmasas pamatņu deformācija elektronu stara ietekmē. Struktūrām, kas ar fokusētu elektronu staru tika iegūtas uz NiTi virsmas, tika novērots formas atmiņas efekts — pēc paraugu uzsildīšanas līdz 100 °C NiTi virsmas izplešanās daļēji revertējās, kā rezultātā struktūru tilpums samazinājās un lielākā novērotā struktūru tilpuma izmaiņa bija 88%.

Šajā darbā ir aprakstīts dažādu mikro- un nano-struktūru izgatavošanas process ar fokusēta elektronu stara palīdzību — tiek sniegti dati par struktūru formu un izmēriem, kā arī detalizēta informācija par to izgatavošanas parametriem. Tiek piedāvāti teorētiski modeļi un skaidrojumi struktūru veidošanās procesiem. Darba rezultātus var izmantot kā atskaites punktu tālāku pētījumu veikšanai vai kā pamatu jaunu mikro-/nano-iekārtu izgatavošanai un mikro-/nano-litogrāfijas metožu pilnveidei.

## Annotation

Terms “microlithography” and “nanolithography” refer to techniques for fabrication of devices at micro- or nano-scale, respectively. Metallic micro-/nano-structures are used in a variety of scientific and technological fields, including micro-/nano-electronics, plasmonics, microelectromechanical systems and biomedicine. Research and development of new micro-/nano-lithography methods is important for the advancements in those fields. The aim of this work is to develop micro-/nano-lithography methods, based on electron beam lithography, by researching how a focused electron beam interacts with metallic thin films and metal-containing thin film systems.

In this work, silver and amorphous chalcogenide bilayers and thin films of various metals and nitinol, which were sputtered or evaporated on various substrates, were irradiated by a focused electron beam in point or raster scanning mode. The effects of a focused electron beam irradiation were observed and measured by scanning electron microscopy and atomic force microscopy methods. The chemical composition and crystalline structure of the samples was determined by electron energy dispersive X-ray spectroscopy and X-ray diffraction methods, respectively. Optical transmission spectroscopy was used to determine, how the wet etching speed of Cr thin films is affected by electron beam irradiation.

A deformation/expansion of the surface of the samples was observed in the irradiated areas, which resulted in formation of structures, whose shape and size was dependent on the mode of electron beam irradiation, parameters of electron beam, as well as properties of the samples, for example chemical composition or the thickness of thin films. The height and the width of the structures, which were obtained by irradiation in point mode, was in 50–2000 nm and 0,1–10  $\mu\text{m}$  range, respectively. A correlation was observed on the surface of metallic thin films between the height of the structures and the melting point of metals, as well as between the width (at half-height) of the structures and the volume magnetic susceptibility of metals — higher structures were obtained on the surface of metals with lower melting point, but significantly wider structures were obtained on the surface of metals with higher volume magnetic susceptibility. The etching speed of thin Cr films was observed to decrease by up to 27% after electron beam irradiation and part of Cr atoms diffused into the glass substrate, therefore becoming unetchable. A significant electron beam-induced deformation of glass and plastic substrates was observed during the experiments with irradiation of Cr thin films. A shape-memory effect was observed for the structures, which were obtained on NiTi surface by a focused electron beam — after heating the samples up to 100 °C, the expansion/deformation of NiTi surface partially reversed and the volume of the structures decreased by up to 88%.

In this work, a technique of fabricating various micro- and nano-structures by focused electron beam irradiation is described — data about the shape and size of the structures, as well as detailed information about the conditions of their creation, is provided. Theoretical models and explanations about the processes of formation of the structures are proposed. The results of this work can be used as a reference point for future research or as a base for fabrication of new micro-/nano-devices and the development of micro-/nano-lithography.

## Biežāk lietotie saīsinājumi un apzīmējumi

Saīsinājumi		
SEM	Skenējošā elektronu mikroskopija (Skenējošais elektronu mikroskops)	Scanning Elelctron Microscopy (Scanning Elelctron Microscope)
AFM	Atomspēku mikroskopija (Atomspēku mikroskops)	Atomic Force Microscopy (Atomic Force Microscope)
XRD	Rengenstaru difraktometrija (Rengenstaru difraktometrs)	X-Ray Diffractometry (X-Ray Diffractometer)
EDXS	Energijas dispersijas rengenstaru spektroskopija	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EBL	Elektronu stara litogrāfija	Electron Beam Lithography
SPL	Skenējošās zondes litogrāfija	Scanning Probe Lithography

Apzīmējumi	
$U$	Elektronu stara paātrinātais spriegums
$I$	Elektronu stara strāva
$d$	Elektronu stara diametrs
$t$	Apstarošanas laiks
$D$	Elektronu stara pievadītā enerģijas doza
$P$	Elektronu stara jauda
$r$	Attālums līdz stara krišanas punktam
$\lambda$	Siltumvadāmības koeficients
$\Delta T$	Temperatūras pieaugums starojuma ieteikmē
$H$	Mikro-/nano-struktūras augstums
$WHH$	Mikro-/nano-struktūras platums pie pus-augstuma
$A_s$	Austenīta veidošanās sākuma temperatūra
$A_b$	Austenīta veidošanās beigu temperatūra
$M_s$	Martensīta veidošanās sākuma temperatūra
$M_b$	Martensīta veidošanās beigu temperatūra

# 1 Ievads

## 1.1 Tēmas aktualitāte un motivācija

Mikro- un nano-tehnoloģijas mūsdienās tiek pielietotas ļoti plašā zinātņu un tehnoloģiju klāstā. Daudzās tehnoloģiju nozarēs ir vērojama ierīču miniaturizācija, un objektiem sub-mikronu un nano-mērogā var parādīties jaunas īpašības, kas nepiemīt tā paša materiāla makroskopiskiem objektiem. Metodes, ar kurām tiek izgatavotas mikro- un nano-mēroga iekārtas, sauc par mikro- un nano-litogrāfijas metodēm un to izpēti un attīstība ir svarīga progresam ar mikro- un nano-tehnoloģijām saistītajās zinātņu un tehnoloģiju nozarēs.

Elektronu stara litogrāfija (*no angļu val.*, Electron Beam Lithography, EBL) ir viena no plašāk izmantotajām mikro-/nano-litogrāfijas metodēm, kuras izšķirtspēju difrakcijas limiti neierobežo tik izteikti kā optiskās litogrāfijas metodes. EBL ir samērā sarežģīts, vairāku soļu process, kas sevī iekļauj rezista slāņa uzklāšanas, apstarošanas, attīstīšanas un kodināšanas soļus. Pēdējos gados ir parādījusies un tiek attīstīta virkne dažādu, no standarta EBL atvasinātu, mikro-/nano-litogrāfijas metožu, kuras neizmanto rezista slāņus un dārgas ķimikālijas. Šo metožu darbības principi ir balstīti uz dažādiem elektronu stara un vielas mijiedarbības efektiem.

Brīvo elektronu svārstības un rezonanses efekti metāla mikro-/nano-struktūrās ļauj tām dažādos veidos mijiedarboties ar elektromagnētisko starojumu — absorbēt un izstarot gaismu dažādos spektra apgabalos, ieskaitot ultravioleto un rentgena starojumu. Šī īpašība padara metāla mikro-/nano-struktūras ārkārtīgi nozīmīgas virknē dažādu zinātnes un tehnikas nozaru, piemēram fotonikā, plazmonikā, saules bateriju un optisko displeju izstrādē. Metāla un metālu saturošu mikro-/nano-ierīču izgatavošanas metožu attīstība ir svarīga un aktuāla iepriekšminētajām nozarēm, tādēļ šajā darbā tiek pētīta elektronu stara mijiedarbība ar metālu un metālus saturošu kompozītmateriālu virsmām.

## 1.2 Darba mērķis un uzdevumi

Darba mērķis ir mikro- un nano-struktūru iegūšana ar fokusēta elektronu starojuma palīdzību uz metālu, metālu sakausējumu un metālus saturošu kompozītmateriālu virsmām.

Lai sasniegtu darba mērķi, tika izvirzīti sekojoši uzdevumi:

1. Izgatavot pētāmos paraugus, uzputinot Ag/a-AsS<sub>2</sub> dubultslāņu un dažādu metālu (Ag, Al, Cu, Cr, Mo) plānās kārtiņas uz dažādām (BK7 stikla, kristāliska Si(111) un PMMA plastmasas) pamatnēm;
2. Pētīt, kā apstarošana ar fokusētu elektronu starojumu izmaina paraugu virsmas reljefu atkarībā no elektronu stara parametriem;
3. Izpētīt, kā apstarošana ar fokusētu elektronu staru mikro- un nano-mērogā ietekmē Ag/a-AsS<sub>2</sub> dubultslāņu virsmas elektrisko vadāmību;
4. Meklēt likumsakarības starp dažādu metālu (Ag, Al, Cu, Cr, Mo) fizikālajām īpašībām un uz šo metālu virsmām iegūto nanostruktūru formu un



izmēriem;

5. Izpētīt, kā apstarošana ar elektronu staru ietekmē Cr plāno kārtiņu kodināšanas ātrumu kodinātājā, kas iegūts 50ml 2% NaOH šķīduma izšķīdinot 15g  $K_3Fe(CN)_6$ ;
6. Izgatavot NiTi plāno kārtiņu paraugus, kuri istabas temperatūrā atrodas kristāliskā stāvoklī, martensīta fāzē;
7. Pārbaudīt, vai uz NiTi plāno kārtiņu virsmas ar fokusētu elektronu staru iegūtajās nanostrukturās ir iespējams novērot formas atmiņas efektu.

### 1.3 Darba novitāte

Šī darba rezultātiem piemīt zinātniska novitāte un tie ir publicēti starptautiskos, recenzētos žurnālos. Darba rezultātā pirmoreiz:

1. uz Ag/a-AsS<sub>2</sub> dubultslāņu un dažādu metālu (Al, Ag, Cu, Cr, Mo) virsmām ar fokusētu elektronu staru vienā fabrikācijas solī iegūtas mikro-/nanostrukturās un ar AFM noteikts to izmērs atkarībā no elektronu stara parametriem;
2. uz Ag/a-AsS<sub>2</sub> dubultslāņu virsmas novērota neparastu, Ag saturošu gredzena formas apgabalu veidošanās ap ar fokusētu elektronu staru apstarotajiem punktiem un apgabaliem;
3. ir novērota sakarība starp metālu fizikālajām īpašībām (kušanas temperatūru un magnētisko uzņēmību) un uz to plāno kārtiņu virsmas ar fokusētu elektronu staru iegūto nanostruktūru izmēriem (augstumu un platumu);
4. ir novērota un izmērīta izteikta BK7 stikla un PMMA plastmasas, kas pārklātas ar ļoti plānu Cr slāni, pamatņu deformācija fokusēta elektronu stara ietekmē;
5. uz nitinola virsmas ar fokusētu elektronu staru vienā fabrikācijas solī iegūtas nanostrukturās, kas demonstrē formas atmiņas efektu reversējot elektronu stara izraisīto virsmas deformāciju.

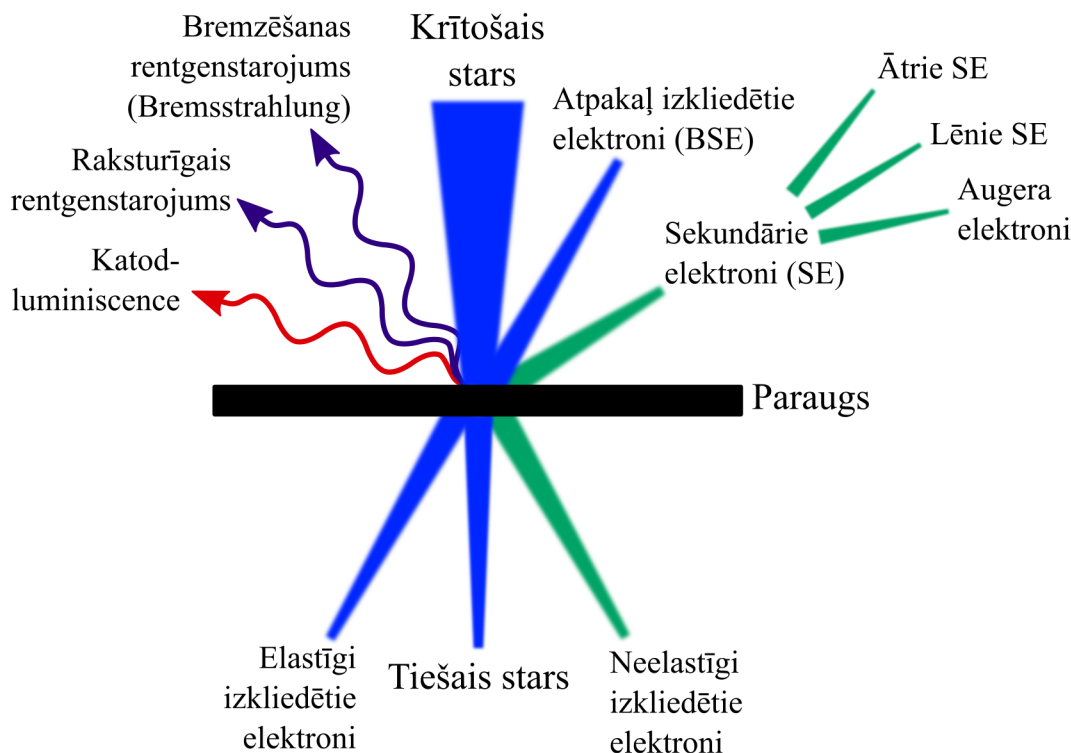
### 1.4 Promocijas darba struktūra

Tā kā šajā darbā tiek pētīta mikro- un nano-struktūru veidošana ar elektronu staru uz dažādu materiālu virsmām, literatūras pārskatā tiek apskatīti elektronu stara un vielas mijiedarbības mehānismi un mikro-/nano-struktūru iegūšanas metodes ar uzsvāru uz elektronu stara litogrāfiju un citām litogrāfijas metodēm. Atsevišķa apakšnodaļa literatūras pārskatā ir veltīta nitinola formas atmiņas īpašību apskatam. Pētījumos izmantotās iekārtas tiek aprakstītas atsevišķā nodaļā. Pētījumu rezultāti ir iedalīti 5 patstāvīgās apakšnodaļās, kur katra apakšnodaļa apraksta atsevišķu pētījumu. Darba noslēgumā tiek apkopoti secinājumi, tēzes un autora publicitāte.

## 2 Literatūras pārskats

### 2.1 Elektronu starojuma mijiedarbība ar vielu

Kad elektronu stars krīt uz parauga virsmu, pastāv virkne dažādu mehānismu kā elektroni var mijiedarboties ar parauga vielas atomiem. Šo mijiedarbību rezultātā no parauga ir iespējams saņemt virkni dažādu signālu (skat. 1. zīm.), no kuriem ir iespējams iegūt dažāda veida informāciju par paraugu. Elektronu un parauga mijiedarbības var iedalīt divās grupās – elastīgās un neelastīgās mijiedarbības.



1. zīm.: Elektronu stara un vielas mijiedarbības veidu shēma [1].

Elastīgas mijiedarbības gadījumā uz paraugu krītošie elektroni nezaudē enerģiju, vai arī zaudē neievērojami mazu enerģijas daudzumu. Elastīgu mijiedarbību rezultātā novērojamie signāli ir:

- Tiešais stars
- Elastīgi izkliedētie elektroni
- Atpakaļ-izkliedētie elektroni (*no angļu val.*, Back-scattered electrons, BSE)

Neelastīgu mijiedarbību rezultātā krītošie elektroni zaudē daļu savas kinētiskās enerģijas. Krītošo elektronu zaudētā enerģija var tikt nodota režģa svārstību veidā (fononi/siltums), elektronu svārstību veidā (plazmoni) vai arī tikt izstarota no parauga kā virkne dažādu signālu:

- Neelastīgi izkliedētie elektroni
- Sekundārie elektroni (*no angļu val.*, Secondary electrons, SE)
- Augera elektroni
- Bremzēšanas rentgenstarojums
- Raksturīgais rentgenstarojums
- Sekundārais rentgenstarojums (Sekundārā fluorescence)
- Katodluminiscence

Krītošo elektronu enerģija elektronu mikroskopā parasti ir robežās no 0,5 līdz 30 keV, ja tiek izmantots skenējošais elektronu mikroskops (SEM) [2], bet transmisijas elektronu mikroskopā (TEM) krītošo elektronu enerģija var sasniegt 300 keV [3].

### 2.1.1 Elastīgas mijiedarbības

Ja apstarotais paraugs ir pietiekami plāns, pastāv iespēja, ka elektrons var izlidot cauri paraugam nemijiedarbojoties ar vielas atomiem. Tādā gadījumā starp elektroniem un parauga vielas atomiem enerģijas apmaiņa nenotiek un šādi elektroni veido t.s. „tiešo staru”, kura virziens sakrīt ar krītošo staru. (skat. 1. zīm.) Krītošie elektroni var tikt novirzīti no savas sākotnējās trajektorijas elektrostatiskās mijiedarbības rezultāta ar vielas atoma kodoliem, kuru apraksta Kulona likums:

$$F = k \left( \frac{q_1 q_2}{r^2} \right)$$

Jo tuvāk krītošā elektrona trajektorija atrodas atoma kodolam, jo spēcīgāk pozitīvi lādētais kodols pievelk negatīvi lādēto elektronu, kā rezultātā veidojas lielāka elektrona trajektorijas novirze. Ekstrēmos gadījumos novirzes leņķis var sasniegt 180°. (skat. 2. zīm.)

Varbūtību, ka elektrons tiks izkliedēts var aprakstīt izmantojot jēdzienu - mijiedarbības šķērsgriezuma laukums  $\sigma$ .  $\sigma$  ir šķērsgriezuma laukums, kuram izejot cauri, elektrons noteikti tiks izkliedēts. Katram mijiedarbības veidam ir savs šķērsgriezuma laukums, kas var tikt definēts caur efektīvo rādiusu  $r$ :

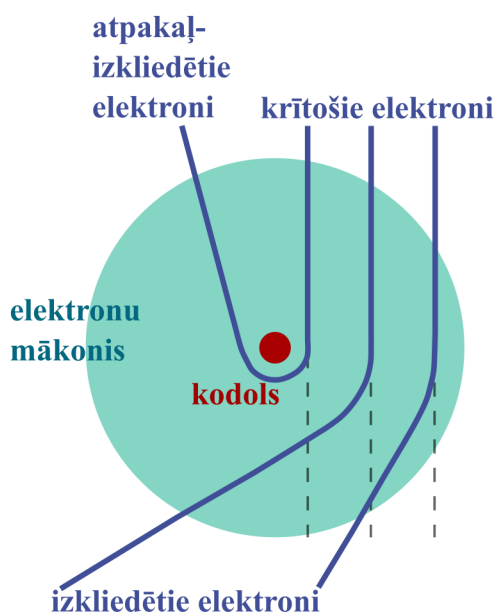
$$\sigma = \pi r^2$$

Elastīgas izkļiedes gadījumā efektīvais rādiuss  $r_{elast}$  ir:

$$r_{elast} = \frac{Ze}{U\Theta}$$

$Z$  - atomskaitlis;  $e$  - elementārais lādiņš;  $U$  – krītošā elektrona potenciāls;  $\Theta$  - izkļiedes leņķis.

Šis vienādojums norāda uz virkni svarīgu elastīgās izkļiedes īpašību. Smagi elementi ar lielāku atomskaitli spēcīgāk izkliedē elektronus, elektronu izkļiede



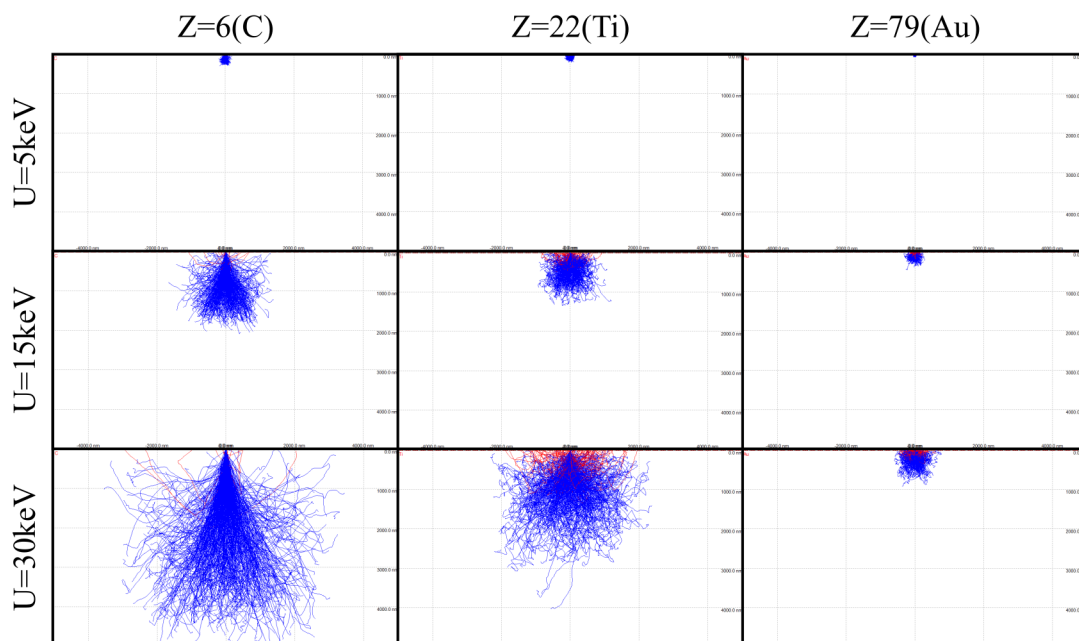
2. zīm.: Elektronu izkļiedes shēma mijiedarbības rezultātā ar pozitīvi lādētu atoma kodolu. [1].

lielos leņķos ir maz varbūtīga un krītošie elektroni ar lielu kinētisko enerģiju tiek izkļiedēti mazāk.

Elektronu izkļiedi noteiktās vielās ir iespējams aptuveni novērtēt ar Monte Karlo simulāciju palīdzību. Monte Karlo simulācijas ir statistiska metode, kas izmanto nejaušu skaitļu ģeneratoru lai simulētu lielu skaitu elektronu trajektoriju paraugā. Simulācijas algoritms aprēķinos ņem vērā virkni parametru – mijiedarbības šķērsriezuma laukumu, krītošo elektronu enerģiju kā arī parauga biezumu, blīvumu un materiāla atomskaitli. Ir jāņem vērā, ka Monte Karlo simulāciju sniegtie rezultāti ir tikai aptuvena reālo fizikālo procesu aproksimācija, tomēr tiek uzskatīts, ka šī metode pietiekami labi apraksta elektronu stara mijiedarbību ar paraugu (it īpaši paraugos ar lielu mijiedarbības tilpumu). Praksē elektronu stara mijiedarbības ar vielu simulācijām tiek izmantota datorprogramma CASINO [4]. 3. zīmējumā ir parādīti daži Monte Karlo simulāciju piemēri dažādiem materiāliem un elektronu enerģijām.

### 2.1.2 Neelastīgas mijiedarbības

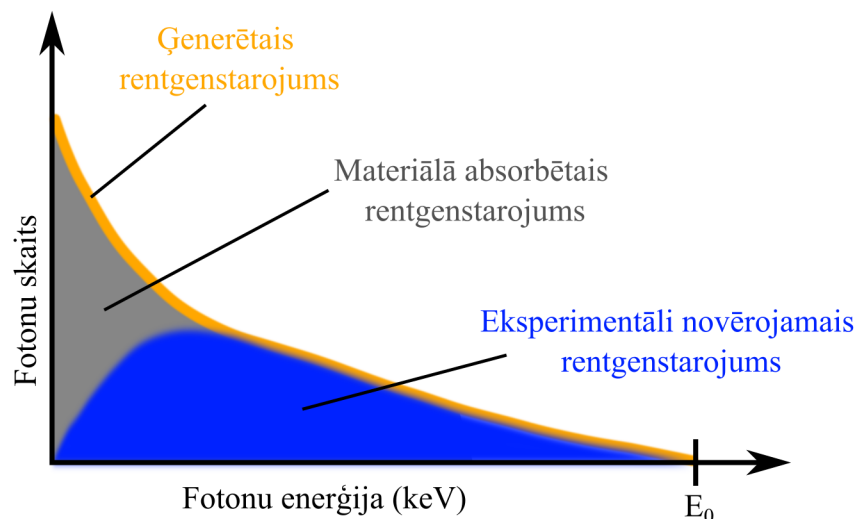
Neelastīgo mijiedarbību rezultātā krītošais elektrons zaudē daļu no savas kinētiskās enerģijas. Šāda veida mijiedarbības pārsvarā notiek starp krītošajiem elektroniem un parauga atomu elektroniem. Ja ar elektronu staru apstarotais paraugs biezs, krītošie elektroni neelastīgu sadursmju rezultātā zaudē savu enerģiju un paliek paraugā. Ja apstarotais paraugs ir plāns, neelastīgi izkļiedētie elektroni var pamest paraugu un no tiem var iegūt plašu informācijas klāstu par parauga īpašībām, piemēram, parauga ķīmisko sastāvu un valences/vadāmības elektronu blīvumu. Šī metode ir izmantojama TEM iekārtās un ir pazīstama kā „elektronu enerģijas zudumu spektroskopija”, jeb EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) [5].



3. zīm.: Monte Karlo simulācija elektronu izkliedei vielā atkarībā no elektronu enerģijas un vielas atomskaitļa. Katra piemēra mērogs ir  $10 \times 5$  mikroni. Zilās līnijas apzīmē primāro elektronu trajektorijas, sarkanās – atpakaļizkļiedētos elektronus.

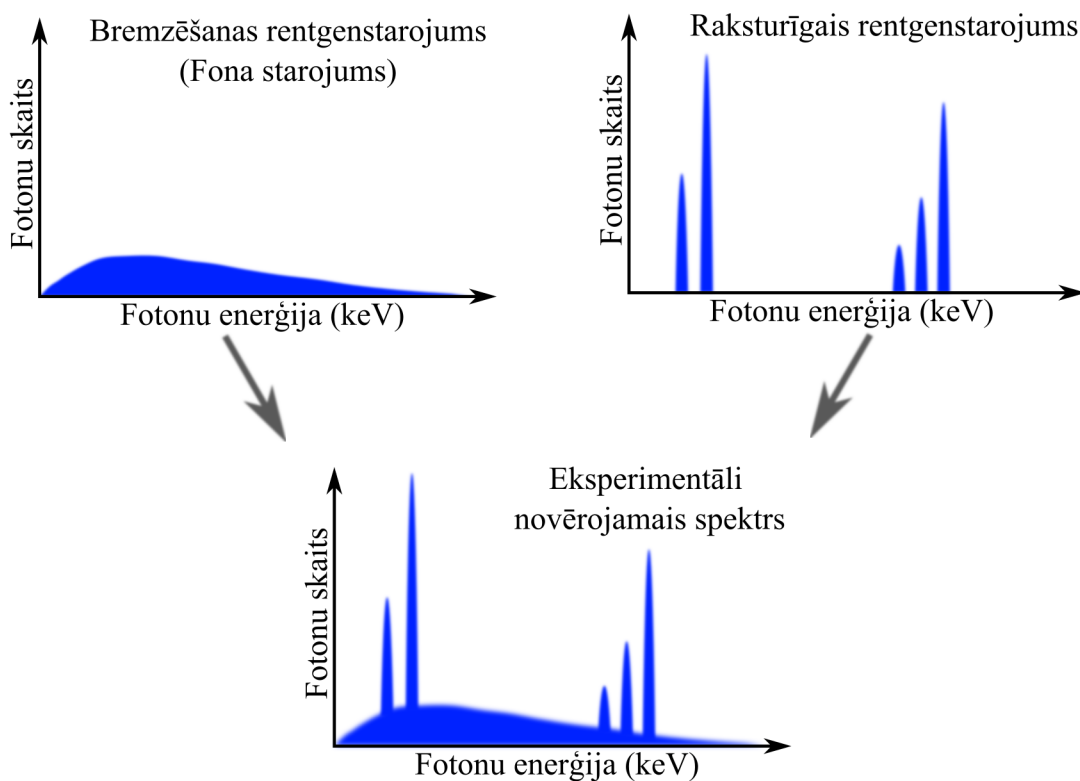
Viens no veidiem, kā krītošie elektroni var zaudēt savu kinētisko enerģiju, ir tikt nobremzētiem atomu kodolu elektrostatiskajā laukā. Šādā neelastīgā mijiedarbībā zaudētā enerģija tiek izstarota rentgenstarojuma kvantu veidā, ko sauc par bremsēšanas rentgenstarojumu. Ārzemju literatūrā šo starojumu parasti apzīmē ar jēdzienu „Bremsstrahlung” (*no vācu val.*, bremsēšanas starojums). Bremsēšanas rentgenstarojuma kvantu enerģija var pieņemt jebkuru vērtību robežās no 0 līdz krītošo elektronu enerģijai  $E_0$  un veido nepārtrauktu rentgenstarojuma spektru. Maksimālās enerģijas rentgenstarojuma kvantu veidošanās, kad krītošais elektrons zaudē visu savu enerģiju vienā sadursmē, ir maz varbūtīga. Lielāko daļu enerģijas krītošie elektroni zaudē lielā skaitā sadursmju ar salīdzinoši maziem enerģijas zudumiem katrā no sadursmēm. Ir svarīgi ņemt vērā, ka zemas enerģijas rentgenstarojuma kvanti tiek spēcīgi absorbēti materiālā. Tā rezultātā, eksperimentāli novērojamajos rentgenstarojuma spektros ir novērojams intensitātes kritums pie zemām enerģijām (skat. 4. zīm.). Neskatoties uz to, ka lielāka daļa ģenerēto rentgenstarojuma kvantu ir ar enerģiju, kas tuva nullei, šie kvanti tiek absorbēti materiālā un nenonāk līdz detektoram [6]. Bremsēšanas rentgenstarojums spēlē ļoti svarīgu lomu augstu enerģiju fizikā, piemēram, daļiņu paātrinātājos [7]. Elektronu mikroskopijā bremsēšanas radiācija pamatā ir pazīstama kā fona rentgenstarojuma veidošanās mehānisms.

Elektronu mikroskopā novērojamais parauga rentgenstarojuma spektrs sastāv no divām daļām: iepriekš apskatītā bremsēšanas rentgenstarojuma fona un t.s. raksturīgā rentgenstarojuma pīķiem (skat. 5. zīm.). Raksturīgā rentgenstarojuma pīķu novietojums ir atkarīgs no paraugā esošo atomu enerģijas līmeņiem. Var teikt, ka šo pīķu enerģija ir raksturīga katra elementa atomiem. No raksturīgā



4. zīm.: Bremsēšanas rentgenstarojuma spektra veidošanās.

rentgenstarojuma pīķu atrašanās vietas un relatīvās intensitātes ir iespējams iegūt informāciju par parauga ķīmisko sastāvu – kādi ķīmiskie elementi ir atrodami paraugā un kāda ir to relatīvā koncentrācija. Pēc šī principa darbojas elektronu enerģijas dispersīvā rentgenstarojuma spektroskopijas (*no angļu val.*, Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDXS) metode [8].



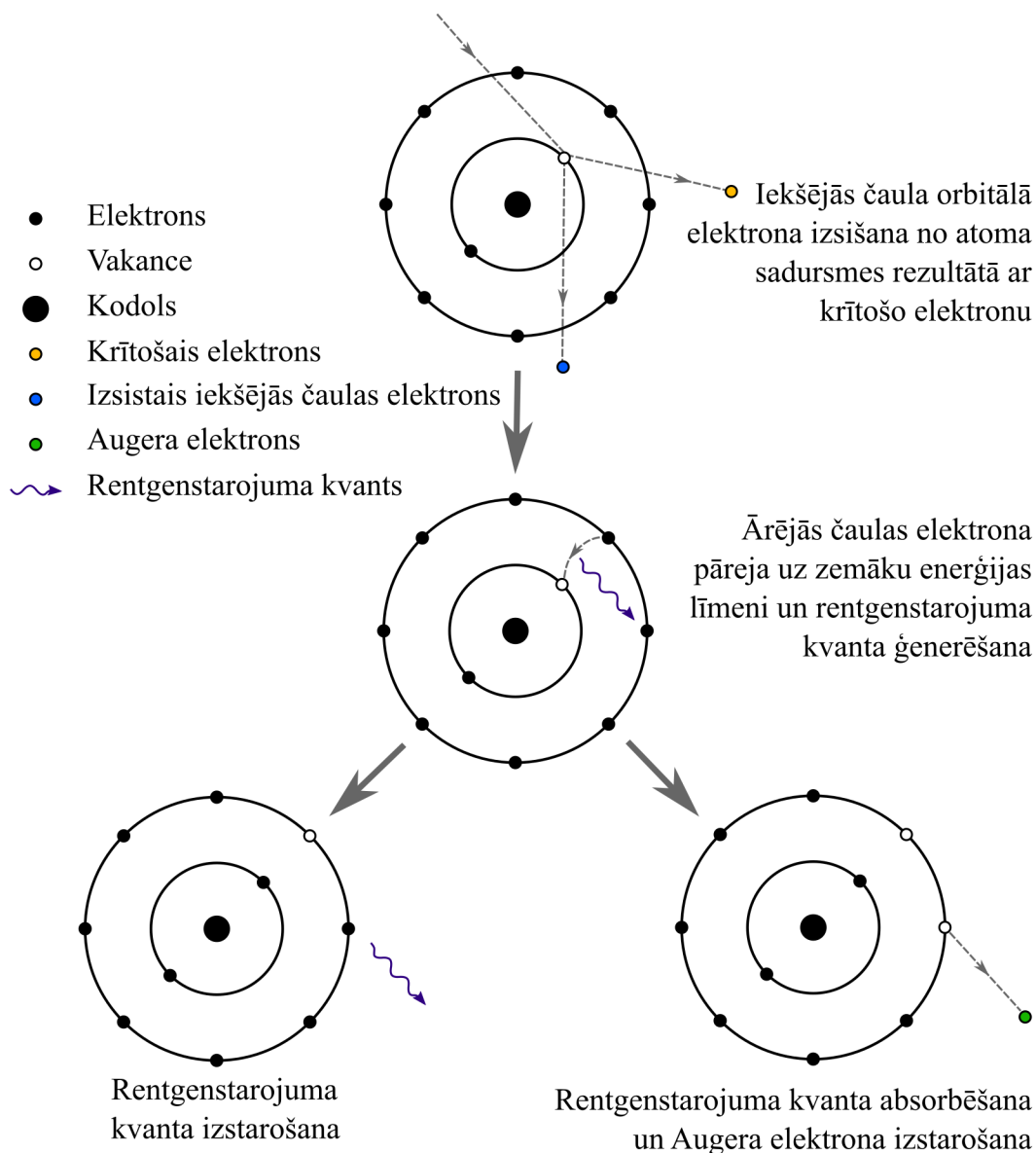
5. zīm.: Elektronu mikroskopā novērojamais parauga rentgenstaru spektrs un tā komponentes.

Raksturīgais rentgenstarojums rodas atomu iekšējo čaulu elektronu jonizācijas rezultātā (skat. 6. zīm.) [9]. Kad krītošais elektrons ceļo cauri atoma elektronu mākonim, tas var sadursmes rezultātā nodot daļu savas kinētiskās enerģijas jebkuram no atoma elektroniem. Ja absorbētais enerģijas daudzums sasniedz noteiktu minimālo vērtību, ko sauc par enerģijas sliekšni (*no angļu val.*, threshold energy), atoma elektrons pārlēks uz zemāko brīvo atoma enerģijas līmeni vadāmības vai valences zonā. Atļautie enerģijas līmeņi atomā ir kvantēti un elektrons pārejot starp līmeņiem var absorbēt vai emitēt tikai stingri noteikta lieluma enerģijas porcijas jeb kvantus. Ja absorbētais enerģijas daudzums ir pietiekams lai elektronu izsistu no atoma, atoms tiks jonizēts. Īpaši interesants ir gadījums, kad tiek jonizēts kāds no atoma iekšējo čaulu elektroniem, jo tad atoms pēc sadursmes paliek enerģētiski neizdevīgā un nestabilā stāvoklī. Vienā no apakšējiem enerģijas līmeņiem atrodas vakance, kamēr augšējie enerģijas līmeņi ir aizņemti. Atoms spontāni pāriet uz izdevīgāku enerģētisko stāvokli - viens no augšējos enerģijas līmeņos esošajiem elektroniem pāriet uz zemākajos līmeņos esošo vakanci un pārejas rezultātā ģenerē rentgenstarojuma kvantu, kura enerģija ir vienāda ar enerģijas līmeņu atšķirību, starp kuriem notika elektrona pāreja. Ģenerētais rentgenstarojuma kvants var vai nu tikt izstarots no atoma, vai arī tikt absorbēts atoma elektronu čaulā un izsist no atoma kādu no ārējo čaulu elektroniem. Šādā veidā emitētos elektronus sauc par Augera elektroniem. Līdzīgi kā raksturīgais rentgenstarojums, Augera elektroni tiek emitēti ar noteiktām, diskrētām enerģijas vērtībām, kuras ir atkarīgas no emitējošā atoma. Raksturīgā rentgenstarojuma kvanta un atbilstošā Augera elektrona enerģijas starpība ir vienāda ar emitētā elektrona izejas enerģiju. Pēc Augera elektronu enerģijas spektra arī ir iespējams noteikt parauga ķīmisko sastāvu. Šo metodi sauc par Augera elektronu spektroskopiju [10]. Atšķirībā no raksturīgā rentgenstarojuma, Augera elektroni tiek ļoti spēcīgi absorbēti materiālā, tādēļ eksperimentāli novērojamie Augera elektroni, kas pamet parauga virsmu nāk no ļoti plāna, dažus nanometrus bieza virsmas slāņa, kamēr raksturīgā rentgenstarojuma signāls var tikt saņemts pat vairāk kā no mikrometru liela dziļuma. Tas nozīmē, ka Augera elektronu spektroskopija, atšķirībā no EDXS, sniedz informāciju tikai par parauga virsmu.

Elektronus, kuri neelastīgu mijiedarbību rezultātā ir izsisti no atomiem vai materiāla virsmas, sauc par sekundārajiem elektroniem (SE). Vāji saistītie elektroni, kas atrodas valences vai vadāmības zonā, var tikt izsisti vakuumā ar salīdzinoši mazu enerģijas daudzumu. Šādā veidā emitēto elektronu enerģija parasti nepārsniedz 50 eV un tos apzīmē ar jēdzienu „lēnie sekundārie elektroni”. Atomu elektronu mākoņu iekšējo čaulu elektroni ir stiprāk saistīti ar atomu un pastāv mazāka iespēja ka tie tiks emitēti vakuumā, bet tie var nest lielāku enerģijas daudzumu. Šādus elektronus apzīmē ar jēdzienu „ātrie sekundārie elektroni”. Jāatzīmē, ka Augera elektroni arī tiek uzskatīti par vienu no SE veidiem.

SEM iekārtās attēlu iegūšanai visplašāk tiek izmantoti divu veidu detektori – SE un BSE detektori [12]. SE detektori uztver lēnos SE ar zemu kinētisko enerģiju. Lēnie SE tiek labi absorbēti paraugā un tikai SE no augšējiem virsmas slāņiem var pamest paraugu un nonākt līdz detektoram. SE emisija no parauga pamatā ir atkarīga no virsmas topogrāfijas. Šī iemesla dēļ SE detektors labi uztver parauga virsmas reljefa kontrastu.

BSE detektors uztver augstas enerģijas BSE, kas ir atstaroti no parauga.



6. zīm.: Atomu iekšējās čaulas jonizācija un raksturīgā rentgenstarojuma / Augera elektronu ģenerācija [11].

Tā kā varbūtība, ka elektrons tiks atpakaļ izkliedēts, palielinās proporcionāli parauga atomu kodola lādiņa kvadrātam, smagāki elementi dos spēcīgāku BSE signālu nekā vieglie elementi. Tādēļ BSE detektors labi uztver parauga materiālu kontrastu.

Ar elektronu staru apstarotās virsmas var emitēt ne tikai rentgenstarojumu, bet arī starojumu ar zemāku enerģiju tuvāk redzamās gaismas spektram. Šo starojumu sauc par katodluminiscenci. Katodluminiscencei var būt vairāki ģenerācijas mehānismi.

Pusvadītājos katodluminiscences mehānisms ir elektronu – caurumu pāru rekombinācija. Ja elektronu stars krīt uz pusvadītāju, krītošie elektroni var radīt elektronu – caurumu pārus, kas, rekombinējoties, izstaro gaismas kvantu, kur



enerģija ir vienāda ar pusvadītāja aizliegtās zonas platumu. Tā kā pusvadītāju aizliegtās zonas platumš parasti ir daži eV, izstarotie gaismas kvanti atrodas redzamās gaismas diapazonā. Jāpiemin, ka ja pusvadītājam pieliek elektrisko potenciālu, tad elektronu – caurumu pāri stabilizēties un piedalīsies strāvas vadīšanā, kuru sauc par „elektronu stara inducēto strāvu” (*no angļu val.*, Electron beam-induced current, EBIC) [13]. Šis princips ir ļoti līdzīgs fotostrāvai pusvadītājos un tiek plaši izmantots mikroshēmu un citu pusvadītāju ierīču pārbaudei.

Metālos katodlumiscenci var izraisīt plazmoni [14, 15]. Plazmoni ir materiāla brīvo vai vāji saistīto elektronu kolektīvo svārstību kvanti, kas visbiežāk novērojamas metālos vai citos materiālos ar brīviem elektroniem (piemēram grafēnā). Visplašāk pazīstamā un izmantotā plazmonu ierosināšanas metode ir plazmoniskās nanostruktūras apstarošana ar atbilstoša viļņa garuma gaismu, kas tiek absorbēta un iesvārsta parauga elektronus. Plazmonus ir iespējams ierosināt arī ar elektronu stara palīdzību. [16, 17]. Plazmonu frekvence vai enerģijas daudzums, ko tie var absorbēt vai emitēt, ir atkarīgs no materiāla izmēriem, formas un materiāla elektriskajām īpašībām. Lai materiālā varētu pastāvēt plazmoni ar enerģiju, kas pielīdzināma redzamās gaismas kvantiem, vismaz vienai no materiāla dimensijām būtu jābūt mikro- vai nano-mērogā. Vienkāršākais plazmoniskās nanostruktūras piemērs ir metāla plānās kārtiņas Plazmonikā tiek izmantotas arī sarežģītākās divu un trīs dimensiju nanostruktūras. Plazmonisko nanostruktūru darbības princips ir ļoti līdzīgs radio antenu darbības principam, ar ievērojamu atšķirību antenas izmēru un absorbēto/izstaroto viļņa garumu ziņā.

Fononi kristāliskā režģa atomu kolektīvo svārstību kvanti un tie var tikt ģenerēti absorbējot krītošā elektronu stara enerģiju. Ja krītošais elektrons neelastīgi saduras ar kristālrežģī saistītu atomu, atoms var sākt vibrēt (ja tas netiek jonizēts). Tā kā vielas atomi ir cits ar citu saistīti kristālrežģī, vibrācija izplatās uz apkārtējiem atomiem. Šī procesa rezultātā no krītošā elektrona absorbētā enerģija tiek sadalīta pa lielu parauga tilpumu. Fononu ģenerācija ir ekvivalenta parauga sasilšanai. Fononi var tikt ģenerēti visa veida neelastīgajās mijiedarbībās starp elektroniem un vielu gan kā pamatefekts, gan kā papilddefekts. Ir jāatzīmē, ka fononiem līdzīgas atomu svārstības eksistē arī nekristāliskās vielās, bet tās ir daudz sarežģītāk aprakstīt un aprēķināt nekristālisko vielu haotiskās uzbūves dēļ [18].

Krītošo elektronu stars var izraisīt virkni izmaiņu apstarotajā paraugā. Ja ar elektronu staru apstarotais paraugs ir jūtīgs pret karstumu, fononu ģenerēšana var radīt bojājumus vai modificēt apstaroto paraugu. Iespējamie efekti, kas var būt gan vēlami, gan nevēlami, ietver parauga fāzes izmaiņas (kristalizācija, amorfizācija), kušana vai sabrukšana. Ja parauga sasilšanas efekti ir nevēlami, tad ir nepieciešams nodrošināt lai no parauga tiktu aizvadīts siltums. Parauga sakaršana elektronu stara ietekmē var būt arī vēlams efekts, piemēram, elektronu stara metināšanas procesā [19]. Vienkāršākais modelis, pēc kura var novērtēt parauga virsmas augšējo robežu elektronu stara vai cita starojuma veida ietekmē, ir pieņemt, ka visa starojuma jauda tiek absorbēta vienā parauga virsmas punktā un enerģija pa paraugu vienmērīgi izplatās siltumvadāmības rezultātā. Tādā gadījumā temperatūras pieaugumu  $\Delta T$  uz materiāla virsmas, kura siltumvadāmības koeficients ir  $\lambda$ , attālumā  $r$  no krītošā stara ar jaudu  $P$  centra var aprēķināt kā:

$$\Delta T = \frac{P}{2\pi\lambda r} \quad (1)$$

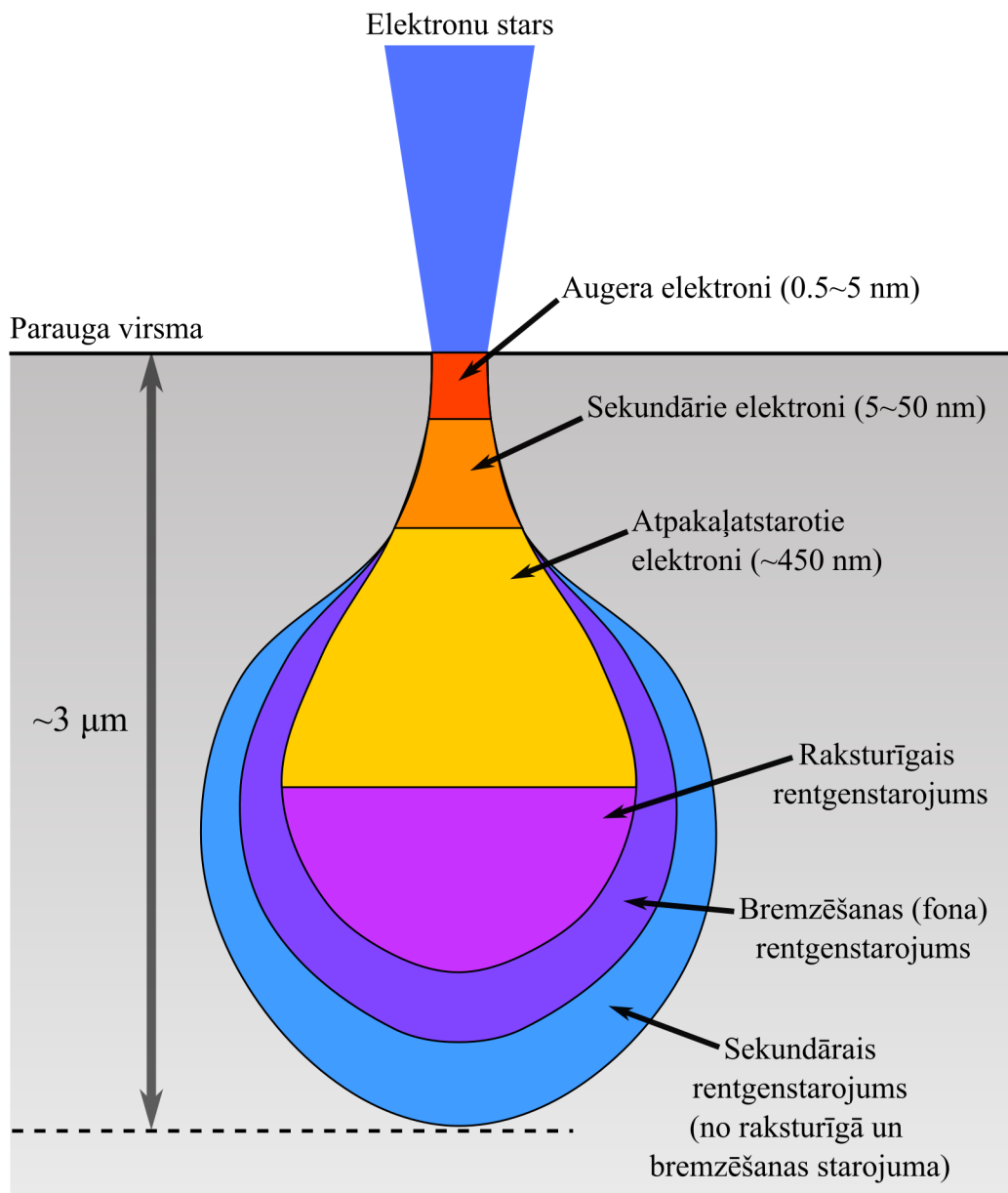
Elektronu starojuma gadījumā stara jaudu var aprēķināt kā elektronu paātrināšanās sprieguma un elektronu stara strāvas reizinājumu:  $P = U \times I$ . Šeit vajadzētu vēlreiz uzsvērt, ka praktiskos gadījumos elektronu stara izraisītā parauga sasilšana būs daudz mazāka nekā aprēķināts 1 vienādojumā, jo elektronu stars ar materiālu mijiedarbojas par elektronu stara izmēru daudz lielākā laukumā, kā tas ir redzams 3. zīmējumā.

Ja krītošais elektrons, neelastīgā sadursmē ar kristālrežģa atomu, zaudē pietiekami lielu daudzumu enerģijas, ir iespējams, ka atoms tiks izsists (dislocēts) no savas vietas kristālrežģī [20]. Tādā veidā, kristālā tiek ģenerēts starpmezgla atoma un vakances pāris, ko sauc par Freneļa defektu.

Vēl viens no efektiem, ko paraugā var izraisīt krītošais elektronu stars, ir radiolīze – ķīmisko saišu izjaukšana jonizējošās radiācijas ietekmē. Atkarībā no parauga sastāva, radiolīze var izraisīt dažādas ķīmiskās reakcijas.

Ja apstarotais paraugs nav elektriski vadošs vai arī nav iezemēts, krītošais elektronu stars var izraisīt apstarotā parauga elektrisko uzlādēšanos, jo krītošie elektroni var uzkrāties uz parauga virsmas vai arī parauga tilpumā. Elektronu mikroskopijā parauga uzlādēšanās ir nevēlams efekts. Paraugā uzkrātais lādiņš atgrūž un novirza krītošos elektronus, kas noved pie elektronu mikroskopa attēla kropļojumiem. Elektronu uzkrāšanās paraugā var būt arī par iemeslu izmaiņām parauga virsmas struktūrā. Šāds efekts ir ticis novērots amorfajos halogēnos [21, 22, 23].

SEM paraugos dažādi novērojamo signālu veidi nāk no dažādiem parauga apgabaliem. Šo apgabalu izmērs ir atkarīgs no parauga blīvuma un elektronu stara enerģijas. 7. zīmējumā ir apkopota informācija par tipiskā SEM paraugā novērojamo signālu veidiem un šo signālu ģenerācijas dziļumiem zem parauga virsmas. Augera elektroni, kas spēj izklūt no parauga virsmas un nonākt līdz detektoram, nāk no ļoti plānas parauga virskārtas (līdz  $\sim 5$  nm), jo dziļāk paraugā ģenerētajiem Augera elektroniem nepietiek enerģijas lai izklūtu no parauga. Sekundārie elektroni parasti nāk no aptuveni 50 nm dziļuma, bet atpakaļ-izkļiedētie elektroni - no  $\sim 450$  nm bieza parauga virsmas slāņa [24]. SEM novērojamie rentgenstarojuma signāli, salīdzinot ar elektronu signāliem, parasti nāk no lielāka, dažus mikronus plaša parauga apgabala.



7. zīm.: Elektronu stara izraisīto signālu ģenerācijas apgabali un to dziļums paraugā [24].

## 2.2 Mikro- un nano-struktūru iegūšanas metodes

Pastāv plašs klāsts mikro- un nano-struktūru iegūšanas metožu. Katrai no tām ir savas priekšrocības un trūkumi, kurus ir svarīgi zināt, lai varētu izvēlēties vispiemērotāko metodi konkrētajai situācijai. Mikro- un nano-struktūru iegūšanas metodes var iedalīt divās lielās grupās - „top down” un „bottom up” metodes (skat. 8. zīm.). „Top down” metodēs makroskopisku izmēru materiāls tiek sadalīts mikro- vai nano-izmēru fragmentos, vai arī no tā tiek atdalīti fragmenti lai iegūtu mikro- vai nano-strukturētus objektus. Var teikt, ka „top down” metodēs objektu izmērs iet no lielāka uz mazāku, jeb „no augšas uz leju”. „Bottom up” metodēm ir pretējs princips – objektu izmērs iet „no lejas uz augšu”. Mikro- un nano-struktūras tiek būvētas no vēl mazākiem fragmentiem – atomiem, molekulām un to klasteriem.

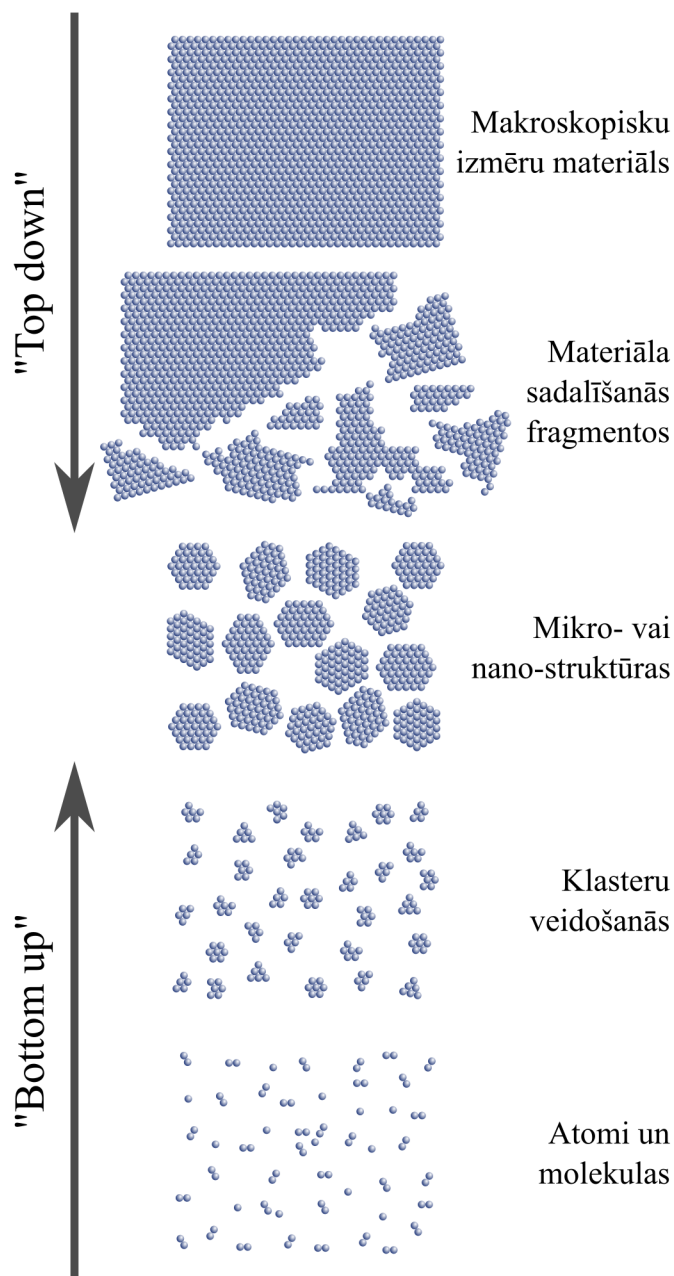
### 2.2.1 Plāno kārtiņu iegūšanas metodes

Plānās kārtiņas ir viens no vienkāršākajiem mikro- un nano-struktūru veidiem, kur tikai viena no materiāla dimensijām ir mikro- vai nano-mērogā. Neskatoties uz to, plānās kārtiņas tiek plaši pielietotas ar mikro- un nano-tehnoloģijām saistītās nozarēs. Plānās kārtiņas tiek plaši pielietotas optikā, jo tās var palielināt vai samazināt materiāla virsmas atstarošanas koeficientu (reflektīvie [25] un anti-reflektīvie pārklājumi [26]). Anti-reflektīvie pārklājumi tiek plaši izmantoti saules bateriju efektivitātes uzlabošanai [27, 28, 29]. Plānās kārtiņas var veidot arī aizsargpārklājumus dažādiem materiāliem [30, 31]. Metālu un to oksīdu plānās kārtiņas tiek plaši izmantotas mikro- un nano-elektronikā [32, 33, 34]. Lai arī plazmonikā biežāk tiek izmantotas sarežģītākas nanostruktūras (piemēram, nanodaļiņas), metāla plānās kārtiņas šajā zinātnes nozarē var tikt izmantotas arī bez papildus apstrādes vai nanostrukturēšanas [35]. Metāla plānās kārtiņas var tikt lietotas, piemēram, plazmonisku sensoru izveidē [36] un saules bateriju efektivitātes uzlabošanai [37]. Plānās kārtiņas bieži tiek izmantotas arī sarežģītāku mikro- un nano-struktūru izveides procesos.

Plāno kārtiņu iegūšanas metožu klāsts mūsdienās ir ļoti plašs un tās var iedalīt uz fizikāliem un uz ķīmiskiem procesiem balstītās metodēs. Dažas no biežāk lietotajām, uz ķīmiskiem procesiem balstītajām plāno kārtiņu iegūšanas metodēm ir „spin coating” metode [38, 39], ķīmisko tvaiku nogulsnešana [40], „sol-gel” metode [41] un elektroķīmiskā nogulsnešana [42, 43]. Ar jēdzienu „Fizikālā tvaiku nogulsnešana” (*no angļu val.*, Physical Vapour Deposition, PVD) tiek apzīmētas plāno kārtiņu iegūšanas metodes, kuru darbība pamatā ir balstīta uz fizikāliem procesiem.

PVD metodes ietver trīs fundamentālus soļus – uzputināmā materiāla avota (mērķa) iztvaicēšana vai izputināšana, uzputināmā materiāla tvaiku nogādāšana līdz pārklājamajam paraugam (substrātam) un tvaiku kondensācija vai adsorbēšana uz substrāta virsmas, plānās kārtiņas veidā (skat. 9. zīm.). PVD procesi tiek veikti vakuuma kamerā divu iemeslu dēļ. Pirmkārt, pazeminātā spiedienā palielinās uzputināmā materiāla tvaika molekulu brīvā ceļa noskrējiena garums. Otrkārt, tiek samazināts atmosfēras gāzu piesārņojums nogulsnētajā pārklājumā.

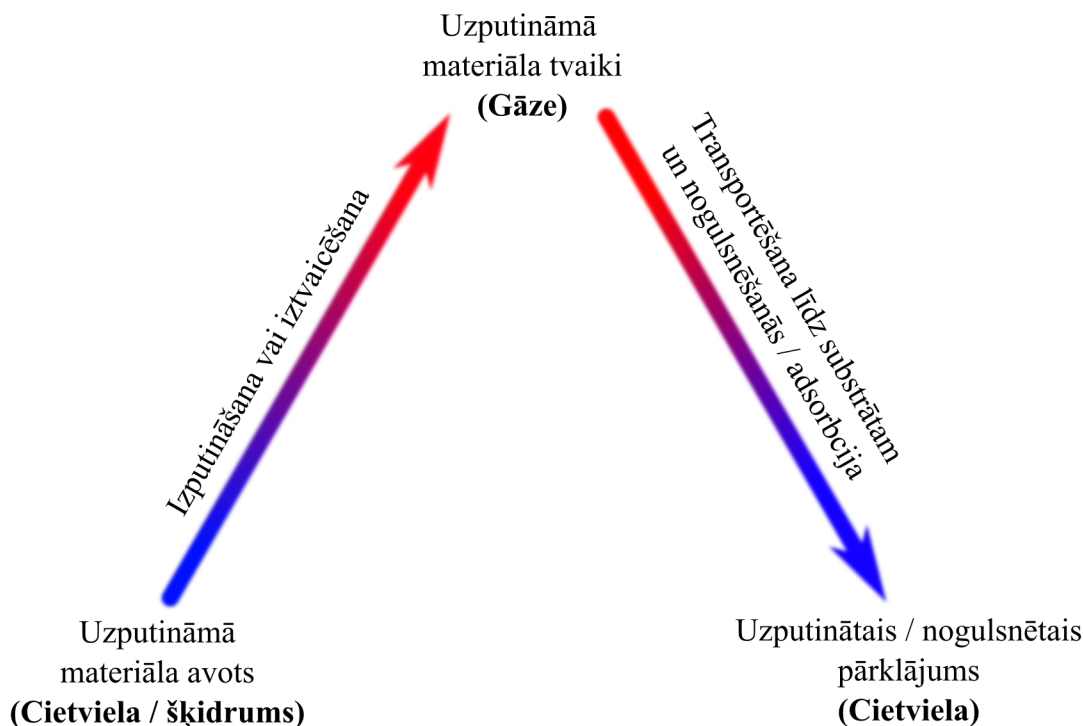
PVD metožu nosaukumi pārsvarā tiek balstīti uz paņēmienu, kas izmantots lai iegūtu uzputināmā materiāla tvaikus. Šos paņēmienus var iedalīt divās grupās



8. zīm.: Mikro- un nano-struktūru iegūšanas metožu iedalījuma „Top down” un „Bottom up” princips.

– iztvaicēšana un izputināšana.

Iztvaicēšana (*no angļu val.*, evaporation) ir termisks process, kur mērķa materiāls tiek uzkaršēts līdz temperatūrai, kur tas sāk iztvaikot un vakuuma kamerā rada tvaika plūsmu, kas nokļūst uz substrāta. Mērķa materiāls var tikt uzkaršēts izmantojot elektrisko pretestību (Termiskā iztvaicēšana) [44, 45], elektrisko lokizlādi (Katoda lokizlādes iztvaicēšana) [46], elektronu staru (Elektronu stara iztvaicēšana) [47], kā arī lāzera starojumu (Impulsu lāzera iztvaicēšana) [48, 49]. Jāatzīmē, ka materiālu iztvaicēšanai ir iespējams izmantot arī nepārtrauktu lāzera starojumu [50], lai gan pārsvarā tiek izmantots impulsu lāzera starojums.



<p><b>Izputināšana ---</b> Avotu bombardē ar paātrinātiem joniem...</p> <p>...no jonu stara. <b>(Jonu stara izputināšana)</b></p> <p>...no līdzstrāvas magnetronā ģenerētas plazmas. <b>(Līdzstrāvas (DC) magnetronu izputināšana)</b></p> <p>...no maiņstrāvas magnetronā ģenerētas plazmas. <b>(Radiofrekvenču (RF) magnetronu izputināšana)</b></p>	<p><b>Iztvaicēšana ---</b> Avotu uzkarstē līdz iztvaikošanas temperatūrai...</p> <p>...ar elektriski karsētu kvēldiegu vai parauga turētāju. <b>(Termiskā iztvaicēšana)</b></p> <p>...ar elektrisko lokizlādi. <b>(Katoda lokizlādes iztvaicēšana)</b></p> <p>...apstarojot ar elektronu staru. <b>(Elektronu stara iztvaicēšana)</b></p> <p>...apstarojot ar lāzera staru. <b>(Impulsu lāzera iztvaicēšana)</b></p>
--	--

9. zīm.: PVD procesa shēma un izplatītākās PVD metodes.

Izputināšana (*no angļu val.*, sputtering) ir fizikāls process, kurā mērķa materiāla atomi tiek izsisti vakuumā, bombardējot mērķi ar enerģētiskiem joniem. Visplašāk izmantotā un vienkāršākā izputināšanas metode ir līdzstrāvas (DC) magnetronu izputināšana, kur tiek izmantoti magnetronā ģenerētās plazmas joni. Plazmas ģenerācijai vakuuma kamerā tiek ielaista speciāla gāze. Parasti tiek izmantota cēlgāze (piemēram - argons), jo cēlgāzes nereaģē ar izputināmo

materiālu. DC magnetronu izputināšanas metode ļauj salīdzinoši lēti uzputināt materiālus ar labu elektrisko vadāmību – metālus un pusvadītājus [51]. Radiofrekvences (RF) magnetronu izputināšana atšķiras no DC magnetronu izputināšanas ar to, ka magnetrons ir pieslēgts maiņstrāvai, nevis līdzstrāvai, kas ļauj izputināt arī materiālus ar zemu elektrisko vadāmību – dielektriķus [52]. Jonu stara izputināšana ir sarežģītāka un dārgāka PVD metode, kas izmanto jonu staru un ļauj iegūt augstākas kvalitātes pārklājumus ar mazāku defektu un piesārņojumu daudzumu [53], jo jonu staru izputināšanas sistēmā jonu avota plazma atrodas ārpus vakuuma kameras. Šī iemesla dēļ izputināšanu ir iespējams veikt zemākā spiedienā.

Metāla oksīdu un citu savienojumu plānos pārklājumus ir iespējams iegūt izmantojot reaktīvās izputināšanas metodes [54]. Izputināšanas procesa laikā, vakuuma kamerā tiek ievadīta reaktīva gāze (piemēram, skābeklis), kas reaģē un veido savienojumu ar izputināmo vielu, kas plānās kārtiņas veidā nosēžas uz substrāta virsmas.

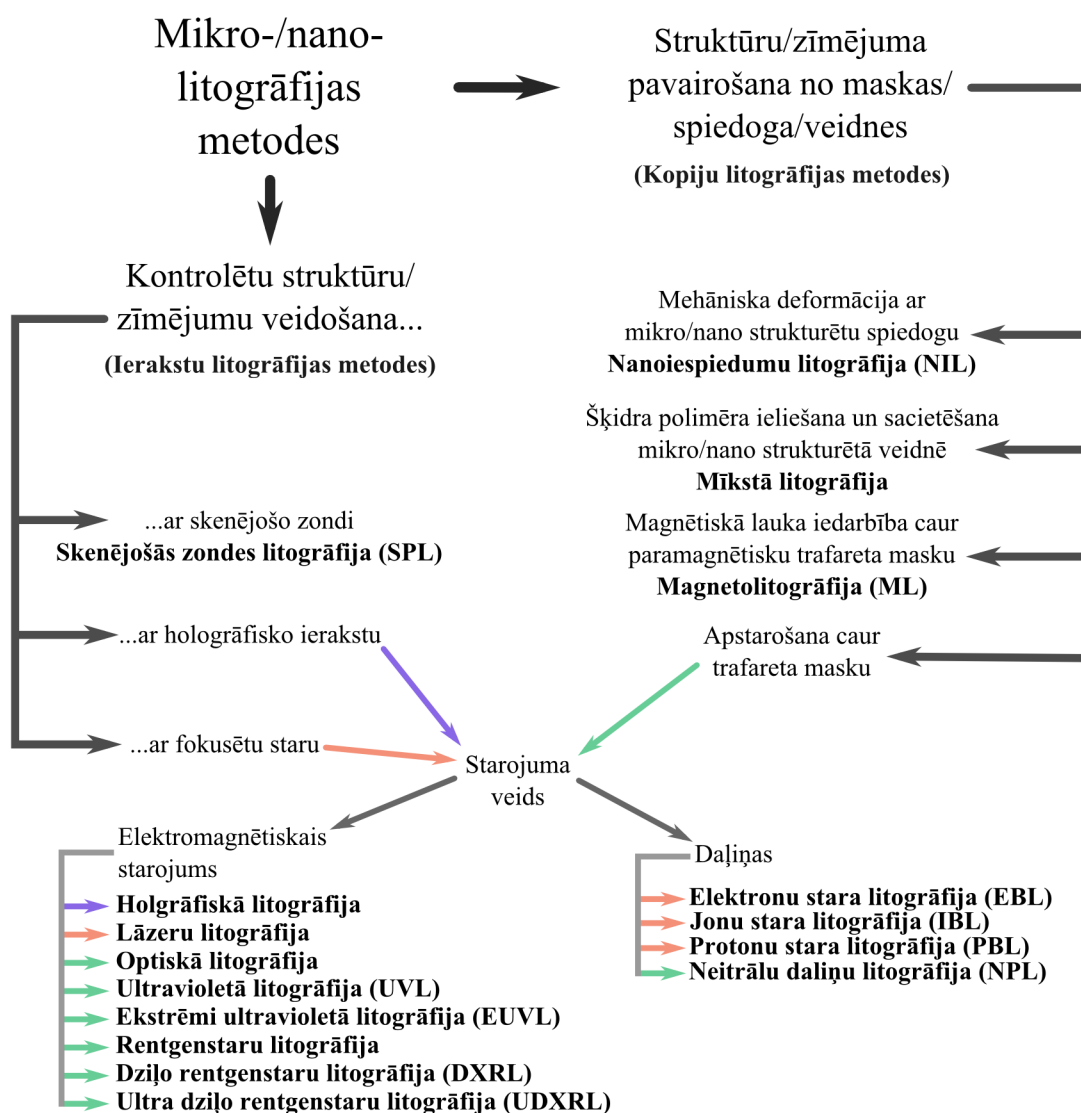
PVD procesā iegūstamo plāno kārtiņu īpašības (fāžu sastāvs, virsmas raupjums, defektu daudzums, saķere/adhēzija ar substrātu u.c.) ir atkarīgas no plaša procesa parametru klāsta, ieskaitot uzputināšanas ātrumu [55], kas izputināšanas gadījumā ir atkarīgs no magnetronam pievadītās jaudas [56], spiedienu vakuuma kamerā [57], substrāta temperatūru [58] un pieliktu ārējo elektrisko [59, 60] vai magnētisko lauku [61]. Reaktīvās izputināšanas gadījumā, reaktīvās gāzes daļiņu spiediens vakuuma kamerā arī ir svarīgs parametrs, kas ietekmē uzputināšanas procesa rezultātu [62].

Plāno kārtiņu augšana uzputināšanas laikā ir sarežģīts process, kas sastāv no vairākām fāzēm [63, 64]. Plānās kārtiņas augšanas sākuma fāze, atkarībā no uzputināšanas parametriem, var notikt pēc vairākiem mehānismiem – monoslāņu augšana (*angļu val.*, Frank and Vander Merwe model), nanosalu augšana (*angļu val.*, Velmer-Weber model) vai jaukts mehānisms (*angļu val.*, Stransky and Krastanov model) [65]. Monoslāņu augšanas gadījumā uzputinātie atomi adsorbējas uz substrāta virsmas un veido monoslāņu saliņas, kas uzputināšanas gaitā aug un apvienojas, izveidojot nepārtrauktu monoslāņa plāno kārtiņu. Šis process turpina atkārtoties, palielinot plānās kārtiņas biezumu. Monoslāņu augšana ir novērojama, ja mijiedarbības spēki starp substrātu un uzputināto slāņu atomiem ir spēcīgāki nekā starp blakus esošo slāņu atomiem. Nanosalu augšanas mehānisma gadījumā notiek nukleācija ap kristalizācijas centriem, kas atrodas uz substrāta. Uzputināmie atomi nosēžas uz ap kristalizācijas centriem un veido trīsdimensionālas struktūras (salas), kamēr pārējais substrāts ir brīvs no adsorbētiem atomiem. Nanosalu skaits un izmērs uzputināšanas laikā turpina palielināties, līdz tās pārklājas un izveido nepārtrauktu plāno kārtiņu. Ja PVD procesā izmantotais substrāts ir kristālisks, uzputināmās vielas atomi var veidot kristālisks struktūras, kas ir telpiski orientētas pēc substrāta kristāla plaknēm. To sauc par plāno kārtiņu epitaksiālo augšanu [66].

## 2.2.2 Mikro- un nano-litogrāfija

Origināli, jēdziens „litogrāfija” (*no grieķu val.*, lithos – akmens, graphein – rakstīt [67]) apzīmēja 19. gs. sākumā izgudrotu printēšanas metodi, kurā, ar tinti vai krītu izveidots zīmējums uz speciāla kaļķakmens virsmas varēja tikt vairākkārt pārnesti uz papīra lapām [68]. Litogrāfijas metodes pamatā ir tintes atšķirīgā mijiedarbība (saķere) ar zīmējuma apstrādātajiem un neapstrādātajiem apgabaliem.

Mūsdienās jēdzieni „mikro- vai nano-litogrāfija” apzīmē mikro-/nano-mērogu struktūru iegūšanas metodes, kuru klāsts ir ļoti plašs un augošs. Viens no veidiem, kā iedalīt šīs metodes, ir pēc tā, vai mikro-/nano-struktūras tiek kontrolēti veidotas/zīmētas no jauna, vai arī tās tiek pavairotas no jau iepriekš strukturēta objekta, piemēram, maskas, veidnes vai spiedoga (skat. 10. zīm.). Pirmais mikro-/nano-litogrāfijas metožu veids šajā darbā tiks apzīmēts ar jēdzienu „Ierakstu litogrāfijas metodes”, bet otrs – ar jēdzienu „Kopiju litogrāfijas metodes”.



10. zīm.: Izplatītākās mikro- un nano-litogrāfijas metodes un to iedalījums.



Kopiju litogrāfijas metodes izceļas ar savu ātrumu un mērogu, kas ļauj salīdzinoši ātri un vienkārši pavairot mikro- un nano-struktūras rūpnieciskos mērogos. Ir jāņem vērā, ka kopiju litogrāfijas metodēm nepieciešamo zīmogu, formu un masku izgatavošanai ir jāizmanto ierakstu litogrāfijas metodes. Viens no pazīstamākajiem kopiju litogrāfijas metožu piemēriem ir nanospiedumu litogrāfija (*no angļu val.*, Nano-Imprint Lithography, NIL) [69]. NIL pamatā ir materiāla deformācijas process ar nanostrukturēta spiedoga palīdzību, bet tas var tikt papildināts ar citām fizikālām iedarbībām, piemēram, UV starojumu šķidra materiāla sacietēšanai (UV-NIL) [70] vai termiskos efektus apstrādājamā materiāla viskozitātes izmaiņai (T-NIL) [71]. Mīkstā litogrāfija (*no angļu val.*, soft lithography) ir NIL līdzīga metode, kur šķidr polimērs tiek uzliets uz nanostrukturētas veidnes virsmas [72].

Magnetolitogrāfija (ML) ir salīdzinoši jauna un perspektīva kopiju litogrāfijas metode, kuras pamatā ir magnētiskā lauka iedarbība uz feromagnētiskām nanodaļiņām caur paramagnētisku vai diamagnētisku masku [73]. ML izmantotā maska nosaka magnētiskā lauka formu, kura ietekmē nanodaļiņas izkārtojuma atbilstošā formā/zīmējumā. ML var tikt izmantota ne tikai magnētisku nanostrukturēto iegūšanai, bet arī kodināšanas masku izveidei.

Loti plaši izmantota kopiju litogrāfijas metode ir materiāla apstarošana caur mikro-/nano-strukturētu trafareta masku. Konkrētas metodes nosaukums ir atkarīgs no tā, ar ko tiek apstarots materiāls. Parasti apstarošanai tiek izmantots elektromagnētiskais starojums. Šo metodi sauc vai nu par „Optisko litogrāfiju”, vai arī pēc izmantotā viļņa garuma diapazona, piemēram, „UV litogrāfija” vai „Rentgenstaru litogrāfija”. Optiskā litogrāfija ir viena no pirmajām mikro-/nano-litogrāfijas metodēm, bet tās izšķirtspēju ierobežo difrakcijas limiti, kas atkarīgi no izmantotā starojuma viļņa garuma. Viens no veidiem, kā atlikt šo problēmu, ir izmantojot starojumu ar īsāku viļņa garumu, līdz pat ultra dziļajam rentgenstarojumam, kur metode tiktu saukta par ultra-dziļo rentgenstaru litogrāfiju (*no angļu val.*, Ultra-Deep X-Ray Lithography, UDXRL) [74]. Otrs veids, vai veidi kā apiet difrakcijas limitu optiskajā litogrāfijā, ir izmantojot dažādus kvantu pasaules efektus, piemēram, divu vai vairāku fotonu absorbciju [75]. Apstarošana caur trafareta masku ir iespējama (lai arī netiek plaši pielietota) ne tikai ar elektromagnētisko starojumu, bet arī ar daļiņām, piemēram, elektroniem [76] vai neitrāliem atomiem [77].

Viena no tiešākajām ierakstu litogrāfijas metodēm ir zīmējuma ieraksts ar fokusēta stara palīdzību [78]. Lāzeru litogrāfija ļauj veikt tiešu zīmējuma ierakstu ar fokusētu lāzera staru, bet līdzīgi kā optiskās litogrāfijas gadījumā, klasiskās lāzeru litogrāfijas izšķirtspēju ierobežo difrakcijas limits, kas ir saistīts ar izmantotā viļņa garumu. Mūsdienās tiek aktīvi meklētas metodes kā apiet lāzeru litogrāfijas difrakcijas limitu un iegūt izšķirtspēju, kas ir ievērojami mazāka par izmantoto gaismas viļņa garumu [79, 80, 81].

Lāzera stara vietā var izmantot arī starojumu, kas sastāv no dažāda veida daļiņām, piemēram, elektroniem, protoniem, joniem vai neitrāliem atomiem. Šeit var pieminēt veselu virkni metožu, piemēram, elektronu stara litogrāfiju, protonu stara litogrāfiju [82], jonu stara litogrāfiju [83] un molekulārā stara epitaksiju [84]. Elektronu stara litogrāfija un tās atvasinājumi tiks detalizēti apskatīti nākamajās nodaļās. Fokusētu daļiņu staru galvenā priekšrocība pār lāzeriem ir izmantoto

viļņu garumu atšķirība. Daļiņām ar masu, līdzīgi kā gaismas kvantiem, piemīt noteikts (de Broļjī) viļņa garums, kas ir atkarīgs no daļiņu kinētiskās enerģijas. Piemēram, elektroniem, kuru kinētiskā enerģija ir 1 eV, atbilstošais de Broļjī viļņa garums ir 1,23 nm, bet 30 keV elektronu viļņa garums atbilst apmēram 0,007 nm [85]. Salīdzinājumam, mūsdienās komerciāli pieejamie lāzери operē līdz dziļā ultravioletā spektra apgabalam, kas atbilst aptuveni 200 nm viļņa garumam [86], bet rentgenstarojuma lāzери izstrādes jaunākie atklājumi sniedz iespēju iegūt koherentu starojumu ar 10 nm viļņa garumu [87].

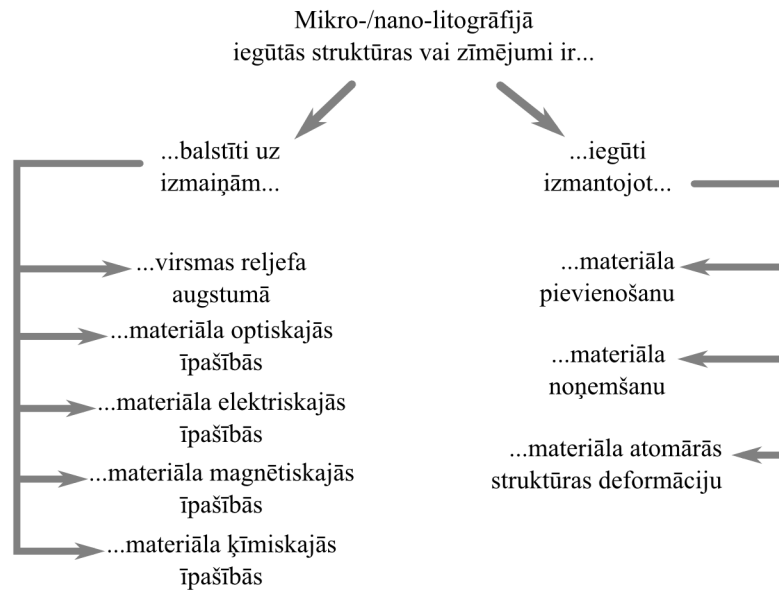
Hologrāfiskā litogrāfija ir metode, kas ļauj ātri un vienā solī veikt periodiska zīmējuma ierakstu salīdzinoši lielā laukumā [88]. Hologrāfiskās litogrāfijas galvenās komponentes ir koherenta starojuma avots (piemēram, lāzers) un veids kā sadalīt starojumu vismaz divos savstarpēji koherentos starojuma avotos (piemēram, staru sadalītājs vai dubultsprauga). Lai arī hologrāfiskajā litogrāfijā pārsvarā izmanto elektromagnētisko starojumu, hologrāfiskās litogrāfijas ierakstu ir iespējams veikt arī ar koherentu daļiņu staru, kas ir ticis demonstrēts uz elektronu [89, 90] un neitrālu atomu [91] piemēra.

Skenējošās zondes litogrāfija ir ieraksta litogrāfijas metožu kopums, kas izmanto asu adatu jeb zondi lai veiktu zīmējuma ierakstu. Skenējošās zondes litogrāfija tiks detalizētāk apskatīta nākamajās nodaļās.

Mikro- un nano-litogrāfijas metodes visbiežāk tiek izmantotas, lai veidotu uz virsmas reljefa augstuma izmaiņām balstītas struktūras vai zīmējumus, bet mikro- vai nano-struktūras var būt balstītas arī uz materiāla fizikālo vai ķīmisko īpašību izmaiņām (skat. 11. zīm.), kā arī šo īpašību kombinācijām. Viens no nanostruktūru, kas nav balstītas uz virsmas reljefa augstuma izmaiņām piemēriem, ir difrakcijas režģu vai difraktīvo optisko elementu veidošana izmantojot materiāla optisko īpašību (optiskās caurlaidības vai laušanas koeficienta) izmaiņas [92, 93]. Uz materiāla ķīmisko īpašību (šajā gadījumā – kodināšanas ātruma) izmaiņām balstītie zīmējumi ir daudzu litogrāfisko metožu integrāla daļa. Tie ļauj veidot t.s. „rezista maskas”, kas ļauj veikt zīmējuma pārnesei uz citu materiālu. Zīmējumu pārnese un rezista masku izmantošana tiks detalizētāk apskatīta nākošajā nodaļā, elektronu stara litogrāfijas procesa kontekstā.

Mikro-/nano-litogrāfijas metodes klasiski tiek iedalītas „top down” un „bottom up” metodēs, kur struktūras tiek iegūtas vai nu noņemot vai pievienojot/nogulsnējot papildus materiālu. Tomēr mūsdienās pastāv virkne mikro-/nano-litogrāfijas metožu, kuru pievienošana vienam no šīm divām grupām ir apšaubāma. Tās ir metodes, kurās mikro-/nano-struktūras veidojas materiāla atomārās struktūras deformācijas vai pārkārtošanās rezultātā, kas var novest gan pie materiāla virsmas reljefa deformācijas, gan pie materiāla fizikālo vai ķīmisko īpašību izmaiņas. Vairāki šādu metožu piemēri ir saistīti ar metāla/amorfā halkogenīda sistēmām, piemēram, sudraba jonu difūzija amorfajā halkogenīdā elektromagnētiskā starojuma [94], elektronu starojuma [95] vai elektriskā lauka ietekmē [96, 97], kā arī elektronu stara izraisīta amorfo halkogenīdu virsmas reljefa deformācija [98, 99].

**EBL** Elektronu stara litogrāfija (*no angļu val.*, Electron Beam Lithography, EBL) ir nanostruktūru iegūšanas metode, kas ļoti plaši tiek izmantota pusvadītāju ierīču (mikroshēmu) izgatavošanā. EBL ir pieskaitāma pie „top down”

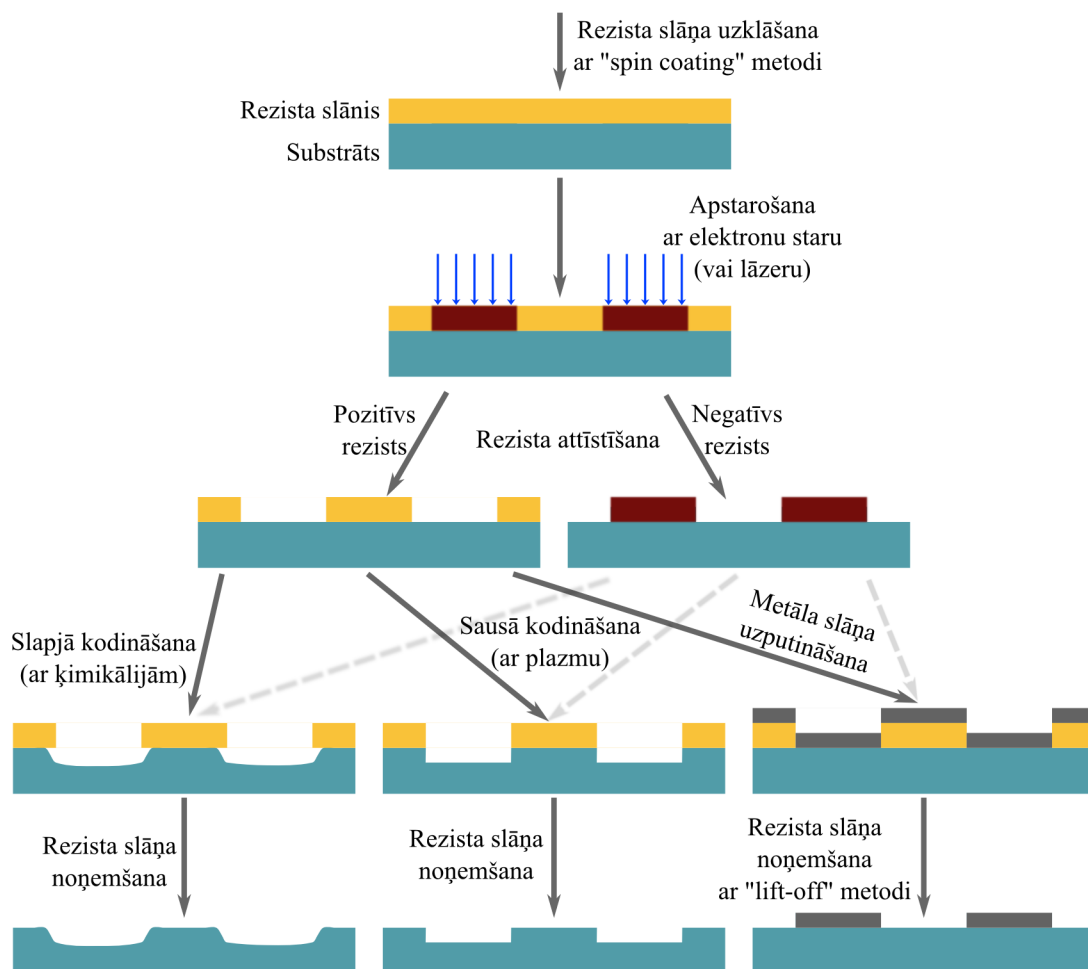


11. zīm.: Ar mikro- un nano-litogrāfijas metodēm iegūstamo struktūru/zīmējumu iedalījums.

metodēm un parasti tai ir nepieciešama līdzena parauga virsma. Standarta EBL ir vairāku soļu process un kura shēma ir parādīta 12. zīmējumā.

Pirmais standarta EBL procesa solis ir rezista slāņa uzklāšana uz apstrādājamā parauga (substrāta) virsmas. Rezists ir materiāls, kas maina savu šķīdību, ja tas tiek apstarots ar elektronu staru vai lāzeru [100]. Elektronu staram paredzētie rezisti pārsvarā ir polimērus veidojoši materiāli, kuru ķēdes elektronu stara ietekmē izjūk un materiāls kļūst vieglāk šķīdināms (pozitīvs rezists), vai arī elektronu stara ietekmē materiāls polimerizējas un tā šķīdība samazinās (negatīvs rezists). Pastāv liels daudzums dažādu elektrona staru rezistu, un vieni no plašāk lietotajiem un pazīstamajiem rezistu veidiem ir balstīti uz polipetilpetpkrilātiem (PMMA). PMMA rezisti darbojas kā pozitīvi rezisti. Rezista slāņa uzklāšanai visbiežāk tiek izmantota t.s. „spin coating” metode [101]. Substrāts tiek piestiprināts pie ātri rotējošas (vismaz 600 apgriezieni minūtē) pamatnes, un uz substrāta tiek uzpilināts rezista materiāls šķīdinātājā. PMMA rezisti var tikt šķīdināti hlorobenzolā. Izšķīdinātā rezista piliens centrālās spēka iedarbībā tiek „izsmērēts” pa substrāta virsmu vienmērīgā slānī. Šķīdinātājs tiek iztvaicēts uzkaršējot substrātu, kā rezultātā uz substrāta paliek tikai rezista slānis.

Nākamais EBL procesa solis ir rezista selektīva apstarošana ar elektronu staru (*no angļu val.*, patterning). Sauksim to par zīmējuma veidošanu rezista slānī. Rezista šķīdības izmaiņa apstarošanas solī ir atkarīga no enerģijas daudzuma (dozas), kas saņemta no elektronu stara [102, 103]. Šajā solī ir svarīgi ņemt vērā elektronu stara izkliedi materiālā [104]. Elektronu izkļiedes un sekundāro elektronu dēļ elektronu stara enerģija tiek izkļiedēta pa paraugu un rezista apgabali ap elektronu stara krišanas punktu, kas var būt ievērojami lielāki par elektronu stara diametru, arī saņem noteiktu dozas daudzumu. To sauc par tuvuma efektu (*no angļu val.* proximity effect) un tas ir viens no galvenajiem EBL metodes izšķirtspējas ierobežojumiem. Izkļiedēto primāro elektronu pienesumu tuvuma



12. zīm.: Elektronu stara litogrāfijas (un optiskās litogrāfijas) procesa shēma.

efektam ir iespējams samazināt izmantojot augstāku elektrona stara enerģiju vai plānāku rezista slāni, bet sekundāro elektronu ģenerācija rezista slānī nav novēršama. Ir jāņem vērā, ka blīvām struktūrām maksimālā izšķirtspēja būs zemāka nekā izolētām struktūrām sekundāro elektronu fona uzkrāšanās dēļ. SEM EBL iekārtās arī ar zemu elektronu stara enerģiju (10 keV) ir iespējams iegūt struktūras ar izmēru zem 10 nm [105]. TEM EBL iekārtās iegūstamo struktūru izšķirtspēja ir sasniegusi 2 nm izolētām struktūrām un 5 nm blīvām struktūrām [106].

Trešais standarta EBL procesa solis ir rezista attīstīšana. Rezista slānis uz noteiktu laiku tiek pakļauts noteiktu ķīmikāliju (rezista attīstītāja) iedarbībai, kā rezultātā apstarotie vai neapstarotie rezista apgabali tiek izšķīdināti, attiecīgi, pozitīva vai negatīva rezista gadījumā. Rezista attīstīšanā izmantotais attīstītājs ir atkarīgs no izmantotā rezista. Piemēram, PMMA rezista attīstīšanai var tikt izmantots no izopropanola un metilizobutilketona (MIBK) sastāvošs šķīdums [107]. Attīstīšanas rezultātā rezista slānis kļūst par masku, kas aizsedz daļu no substrāta virsmas.

Pēdējais EBL procesa etaps ir maskas zīmējuma pārvešana uz substrātu. To ir iespējams izdarīt ar vairākām metodēm, katrai no kurām ir savas priekšrocības un trūkumi.

Visvienkāršākā zīmējuma pārneses metode ir slapjā kodināšana (*no angļu val., wet etching*) [108]. Substrāta virsma tiek pakļauta kodinātāja iedarbībai, kas ķīmiski reaģē ar substrātu un šķīdina to. Rezista maska parasti nereaģē ar kodinātāju. Pēc kodināšanas substrāta virsma tiek noskalota ar destilētu ūdeni lai pārtrauktu kodināšanas procesu, un tiek noņemta rezista maska, ko ir iespējams paveikt to izšķīdinot atbilstošā šķīdinātājā. Slapjās kodināšanas priekšrocības ir vienkāršība, augsts apstrādes ātrums un salīdzinoši mazas izmaksas. Lai varētu veikt slapjo kodināšanu, ir nepieciešamas tikai ķimikālijas un atbilstoša izmēra un materiāla trauki. Vienlaikus ir iespējams apstrādāt lielu daudzumu paraugu. Šīs metodes trūkums ir salīdzinoši zema zīmējuma pārneses kvalitāte un samērā liels defektu daudzums. Slapjās kodināšanas procesā substrāts tiek izkodināts arī zem maskas malām, kas ir jāņem vērā un jākompensē zīmējuma ieraksta solī.

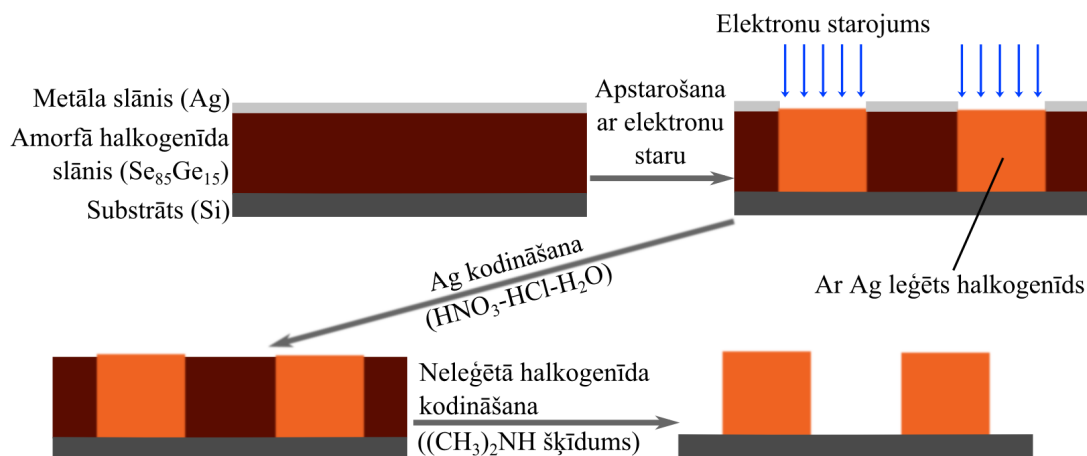
Ja ir nepieciešama precīzāka zīmējuma pārnese uz substrātu, sausā kodināšana varētu būt piemērotākā metode. Sausā kodināšana ir salīdzinoši dārgs process, kam ir nepieciešama atbilstoša vakuuma iekārta. Substrāts tiek kodināts izmantojot noteiktas gāzes un/vai to jonus. Var izdalīt trīs sausās kodināšanas metodes – jonu stara kodināšana, plazmas kodināšana un reaktīvā jonu kodināšana [109]. Jonu stara kodināšanā substrāts un rezista maska tiek bombardēti ar paātrinātiem (1-3 keV) argona vai citu inerto gāzu joniem, kas izsit vakuumā substrāta un rezista atomus, kas tiek izsūkņēti no vakuuma kameras. Tā ir fizikāla metode, kurai piemīt zema selektivitāte, bet ar to var kodināt gandrīz jebkuru materiālu. Plazmas kodināšana, jeb ķīmiskā sausā kodināšana, pamatā ir ķīmisks process ar augstu materiālu selektivitāti. Jonizēta gāze, kuras molekulas pārsvarā ir sašķēlušās ķīmiski aktīvos radikāļos, tiek pūsta uz substrāta virsmas. Tā reaģē ar substrāta materiālu, veidojot gāzveida savienojumus, kas tiek izsūkņēti no vakuuma sistēmas. Reaktīvā jonu kodināšana var tikt uzskatīta par abu iepriekšminēto procesu apvienojumu, kas izmanto gan fizikālus, gan ķīmiskus procesus. No ķīmiski aktīviem radikāļiem un joniem sastāvošā gāzes plazma iedarbojas uz substrāta virsmu. Plazmas joni tiek paātrināti uz substrāta virsmu pieliekot substrātam elektrisko potenciālu. Paātrinātie joni izsit virsmas atomus, paātrinot ķīmisko reakciju starp radikāļiem un substrāta atomiem, tādējādi paaugstinot kodināšanas ātrumu.

Alternatīvs zīmējuma pārneses veids no maskas uz substrātu ir „lift-off” metode [110], kuru pārsvarā izmanto lai uz substrāta uzklātu metāliskas struktūras. Atšķirībā no kodināšanas, kur materiāls tiek noņemts no maskas neaizsargātajām substrāta vietām, „lift-off” metodē materiāls tiek uzklāts uz maskas un substrāta, kam seko maskas noņemšana (lift-off) kopā ar lieko materiālu. Tā rezultātā pievienotais materiāls paliek uz substrāta tikai tajos apgabalos, kas netika aizsegti ar rezista masku. Rezista maska parasti tiek noņemta izmantojot šķīdinātāju. Šī iemesla dēļ ir svarīgi lai rezista maskas vertikālās malas netiktu pilnībā apputinātas ar uzklājamo materiālu, jo tas var bloķēt šķīdinātāja piekļuvi rezista slānim un novest pie defektiem pārnestajā zīmējumā [111].

**„Bez maskas” EBL** Jēdzienu „bez maskas” EBL parasti izmanto lai aprakstītu metodes, kurās EBL tiek veikta neizmantojot papildus rezista masku. Parasti tas attiecas uz materiāliem, kuriem pašiem piemīt rezista īpašības, jeb kuri ir jutīgi pret elektronu staru un tā iedarbībā maina savu kodināšanas ātrumu. Šobrīd

pastāv plašs klāsts metožu, kuras var uzskatīt par „bez maskas” EBL metodēm. Viens no pirmajiem materiāliem, uz kuriem tika veikta „bez maskas” EBL, ir  $\text{SiO}_2$ , kur tas tika izmantots lai izgatavotu maskas Si mikroshēmu izgatavošanai [112]. Citi materiālu piemēri ietver hidrogēlu [113] un no DNS molekulām veidotas plānās kārtiņas [114]. „Bez maskas” EBL metode ir tikusi izmantota arī Au nanokristālu monoslāņu struktūru veidošanā [115]. Amorfo halkogenīdi ir vēl viena materiālu grupa, ko ir iespējams izmantot „bez maskas” EBL. Elektronu rezista īpašības ir novērotas dažādu amorfo halkogenīdu plānajās kārtiņās, ieskaitot Ge-As-S [116], As-S [117, 118], As-S-Se [117, 119] un Sb-Se [22] savienojumus.

Amorfo halkogenīdu/Ag plāno kārtiņu dubultslāņos elektronu rezista īpašības [120] tika atklātas gandrīz dekādi pirms tās tika novērotas amorfo halkogenīdu monoslāņos [116]. Amorfo halkogenīdu/Ag sistēmu jutība pret elektronu starojumu ir skaidrojama ar elektronu starojuma izraisītu  $\text{Ag}^+$  jonu difūziju amorfajā halkogenīdā (skat. 13. zīm.). Apstarotajos apgabalos amorfa halkogenīds var tikt leģēts ar Ag joniem, kas izmaina materiāla ķīmiskās īpašības, ieskaitot kodināšanas ātrumu. Pētījumi tika turpināti ar dažādām amorfo halkogenīdu/metālu sistēmām [121]. Tika atklāts, ka arī Cu joni (un mazākā mērā, In joni) var difundēt dažādu amorfo halkogenīdu plānajās kārtiņās, bet dubultslāņi ar Ag uzrādīja lielāko jutību pret elektronu starojumu.



13. zīm.: Amorfa halkogenīda/metāla dubultslāņa kā elektronu stara rezista izmantošana. Pirmās publikācijas eksperimenta shēma [120].

Analoģiski amorfo halkogenīdu/metālu plāno kārtiņu dubultslāņos novērojamajām elektronu stara rezista īpašībām, līdzīgs efekts ir novērojams uz plānām metāla kārtiņām, kas atrodas uz Si pamatnes. Zinātnieku grupa no Kanādas 1997. gadā atklāja, ka platīna silicīda ( $\text{PtSi}$ ) struktūras uz Si virsmas ir iegūstamas lokāli uzkaršējot Pt plānās (20 - 50 nm) kārtiņas ar elektronu staru, kā rezultātā Si atomi difundē Pt slānī un veido  $\text{PtSi}$ , kas ir noturīgāks pret kodināšanu [122]. Šo metodi sauc „Silicīdu tiešā ieraksta elektronu litogrāfiju” (*no angļu val.*, Si Direct Write Electron Lithography, SiDWEL). Vēlāk tika parādīts, ka ar SiDWEL metodi iespējams iegūt silicīda struktūras uz Si virsmas arī izmantojot Cr, Cu, Ni, Pd un Pt plānās kārtiņas [123], bet uz Au, Al un Ti plānajām kārtiņām silicīdu izveidot neizdevās. Au gadījumā tas tiek skaidrots ar Au ķīmisko

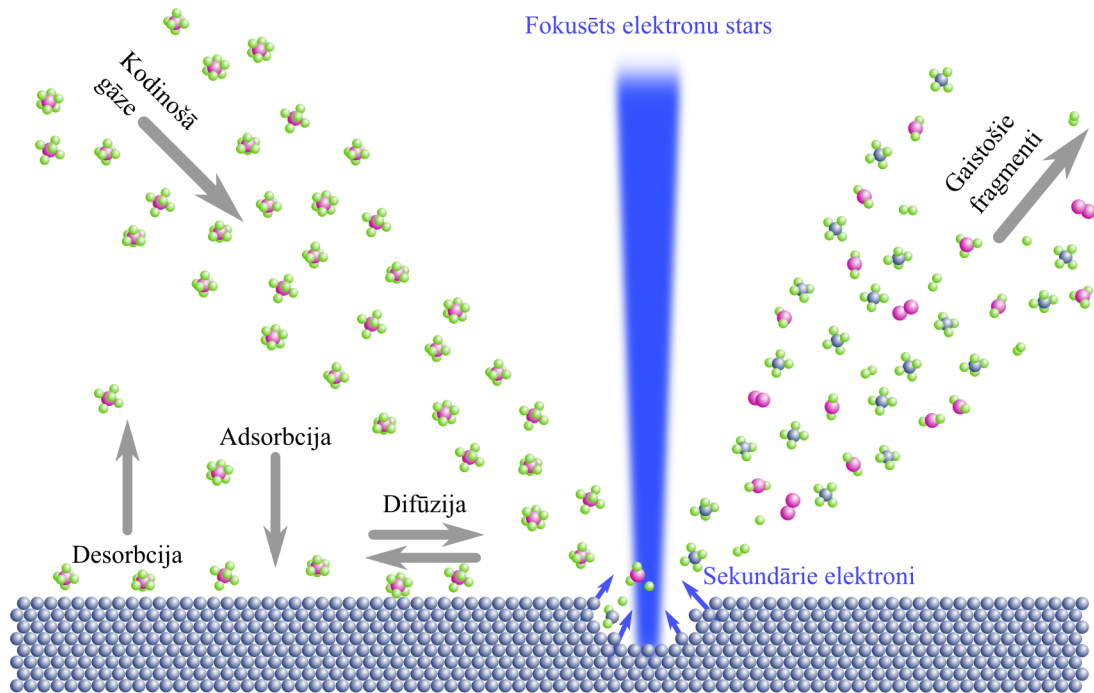
stabilitāti, kas apgrūtina AuSi veidošanos. Al un Ti gadījumā tiek uzskatīts, ka materiālu mazā atomskaitļa dēļ elektronu stars iespiežas dziļāk paraugā un atdod mazāk enerģijas metāla plānajā kārtiņā, kā rezultātā metāla – silīcija robežvirsmā neuzsilst pietiekamā apmērā lai notiktu silīcija difundēšana metāla slānī un silīcīda veidošanās. SiDWEL metode ir tikusi veiksmīgi izmantota rentgenstaru litogrāfijas masku izgatavošanā [124].

**Tiešā ieraksta EBL** Ar jēdzienu „tiešā ieraksta EBL” parasti tiek apzīmēti viena soļa procesi, kuros ar elektronu staru apstarotais materiāls maina savas virsmas reljefu apstarošanas laikā [125]. Viens no šādas metodes piemēriem ir caurumu „urbšana” plānās CaF<sub>2</sub>, AlO un MgO kārtiņās ar fokusētu (stara diametrs 0,6 nm), augstas enerģijas (100 keV, 1 nA) elektronu staru [126]. Šis eksperiments tika veikts ultra-augstā vakuumā (5E-9 Torr), lai novērstu ogļūdeņražu polimerizāciju uz paraugu virsmas.

Par tiešā ieraksta EBL metodi var uzskatīt arī fokusēta elektronu stara inducētu kodināšanu (*no angļu val.*, Focused Electron Beam Induced Etching, FEBIE), kuras procesa shēma ir parādīta 14. zīmējumā. Viens no pirmajiem FEBIE piemēriem ir elektronu stara inducēta Si kodināšana SF<sub>6</sub> plazmā [127]. Šajā gadījumā kodināšana pamatā bija ķīmisks process, kur primārais elektronu stars un sekundārie elektroni inducē reakciju starp Si virsmu un SF<sub>6</sub> molekulām, kuras rezultātā veidojas gāzveida SiF<sub>4</sub>, kas tiek izvadīts no vakuuma kameras. Līdzīgs efekts tika novērots uz GaAs [128] un Ge [129] virsmas Cl<sub>2</sub> atmosfērā. Uz GaAs izdevās iegūt gan pozitīva, gan negatīva rezista efektu [130]. Šis efekts tika skaidrots ar elektronu stara mijiedarbību ar GaAs virsmas dabīgā oksīda slāni, kas darbojās kā rezista maska. Var piebilst, ka elektronu starojums var tikt izmantots arī noteiktu materiālu virsmu tīrīšanai, piemēram, attīrīšanai no ogļūdeņražu piesārņojuma [131].

Elektronu stara inducēta nogulsnešanās (*no angļu val.*, Focused Electron Beam Induced Deposition, FEBID) metode var tikt uzskatīta par FEBIE metodes pretstatu un tās procesa shēma ir parādīta 15. zīmējumā. FEBID procesā vakuuma kamerā tiek ielaista nogulsnējamo materiālu saturoša gāze, kas primārā elektronu stara un no parauga izstaroto sekundāro ietekmē tiek sašķelta reaktīvās komponentēs un nosēžas uz substrāta virsmas elektronu stara apstarotajā vietā. FEBID ir iespējams izmantot lai veidotu sarežģītas 2D vai 3D struktūras [132, 133]. Visbiežāk FEBID metode tiek izmantota lai veidotu metāla struktūras, ko var skaidrot ar interesi par metālisku nanostruktūru potenciālajiem pielietojumiem plazmonikā [134, 135], nanomagnētismā [136] vai mikroelektromehāniskajās sistēmās (MEMS) [137].

Ir jāņem vērā, ka ar FEBID metodi iegūtās metāliskās struktūras parasti satur piejaukumus no nogulsnējamās gāzes atomiem, kas var negatīvi ietekmēt struktūru efektivitāti. Piejaukumu daudzumu var samazināt izvēloties optimālus elektronu stara parametrus, vai arī attīrot iegūtās struktūras pēc FEBID procesa veikšanas, piemēram, karsējot vai apstrādājot tās ar plazmu [138]. FEBID procesā ir jāņem vērā arī elektronu stara izraisīta parauga sasilšana. Simulācijas liecina, ka tipiskā FEBID procesā parauga temperatūra ieraksta vietā var paaugstināties līdz pat 30 K, kas var būtiski ietekmēt veidojamo struktūru augšanas ātrumu [139]. Ar FEBID metodi ir iespējams iegūt arī nemetāliskas struktūras,



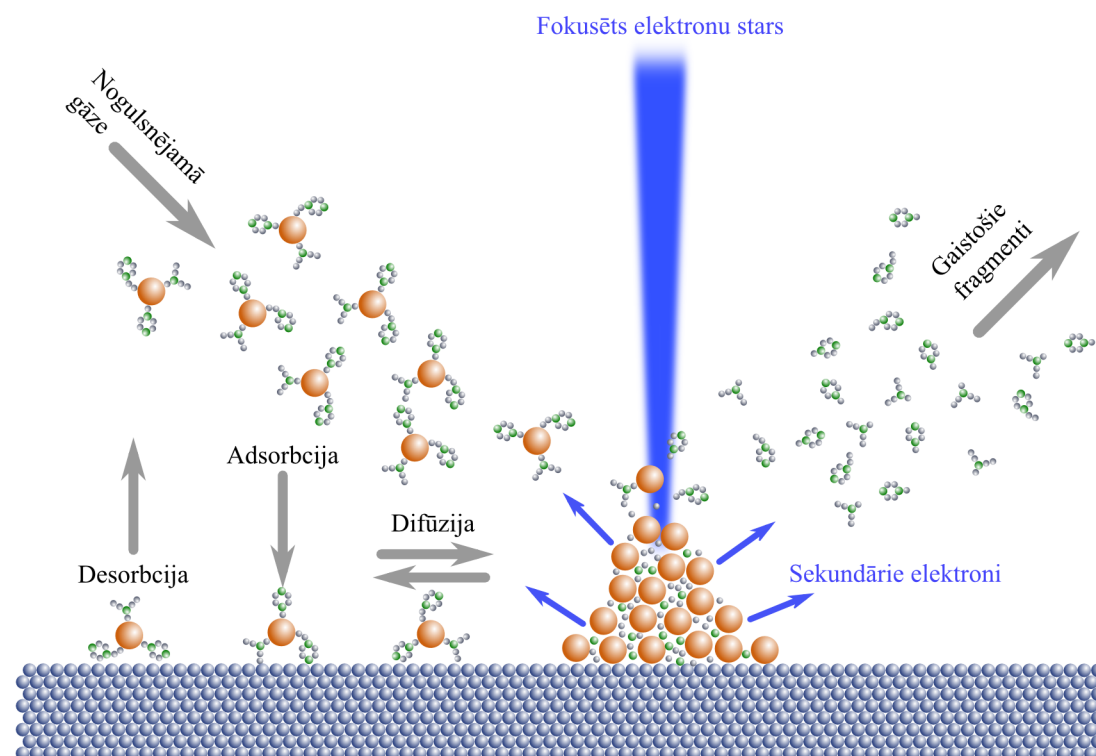
14. zīm.: Fokusēta elektronu stara inducētas kodināšanas (FEBIE) procesa shēma.

piemēram, silīcija [140] vai oglekļa struktūras [141].

Elektronu starojums var izraisīt arī vēlamu vai nevēlamu oglekļa nosēšanos uz apstarotā parauga virsmas [142, 143, 144], kur oglekļa avots ir elektronu mikroskopa vakuuma kamerā esošais ogļūdeņražu piesārņojums. Ogļūdeņražu piesārņojuma avots vakuuma kamerā var nokļūt kamerā ievietotajiem paraugiem vai vakuuma sistēmas, ja tajā tiek izmantota eļļa. Zinātnieku grupa no Krievijas nesēn ieguva vairākus simtus nanometru lielas struktūras apstarojot dažādu substrātu virsmas ar fokusētu elektronu staru bez nogulsnejamās gāzes ievades kamerā, bet ar netālu no parauga novietotu ogļūdeņraža avotu [145], kā arī novēroja, ka brīvi stāvošu oglekļa plāno kārtiņu (40 - 180 nm) apstarošana ar fokusētu elektronu staru izraisa struktūru veidošanos ar dažādiem izmēriem abās kārtiņas pusēs [146]. Abās iepriekšminētajās publikācijās tiek pieņemts, ka izveidotās struktūras sastāv no oglekļa, bet tas netiek pārbaudīts ar mērījumiem. Zinātnieku grupa no Japānas ar līdzīgu metodi ieguva nanostruktūras uz dažādu metālu virsmām [147]. Tika novērots, ka struktūru augšanas ātrums ir atkarīgs no elektronu stara parametriem un substrāta materiāla. EDXS mērījumi liecina, ka izveidotās struktūras sastāv no oglekļa un substrātu veidojošā metāla. Tas ļauj secināt, ka substrāta materiāls var difundēt veidotajās struktūrās un izskaidrot struktūru augšanas ātruma atkarību no substrāta materiāla.

Par amorfo halkogenīdu jutību pret elektronu starojumu ir zināms jau sen, kopš 20. gs. 70. gadu sākumā tika konstatēta amorfo halkogenīdu kristalizācija elektronu stara ietekmē [148]. Elektronu stara izraisīta virsmas reljefa deformācija amorfo halkogenīdu plāno plānajās kārtiņās tika atklāta salīdzinoši nesēn (20. gs. 90. gadu beigās) [99] un pētījumi šajā virzienā ir turpinājušies arī mūsdie-





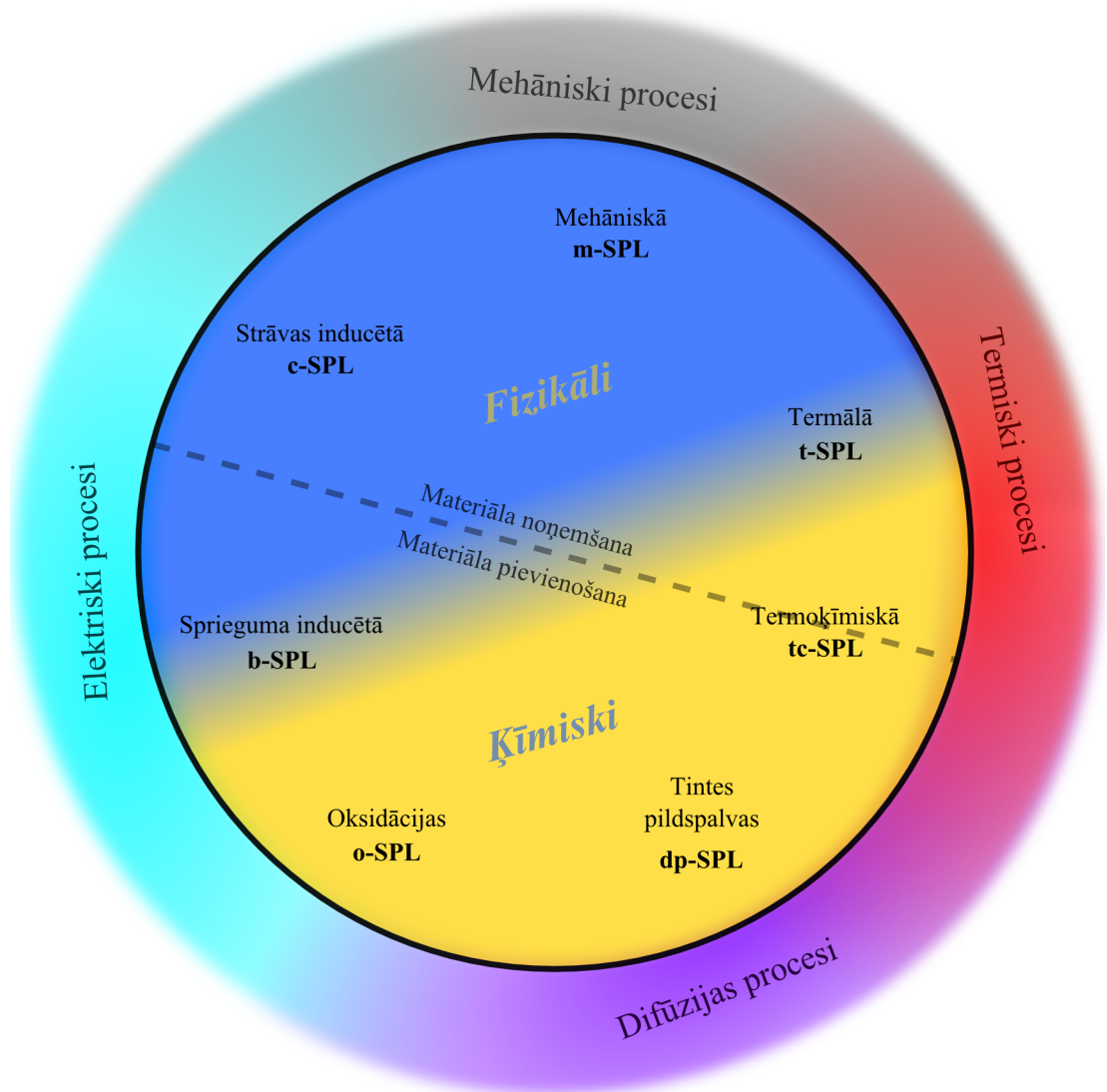
15. zīm.: Fokusēta elektronu stara inducētas nogulsnēšanās (FEBID) procesa shēma.

nās [98, 149, 150, 151]. Amorfo halkogenīdu virsmas profila deformācija (gan paaugstinājumu, gan bedru veidošanās) elektronu stara ietekmē tiek skaidrota ar elektronu stara pievadīto lādiņu uzkrāšanās efektiem amorfajā halkogenīdā.

Amorfo halkogenīdu un metāla (Ag vai Cu) dubultslāņi ir izmantojami arī kā tiešā ieraksta EBL materiāls [95]. Atkarībā no elektronu stara un parauga parametriem, uz Ag/amorfā halkogenīda dubultslāņu virsmas ir iespējams iegūt gan virsmas pacēlumus ar palielinātu Ag saturu, gan bedrveidīgas struktūras ar Ag iztrūkumu [121, 152, 153]. Struktūru veidošanās mehānismi metālu/amorfo halkogenīdu dubultslāņos vēl nav pilnīgi skaidri. Viens no mehānismiem, ko izmanto lai skaidrotu metāla atomu/jonu kontrolējamu pārvietošanu amorfā halkogenīda matricā, ir metāla jonu difūzija elektronu stara radīta siltuma gradienta ietekmē [95]. Ir zināms, ka metāla jonus amorfajā halkogenīdā ir iespējams pārvietot arī ar elektriskā lauka palīdzību [154, 155]. Amorfo halkogenīdu un Ag (mazākā mērā arī Cu) dubultslāņu augstā jutība pret elektronu staru ir skaidrojama ar kontaktreakcijām starp Ag vai Cu un amorfā halkogenīda slāņiem [121, 156]. Piemēram, starp Ag un ar S bagāta halkogenīda ( $\text{As}_2\text{S}_3$ ) slāņiem veidojas  $\text{Ag}_2\text{S}$  starpslānis (Ag var aizstāt ar Cu, bet S var aizstāt ar Se vai Te).  $\text{Ag}_2\text{S}$  ir superjonisks vadītājs, tam piemīt ļoti augsta Ag jonu mobilitāte.  $\text{Ag}_2\text{S}$  starpslāņa veidošanās notiek slāņu kontakta difūzijas rezultātā, bet tā veidošanās procesu var paātrināt ar elektronu vai elektromagnētisko starojumu.

**SPL** Ar jēdzienu „skenējošās zondes litogrāfija” (*no angļu val.*, Scanning Probe Lithography, SPL) tiek apzīmēts litogrāfijas metožu kopums, kurā litogrāfiskais

process jeb zīmējuma veidošana tiek veikta ar asas mikro- vai nano-izmēru zondes palīdzību [157]. SPL metodes tiek iedalītas pēc dominējošā mijiedarbības veida starp zondi un apstrādājamo materiālu, kā rezultātā tiek iegūts zīmējums (skat. 16. zīm.).



16. zīm.: SPL metožu klasifikācija pēc dominējošās mijiedarbības starp zondi un paraugu. Adaptēts no [157].

Mehāniskā SPL (m-SPL) ir metode, kurā apstrādājamais materiāls vienkārši tiek mehāniski deformēts ar skenējošās zondes palīdzību. Tiešākais m-SPL metodes pielietojums ir iespaidumu veidošana uz salīdzinoši mīksta materiāla virsmas [158]. Termiskās SPL (t-SPL) metodes pamatā ir apstrādājamā materiāla lokāla iztvaicēšana ar uzkarstas zondes palīdzību. Zondes temperatūra var sasniegt līdz 1000 °C un tās sildīšana var tikt nodrošināta izmantojot elektrisko (Džoula) pretestību vai termoelektrisko (Tompsona) efektu [159]. Termoķīmiskā SPL (*no angļu val.*, thermo-chemical SPL, tc-SPL) atšķiras no t-SPL ar to, ka uzkarstētā zonde uz apstrādājamās virsmas izraisa ķīmiskas reakcijas, kuru rezultātā materiāls var tikt pievienots, noņemts vai arī var izmainīties materiāla

virsmas fizikālās vai ķīmiskās īpašības [160]. Tintes pildspalvas SPL (*no angļu val.*, dip-pen SPL, dp-SPL) ir uz difūzijas procesiem balstīta nanolitogrāfijas metode, kurā uzklājamais materiāls jeb tinte difundē pa skenējošo zondi un tiek uzklāts uz apstrādājamās virsmas. dp-SPL process ir analogisks tintes pildspalvas darbībai, kas ir mērogota līdz nano izmēriem [161]. Jēdziens „sprieguma inducētā SPL” (*no angļu val.*, bias-induced SPL, b-SPL) ir attiecināms uz plašu metožu klāstu, kuras vieno elektriskā potenciāla starpība starp skenējošo zondi un apstrādājamā parauga virsmu. Tā kā skenējošās zondes adatas gals ir ar ļoti mazu liekuma diametru un atrodas tuvu apstrādājamajai virsmai, ļoti spēcīgs elektriskais lauks ( $10 \text{ V/nm}$  jeb  $10 \text{ GV/m}$ ) ir iegūstams zondes tuvumā ar salīdzinoši nelielu pielikto potenciālu starpību starp zondi un paraugu ( $10 \text{ V}$ ) [157]. Pieliktais elektriskais lauks var izraisīt plašu, gan fizikālu, gan ķīmisku procesu klāstu, piemēram, fokusētu elektronu plūsmu vai ķīmiskas reakcijas. Daži šādu procesu piemēri ir elektriskā lauka inducētā gāzes [162] vai šķidrums [163] molekulu disociācija un nogulsnešanās uz apstrādājamā parauga virsmas, un Ag jonu pārvietošana amorfā halkogenīda plānajā kārtiņā ar elektriskā lauka palīdzību [96]. Starp zondi un parauga virsmu plūstošo strāvu b-SPL metodē ir iespējams izmērīt un izmantot b-SPL procesa kontrolei. Šādas metodes sauc par strāvas kontrolētām (*no angļu val.*, current controlled) [164]. Oksidācijas SPL (o-SPL) ir attīstīta un plaši izmantota, elektroķīmiska SPL metode, kuru var uzskatīt par b-SPL metodes atvasinājumu. o-SPL metodes būtība ir apstrādājamā materiāla virsmas selektīva oksidācija. Starp zondi un paraugu ir izveidots ūdens „tilts”, pa kuru paraugam tiek pievadīti oksidācijas anjoni, kā arī pielikta potenciāla starpība, kas izraisa elektroķīmisko oksidācijas reakciju [165]. No b-SPL metožu klāsta var atsevišķi izdalīt arī ar elektrisko strāvu saistītās metodes, kuras var saukt par strāvas inducēto SPL jeb (*no angļu val.*, current-induced SPL, c-SPL). Iespējamie c-SPL pielietojumi ietver, piemēram, elektronu rezista slāņa apstrādi [166], vai arī polimēru materiāla [167] vai amorfā halkogenīda virsmas [168] elektrostatisku deformāciju.

## 2.3 Formas atmiņas materiāls - nitinols

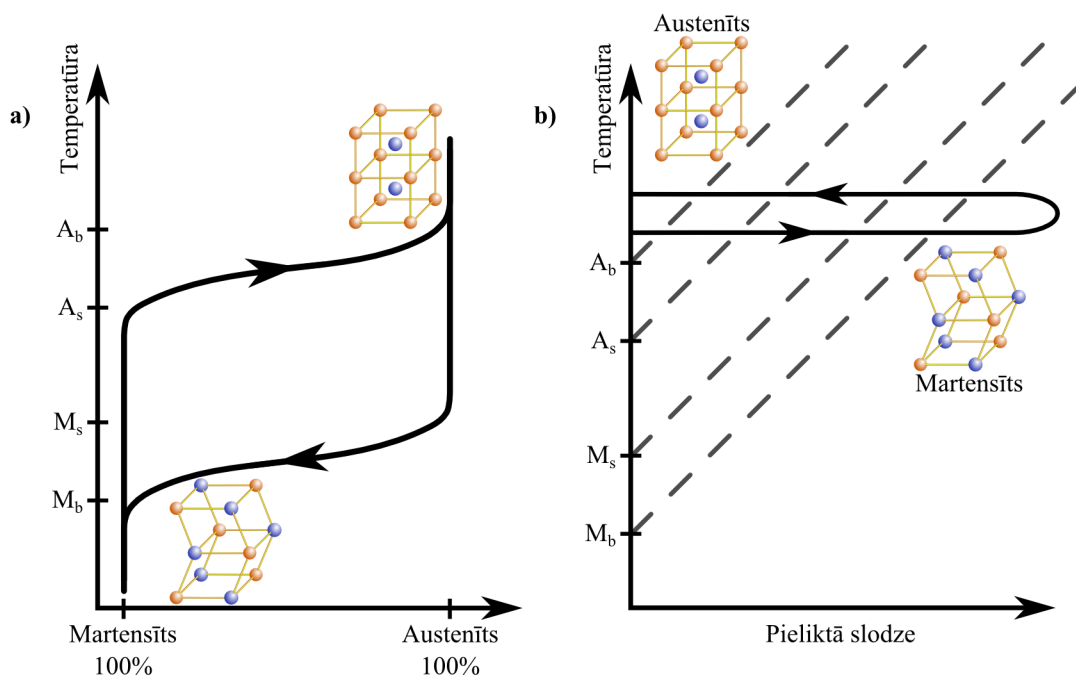
Nitinols (*no angļu val.*, Nickel Titanium Naval Ordinance Laboratory) ir niķeļa un titāna sakausējums, kas visplašāk ir pazīstams ar savām formas atmiņas īpašībām, kuras, laimīgas sagādīšanās rezultātā, 1959. gadā novēroja Viljams J. Bjuēlers (*no angļu val.*, William J. Buehler) [169]. Formas atmiņas efekts ir balstīts uz materiāla kristālisko fāžu (austenīta un martensīta) pārejām temperatūras izmaiņu un/vai mehānisku spriegumu iedarbības rezultātā. Tas ļauj materiālam pēc mehāniskas deformācijas atgūt savu iepriekšējo formu, ja materiāla temperatūra pieaug līdz noteiktam līmenim. Jēdziens āustenīts” pirmoreiz tika ieviests 1896. gadā, kad par godu angļu metalurgam, Seram Viljamam Čandleram Robertsam-Austenam (*no angļu val.*, Sir William Chandler Roberts-Austen) tika nosaukta alotropiska dzelzs fāze ar skaldnēs centrētu kubisku kristālsko struktūru, kas mūsdienās ir plašāk pazīstama kā gamma-dzelzs ( $\gamma$ -iron) [170]. Savukārt martensīta jēdziens pirmoreiz tika ieviests divus gadus vēlāk (1898. gadā), kad rūdītā tēraudā novērota kristāliskā fāze tika nosaukta par godu vācu metalurgam Ādolfam Martensam (*no angļu val.*, Adolf Martens) [171]. Austenīta/martensīta fāžu pārejas ļauj nitinolam demonstrēt arī t.s. pseidoelastīguma (ko mēdz saukt arī par superelastīgumu) efektu, kad noteiktā temperatūrā apgalbā daudzkārt (līdz pat desmitiem reižu [172]) pieaug mehāniskā sprieguma robeža, pie kuras nitinola deformācija vēl paliek elastīga. Nitinola pielietojumu klāsts ir ārkārtīgi plašs. Daži nitinola industriālo pielietojumu piemēri ietver hidraulisko cauruļu savienojumus [173], temperatūras sensorus [174], automātiskus pret-applaucēšanās ūdens vārstus [175] un siltuma dzinējus [176, 177]. Tā kā nitinols ir biosaderīgs materiāls, tā atklāšana revolucionizēja vairākas medicīnas nozares. Plašāk pazīstamie nitinola medicīnisko pielietojumu piemēri ietver ortopēdisko skavu implantus [178] un virkni kardiovaskulāro implantu [179]. Kā vienu no galvenajiem nitinola formas atmiņas efekta pielietojumiem kardiovaskulārajā ķirurģijā var pieminēt stentus – no nitinola stieplītēm veidotas caurulītes, kuras atdzesē un deformē/saloka lai atvieglotu to ievietošanu asinsvadā, bet pēc ievietošanas tās, sasilstot līdz ķermeņa temperatūrai, izplešas un atgūst savu iepriekšējo formu.

Jāpiebilst, ka nitinols ir pazīstamākais, bet ne vienīgais no formas atmiņas materiāliem, kurus mēdz saukt arī par viedajiem materiāliem. Uz nitinolam pievienojot papildus elementus ir iegūti un pētīti jauni formas atmiņas materiāli, piemēram: Ni-Ti-Cu [180], Ni-Ti-Cu-Hf [181], Ni-Ti-Fe [182, 183], Ni-Ti-Ag [184], Ni-Ti-Pt [185] un Ni-Ti-Pd [186]. Formas atmiņas efekts lielākā vai mazākā mērā ir ticis novērots arī virknē citu metāla sakausējumu, piemēram: Cu-Zn [187, 188], Cu-Al [189], Cu-Al-Zn [190], Cu-Al-Ni [191], Au-Cu-Al [192, 193], Au-Cd [194], Fe-Pd [195], In-Tl [196], Ti-Zr-Nb-Sn [197], un nerūsējošā tēraudā (Fe-Mn-Si-Cr-Ni) [198, 199, 200]. Virknei uz Ni un Mn balstītu sakausējumu ir novērots magnētiskā lauka inducēts formas atmiņas efekts: Ni-Mn-Ga [201], Ni-Mn-In [202], Ni-Mn-Sn-B [203], Ni-Mn-Co-In [204], Ni-Mn-Co-Ga [205]. Šī darba ietvaros sīkāk tiks aprakstīts tikai binārais Ni-Ti formas atmiņas sakausējums.

### 2.3.1 Formas atmiņas mehānisms

Formas atmiņas un pseidoelastīguma efekts nītinolā balstās uz fāžu pārejām starp augstas simetrijas (kubisku) fāzi – austenītu, un zemākas simetrijas (piem. monoklīnisku vai trigonālu) fāzi – martensītu. Austenīts ir stabils pie augstākām temperatūrām, bet martensīts – pie zemākām temperatūrām. Pāreju starp austenītu un martensītu var izraisīt gan temperatūras izmaiņas, gan materiālam pielikta mehāniskā slodze (skat. 17. zīm.). Martensīta un austenīta daudzuma grafiks atkarībā no nītinola temperatūras veido histerēzes cilpu, kā tas ir ilustrēts 17.a zīmējumā. Kad austenīta fāzē esošs nītinols atdziest līdz konkrētai temperatūrai  $M_s$ , kubiskais austenīta kristālrežģis deformējas un pāriet enerģētiski izdevīgākā (bet mazāk simetriskā) konfigurācijā – martensīta fāzē. Šī fāžu pāreja notiek temperatūru apgabalā no  $M_s$  līdz  $M_b$ . Martensīta fāzē esošam nītinolam sasilstot līdz konkrētai temperatūrai  $A_s$ , martensīta kristālrežģis sāk pāriet atpakaļ austenīta fāzē. Šis pārejas process beidzas pie temperatūras  $A_b$ . 17.a zīmējumā attēlotā grafika histerēzi un atšķirību starp temperatūrām  $A_b$ ,  $A_s$ ,  $M_s$  un  $M_b$  var skaidrot ar enerģijas zudumiem nītinola fāžu pāreju un atomārās struktūras pārkārtošanās procesā [206].

Pieliktā mehāniskā sprieguma iedarbības rezultātā nītinolā var nobīdīties austenīta un martensīta fāžu veidošanās temperatūru robežas, kā tas ir ilustrēts 17.b zīmējumā. Šo temperatūras robežu nobīde (pie nemainīgas parauga temperatūras) nītinolā var izraisīt fizikālās slodzes izraisītu fāžu pāreju starp martensītu un austenītu.



17. zīm.: Temperatūras izraisīto (a) un fizikālā sprieguma izraisīto (b) fāžu pāreju procesa shēma formas atmiņas materiālos.  $A_s$  – austenīta veidošanās sākuma temperatūra,  $A_b$  – austenīta veidošanās beigu temperatūra,  $M_s$  – martensīta veidošanās sākuma temperatūra,  $M_b$  – martensīta veidošanās beigu temperatūra. Adaptēts no [207].

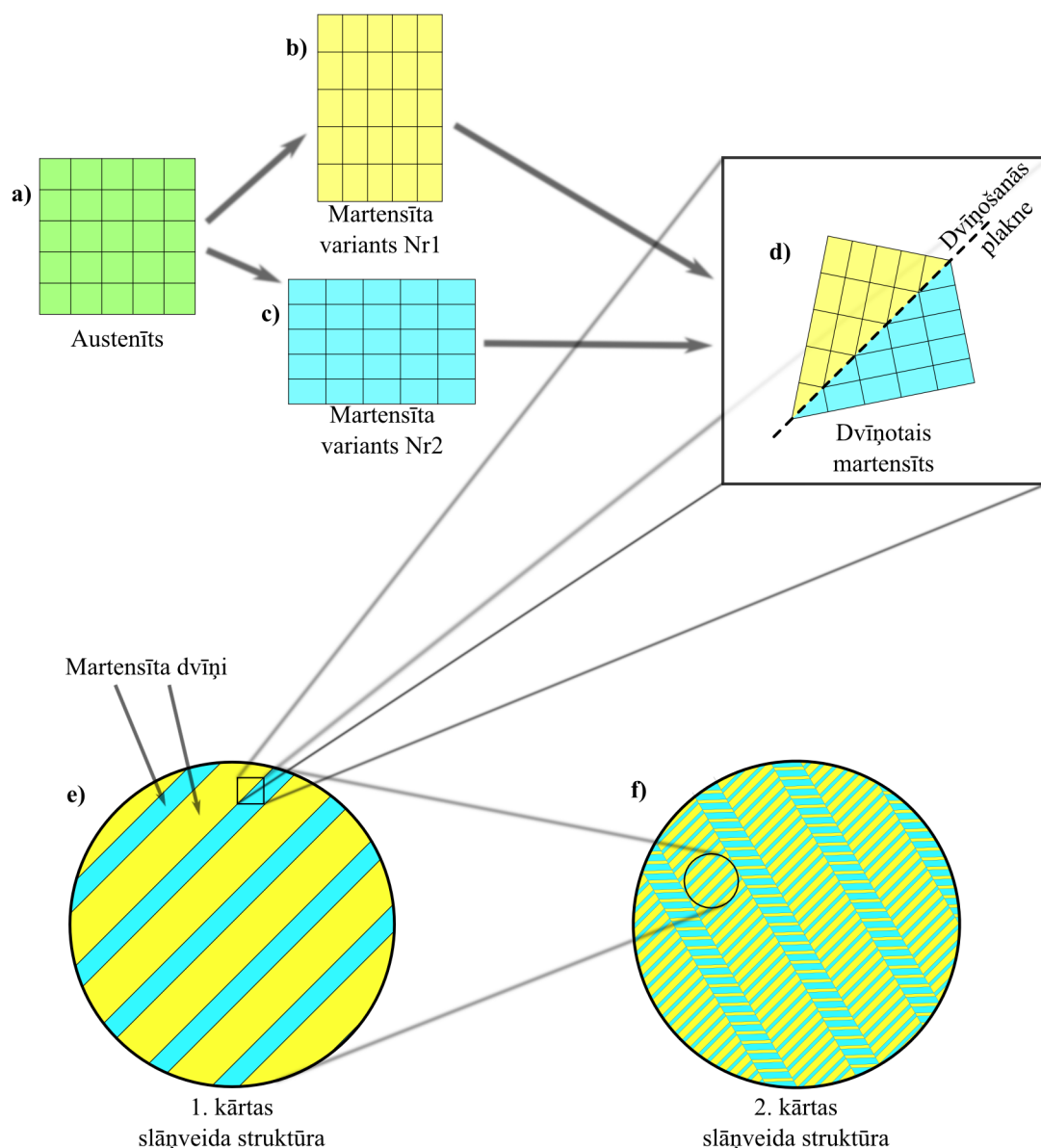
Lai dziļāk izprastu nitinola formas atmiņas mehānismu, ir jāapskata t.s. martensīta dvīņošanas (*no angļu val.*, twinning) mehānisms. Martensīts nitinolā, ja nav pielikts mehānisks spriegums, pastāv nevis kā viens monokristāls, bet gan kā virkne dažādos virzienos orientētu kristālrežģu apgabalu, kurus arī sauc par dvīņiem. Martensīta dvīņošanas process ir vienkāršoti ilustrēts 18. zīmējumā. No austenīta (18.a zīm.) fāzes izveidojas vairāki martensīta varianti - dvīņi (18.b un 18.c zīm.), kas telpiski ir orientēti dažādos virzienos attiecībā pret savstarpējo robežplakni (18.d zīm.), ko sauc par dvīņošanas plakni (*no angļu val.*, twinning plane). Ir jāatzīmē, ka dvīņi savā starpā var būt gan simetriski, gan asimetriski un martensīta dvīņu veidu skaits var būt lielāks par diviem.. Martensīta dvīņi veido slāņveida struktūras (*no angļu val.*, laminate), kā tas ir ilustrēts 18.e un 18.f zīmējumā. Šādi strukturētu martensītu sauc par dvīņoto martensītu (*no angļu val.*, twinned martensite). Martensīta dvīņošanas var salīdzināt ar akordeona plēšas salocīšanos. Reālos materiālos martensīta dvīņu slāņveida struktūras gan ir haotiskākas. Martensīta dvīņu struktūru ir iespējams tieši apskatīt ar transmisijas elektronu mikroskopu [208].

Parastos kristāliskos materiālos plastiskas, neatgriezeniskas deformācijas notiek starpatomu plakņu savstarpējās slīdēšanas rezultātā (18.a zīm.). Formas atmiņas materiālos, dvīņotā martensīta fāzē plastiskas deformācijas rezultātā notiek t.s. martensīta atdvīņošanas (*no angļu val.*, detwinning) process (18.b zīm.). Ārējās slodzes ietekmē martensīta atomārā struktūra pārkārtojas, nesaraujot atomārās saites un bez starpplakņu slīdēšanas. Šīs atomārās pārkārtošanās gaitā viens no martensīta dvīņu variantiem (kurš pie pieliktās slodzes ir enerģētiski izdevīgākā stāvoklī) aug un izplešas uz pārējo dvīņu rēķina.

20. zīmējumā ir ilustrēts tipisks formas atmiņas materiāla ekspluatācijas process. Nitinola formas atmiņas „ieraksts” notiek uzkaršējot materiālu un piešķirot tam formu virs 500°C temperatūras, jo pie šādām temperatūrām nitinola kristāliskā struktūra ir nesakārtota un starpatomu saites ir vieglāk pārraut un pārkārtot. Atdziestot zem 500°C temperatūras nitinols pāriet sakārtotā kubiskā austenīta fāzē. Atdziestot zem  $M_s$  temperatūras, nitinols dvīņojas un pāriet dvīņotā martensīta fāzē. Mehāniskas deformācijas rezultātā martensīts atdvīņojas. Jāņem vērā, ka pie pārāk lielām mehāniskajām deformācijām formas atmiņas materiāls var zaudēt formas atmiņas efektu un pāriet plastiskas deformācijas režīmā. Kad atdvīņotais martensīts tiek uzsildīts līdz temperatūrai  $A_s$ , notiek atdvīņotā martensīta pāreja austenīta fāzē un materiāls makroskopiski atgriežas tajā formā, kāda tam bija piešķirta formas atmiņas ieraksta procesā.

Mūsdienās komerciāli pieejamo nitinola produktu fāžu transformācijas temperatūras mēdz atrasties robežās no -100°C līdz 100°C ar histerēzes cilpas platumu ap 30-50 K. Fāžu transformācijas robežas un histerēzes cilpas platumu ir iespējams izmainīt pievienojot papildus elementus. Fāžu transformācijas temperatūras binārās Ni-Ti sistēmās var būt ārkārtīgi jutīgas pret Ni un Ti stehiometrisko sastāvu. Noteiktos nitinola atomārā sastāva stehiometrijas apgabalos, 0,1% atomārā sastāva izmaiņa var nobīdīt nitinola transformācijas temperatūras par 10°C [210].

Formas atmiņas efekts praksē tiek plaši izmantots mikrometru mērogā, bet formas atmiņas ierīces ir iespējams miniaturizēt vēl tālāk. Pastāv pētījumi, kur formas atmiņas efekts nanomērogā ir ticis novērots NiTi [211], TiNiCu [212] un NiMnGa [213, 214].

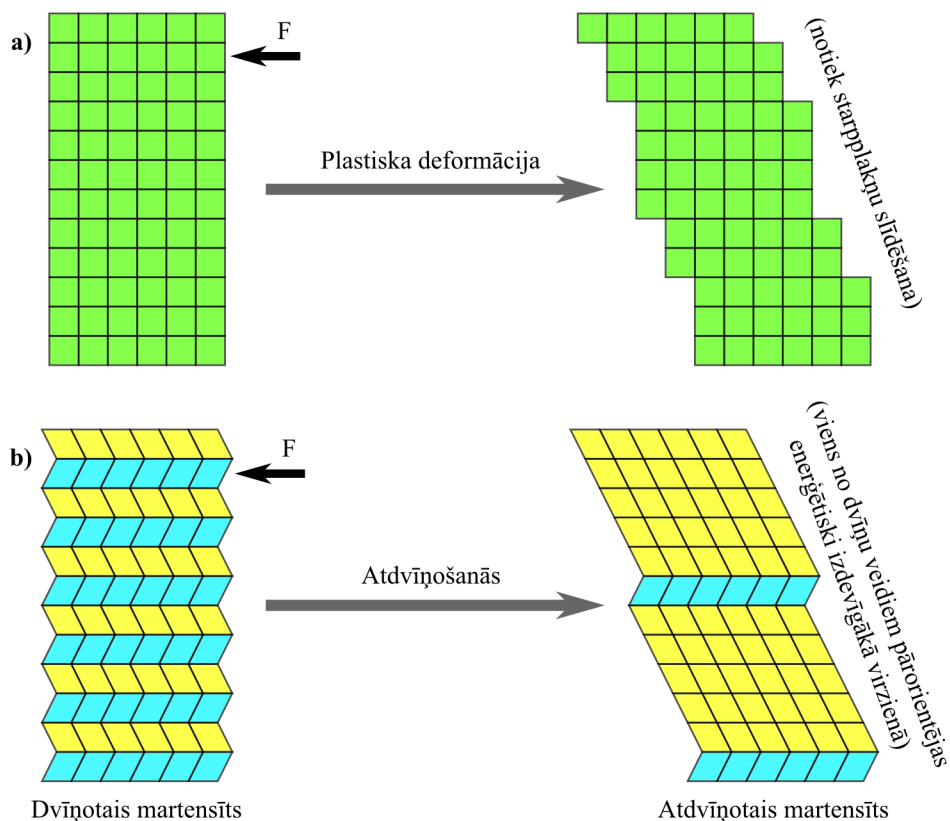


18. zīm.: Martensīta dvīņošanas procesa shēma. Adaptēts no [209].

### 2.3.2 Nitinolā sastopamās kristāliskās fāzes

Šajā apakšnodaļā tiks konkrētāk aplūkotas kristāliskās fāzes, kuras var binārā Ni-Ti materiālā. Sniegtā kristalogrāfiskā informācija ir iegūta no publiskas datubāzes "materialsproject.org"[215]. Tiks apskatītas gan Ni-Ti austenīta un martensīta fāzes (B2, B19' un R), kā arī citas stabilas fāzes, kuras var tikt novērotas bināros Ni-Ti materiālos.

**NiTi - austenīts B2** Austenīta un martensīta fāzes formas atmiņas materiālos visbiežāk apzīmē pēc to kristāliskās struktūras t.s. Strukturbericht apzīmējumiem (*no angļu val.*, Strukturbericht notation). Nitinolā ir sastopams tikai viens austenīta variants, kuru visbiežāk apzīmē kā B2 austenītu. Austenītam B2 ir kubiska elementārā šūna, kuras parametri ir doti 1. tabulā. Austenīta B2 pulvera parau-



19. zīm.: Klasiskas plastiskās deformācijas un martensīta atdviņošanās procesa salīdzinājuma shēma.

ga simulētais XRD spektrs ir attēlots 21. zīmējumā. Precīzi XRD simulāciju dati šīs un turpmāk aprakstīto kristālisko fāžu paraugiem ir atrodami pielikumā.

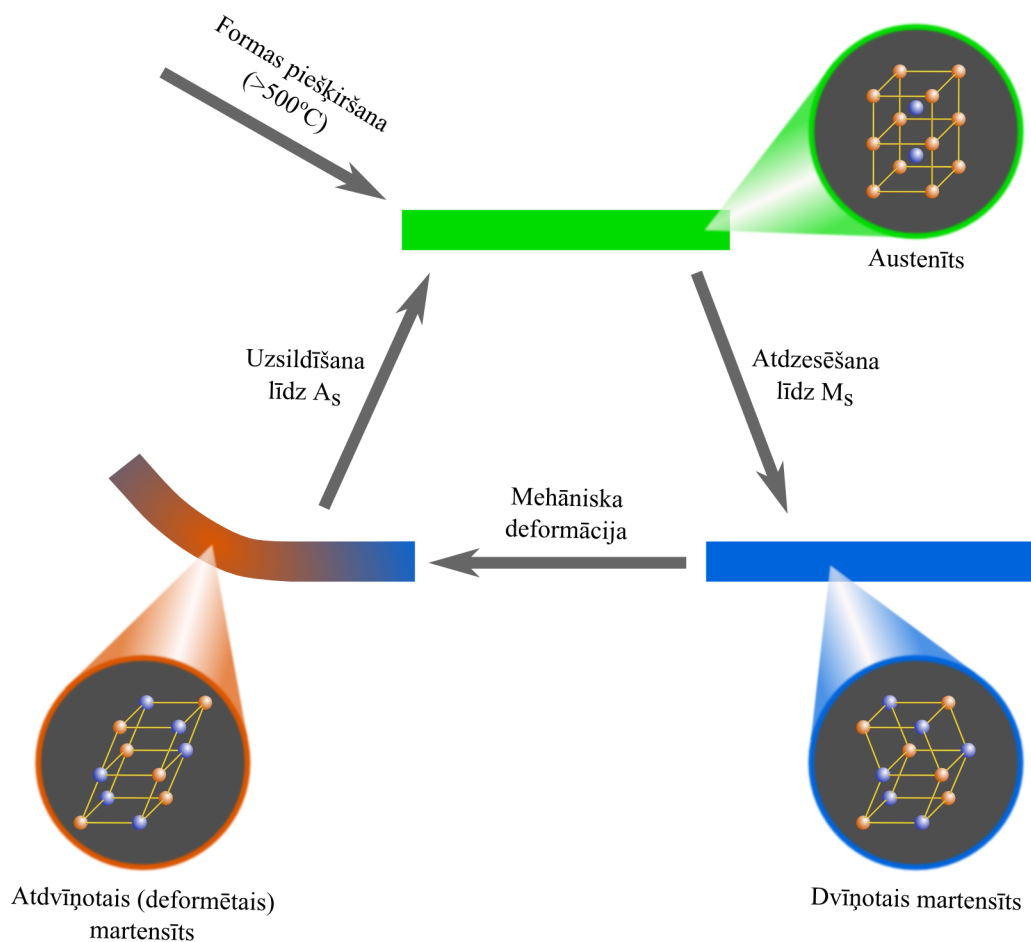
a	3.005 Å	$\alpha$	90.000°
b	3.005 Å	$\beta$	90.000°
c	3.005 Å	$\gamma$	90.000°
V	27.136 Å <sup>3</sup>		

1. tabula: Austenīta B2 elementārās šūnas parametri [216].

**NiTi - martensīts B19'** Nitinolā var pastāvēt vairāk kā viens martensīta struktūras variants. Ekviatomārā, nevecinātā nitinolā bez piejaukumiem visbiežāk sastopamā martensīta fāze ir B19' martensīts. Martensītam B19' ir monoklīna elementārā šūna, kuras parametri ir doti 2. tabulā. 22. zīmējumā ir attēlots B19' martensīta simulētais XRD spektrs pulvera paraugam. Martensītu B19' nevajadzētu jaukt ar martensīta B19 struktūru, kura ir novērojama uz Ni-Ti-Cu balstītos formas atmiņas sakausējumos.

**NiTi - martensīts R-fāze** R-fāzes martensīts visbiežāk ir novērojams kā starpfāze kristāliskās struktūras pārejas procesā starp austenītu B2 un martensītu B19'





20. zīm.: Formas atmiņas materiālu tipiskas ekspluatācijas procesa shēma.

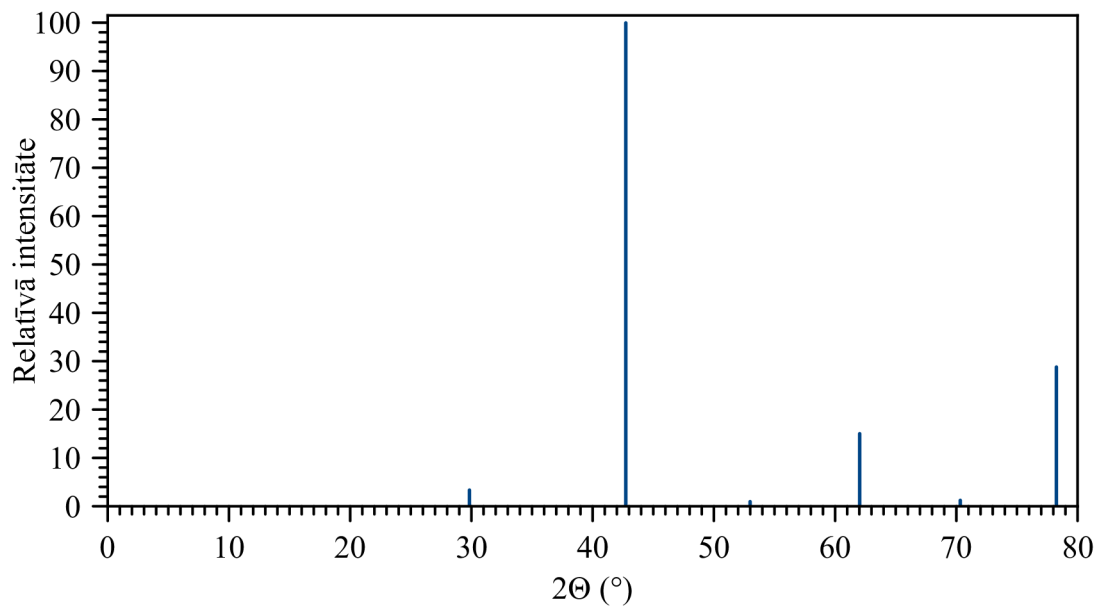
a	2.939 Å	$\alpha$	90.000°
b	4.015 Å	$\beta$	101.882°
c	4.764 Å	$\gamma$	90.000°
V	55.006 Å <sup>3</sup>		

2. tabula: Martensīta B19' elementārās šūnas parametri [217].

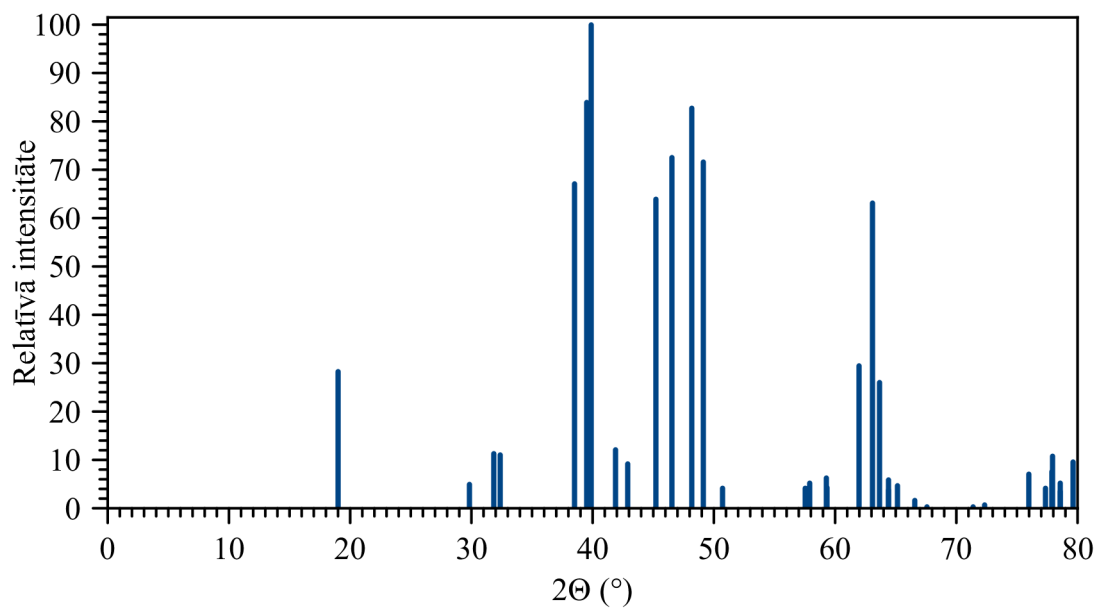
vecinātos nitinola paraugos. Martensīta R-fāzei ir trigonāla elementārā šūna, kuras parametri ir doti 3. tabulā un kuras pulvera paraugam simulētais XRD spektrs ir attēlots 23. zīmējumā.

a	7.278 Å	$\alpha$	90.000°
b	7.278 Å	$\beta$	90.000°
c	5.319 Å	$\gamma$	120.000°
V	243.989 Å <sup>3</sup>		

3. tabula: Martensīta R-fāzes elementārās šūnas parametri [218].



21. zīm.: B2 austenīta fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [216].



22. zīm.: B19' martensīta fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [217].

**Ti<sub>2</sub>Ni** Nitinola paraugi praktiķā var sastāvēt ne tikai no austenīta un martenīta kristāliskajām fāzēm, bet arī amorfas fāzes un citas uz Ni un Ti balstītas kristāliskās fāzes. Ti<sub>2</sub>Ni ir kubiska kristāliskā struktūra, kuras klātbūtni var sagaidīt ar Ti bagātos nitinola paraugos. Ti<sub>2</sub>Ni elementārās šūnas parametri ir doti 4. tabulā un 24. zīmējumā ir attēlots Ti<sub>2</sub>Ni XRD simulētais spektrs pulvera paraugam.

a	7.974 Å	$\alpha$	60.000°
b	7.974 Å	$\beta$	60.000°
c	7.974 Å	$\gamma$	60.000°
V	358.560 Å <sup>3</sup>		

4. tabula: Ti<sub>2</sub>Ni elementārās šūnas parametri [219].

**TiNi<sub>3</sub>** TiNi<sub>3</sub> ir heksagonāla elementārā šūna, kuras parametri ir doti 5. tabulā un 25. zīmējumā ir attēlots TiNi<sub>3</sub> pulvera parauga XRD simulētais spektrs.

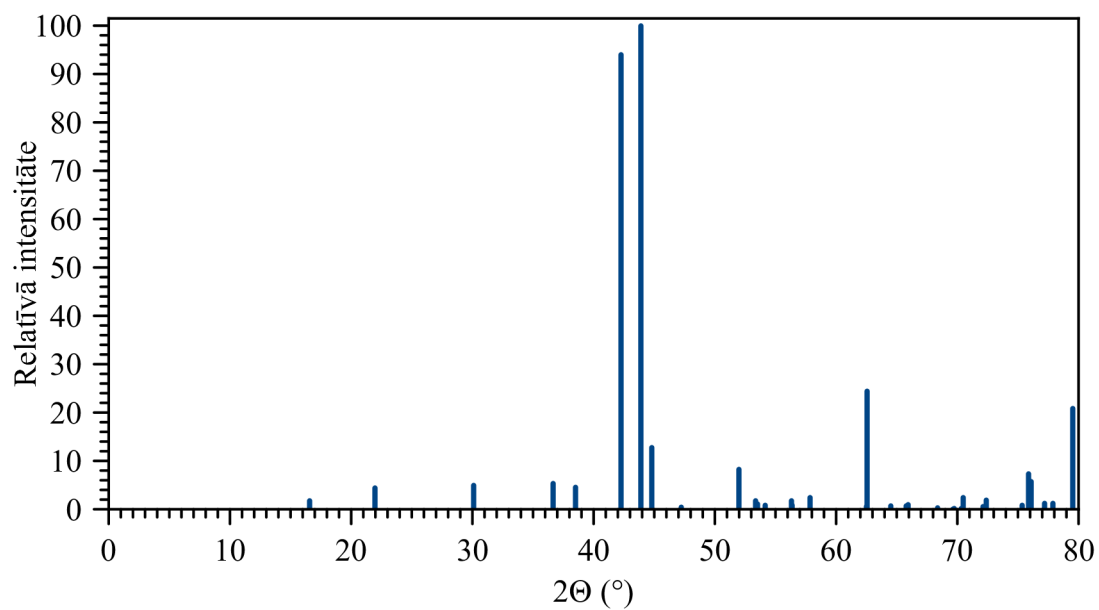
a	5.096 Å	$\alpha$	90.000°
b	5.096 Å	$\beta$	90.000°
c	8.312 Å	$\gamma$	120.000°
V	186.915 Å <sup>3</sup>		

5. tabula: TiNi<sub>3</sub> elementārās šūnas parametri [220].

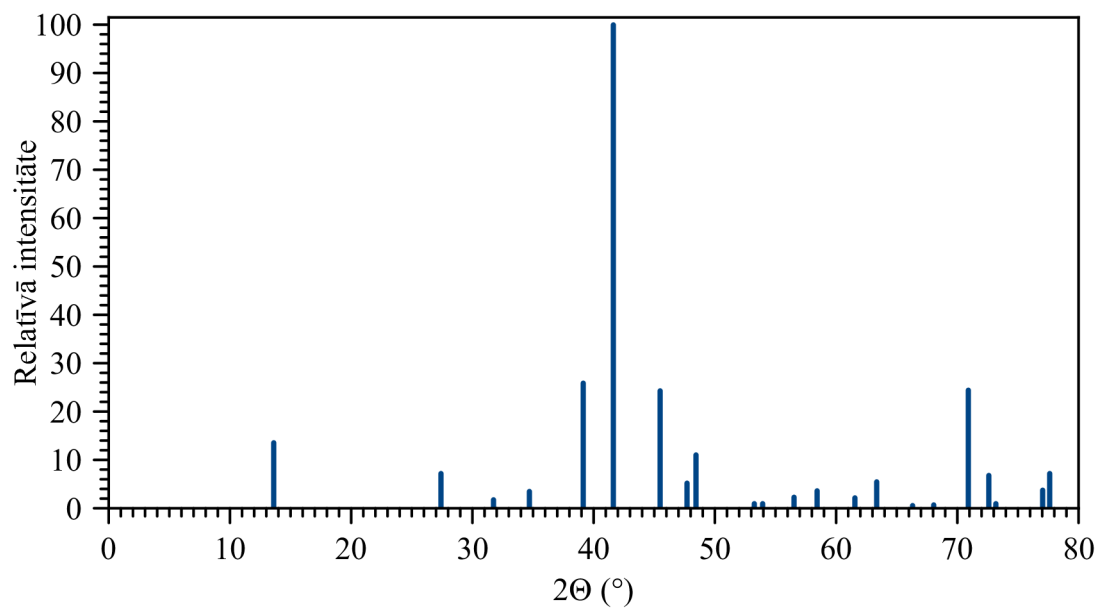
**Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>** Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> ir trigonāla elementārā šūna, kuras parametri ir doti 6. tabulā un 26. zīmējumā ir attēlots Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> pulvera parauga XRD simulētais spektrs. Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> fāzes nano-iekļāvumi NiTi paraugā var uzlabot tā formas atmiņas efekta īpašības, traucējot starpatomu plakņu slīdēšanai un palielinot materiāla spēju atgūt formu pēc deformācijas [221].

a	6.690 Å	$\alpha$	113.881°
b	6.690 Å	$\beta$	113.881°
c	6.690 Å	$\gamma$	113.881°
V	183.547 Å <sup>3</sup>		

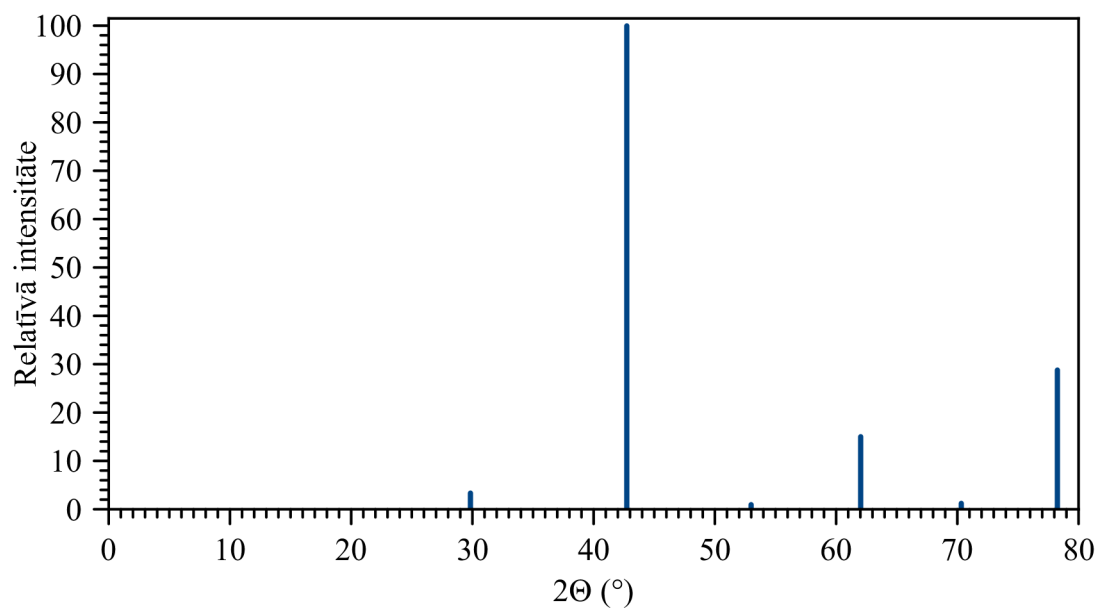
6. tabula: Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> elementārās šūnas parametri [222].



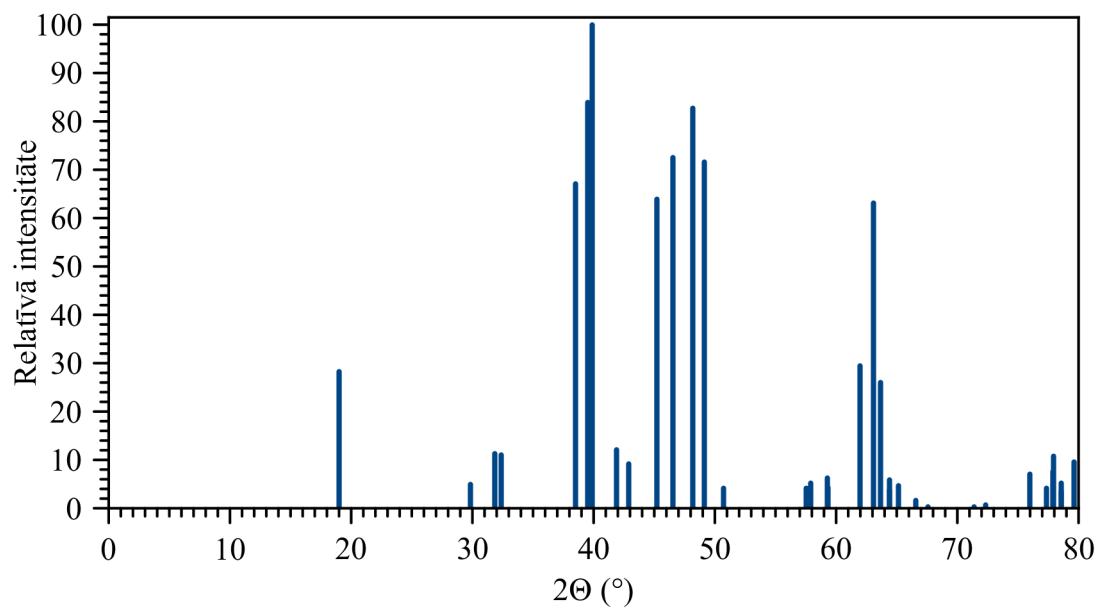
23. zīm.: Martensīta R-fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [218].



24. zīm.: Ti<sub>2</sub>Ni fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [219].



25. zīm.: TiNi<sub>3</sub> fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [220].



26. zīm.: Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> fāzes simulētais XRD spektrs pulvera paraugā [222].

## 3 Pētījumos izmantotās metodes un iekārtas

Šī darba ietvaros nanostruktūru veidošanās fokusēta elektronu stara ietekmē tika pētīta virknē dažādu materiālu un pētījumos tika izmantots plašs dažādu metožu un iekārtu klāsts. Šajā nodaļā īsumā tiks apskatītas pētījumos izmantotās metodes un iekārtas, kuras šeit iedalīsim pēc to pielietojuma: paraugu sagatavošana, paraugu īpašību noteikšana un kontrole, kā arī mikro- un nano-struktūru iegūšana un izpēte.

### 3.1 Paraugu sagatavošana

Visi šajā darbā pētītie paraugi tika izgatavoti uz līdzenas pamatnes uzputinot vienu vai vairākas noteiktu materiālu plānās kārtiņas. Izmantotie plāno kārtiņu materiāli ietver uz S balstītu amorfo halkogenīdu  $\text{AsS}_2$ , Ni un Ti formas atmiņas sakausējumu, kā arī virkni tīru metālu: Ag, Al, Cu, Cr un Mo. Kā pamatnes materiāli tika izmantots kristālisks silīcijs Si(111) un BK7 optiskais stikls. Vienā atsevišķā eksperimentā kā pamatnes materiāls tika izmantota PMMA plastmasa. Plāno kārtiņu uzputināšana tika veikta vai nu ar termiskās iztvaicēšanas metodi amorfajam halkogenīdam, vai ar magnetronu izputināšanas metodi metāliem. Tālāk tiks apskatītas šajā darbā izmantotās uzputināšanas iekārtas.

#### 3.1.1 Plāno kārtiņu uzputināšanas sistēma ВУП-5

Вакуумный Универсальный Пост ВУП-5 ir vakuuma iekārta, kas paredzēta plāno kārtiņu iegūšanai ar termiskās iztvaicēšanas metodi. Iztvaicēšana tiek veikta vakuuma kamerā laižot strāvu (līdz 200 A) caur volframa kvēldiegu, kas ir aptīts ap kvarca tīģeli, kurā ir ievietots iztvaicējamais materiāls. Vakuuma atsūknešana iekārtā tiek veikta ar turbomolekulāro sūkni un eļļas priekšvakuuma sūkni. ВУП-5 uzputināšanas sistēma tika izmantota 4.1 un 4.2 apakšnodaļā aprakstītajos pētījumos lai iegūtu amorfā halkogenīda  $\text{AsS}_2$  plānās kārtiņas.

#### 3.1.2 Plāno kārtiņu uzputināšanas sistēma Kurt Lesker Lab18

Kurt Lesker Lab18 ir vakuuma iekārta, kas paredzēta plāno kārtiņu iegūšanai ar magnetronu izputināšanas metodi. Iekārta ir aprīkota ar diviem DC magnetroniem un vienu RF magnetronu, kas vienā uzputināšanas reizē ļauj iegūt plānos pārklājumus no trīs dažādiem materiāliem. Plāno kārtiņu biezuma vienmērīguma nodrošināšanai iekārta ir aprīkota ar rotējošu paraugu turētāju. Vakuuma atsūknešana iekārtā tiek veikta ar turbomolekulāro sūkni un membrānas (bez eļļas) priekšvakuuma sūkni. Šajā darbā Kurt Lesker Lab18 plāno kārtiņu uzputināšanas sistēma tika izmantota tīru metāla plāno kārtiņu uzputināšanai 4.1, 4.2, 4.3 un 4.4 apakšnodaļās aprakstītajos pētījumos. Argons tika izmantots kā darba gāze metāla plāno kārtiņu uzputināšanas procesā.

#### 3.1.3 Nanodaļiņu uzputināšanas sistēma Mantis Nanosys500

Mantis Nanosys500 ir augsta vakuuma iekārta, kas paredzēta nanodaļiņu un plāno kārtiņu uzputināšanai [223]. Iekārta ir aprīkota ar diviem DC magnet-

roniem, vienu RF magnetronu, nanodaļiņu uzputināšanas sistēmas, kā arī ar rotējošu un līdz 800 °C uzkaršējamu paraugu turētāju. Vakuuma atsūkņošana iekārtā tiek veikta ar turbomolekulāro sūkni un membrānas priekšvakuuma sūkni. Mantis Nanosys500 iekārta šajā darbā tika izmantota nitinola plāno kārtiņu uzputināšanai 4.5 apakšnodaļā aprakstītajā pētījumā. Nitinola uzputināšana notika vienlaicīgi no diviem magnetroniem ar tīriem Ni un Ti elektrodiem. Darba gāze uzputināšanas procesā bija Ar un paraugu turētājs uzputināšanas laikā tika uzkaršēts līdz 650 °C. Galvenais iemesls, kādēļ nitinola plāno kārtiņu uzputināšanai tika izmantota Mantis Nanosys500 iekārta, bija iespēja uzkaršēt paraugus uzputināšanas laikā. Uz neuzkaršētas Si pamatnes uzputinātās nitinola plānās kārtiņas bija amorfas, bet formas atmiņas efekta pētīšanai bija nepieciešams iegūt nitinolu austenīta fāzē.

## 3.2 Paraugu īpašību noteikšana un kontrole

### 3.2.1 EDXS mikroanalīzes modulis Oxford Instruments INCA X-act

Oxford Instruments INCA X-act ir SEM kamerai pieslēdzams modulis ar rentgenstarojuma detektoru, kas ļauj novērtēt SEM ievietoto paraugu procentuālo ķīmisko sastāvu izmantojot elektronu enerģijas dispersijas rentgenstaru spektroskopijas (*no angļu val.*, Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDXS) metodi [224]. Šī iekārta ļauj veikt mikroanalīzi - paraugu ķīmiskā sastāva noteikšanu mikro-mērogā, kuras izšķirtspējas ierobežojošais faktors ir elektronu stara mijiedarbības laukums ar pētāmo paraugu. INCA X-act modulis tika izmantots lai noteiktu vai pārbaudītu pētāmo paraugu ķīmisko sastāvu visos šajā darbā aprakstītajos pētījumos. EDXS mērījumi tika veikti izmantojot elektronu staru ar 30 keV enerģiju un detektora kalibrācija tika veikta izmantojot Co paraugu.

### 3.2.2 XRD Rigaku SmartLab

Rigaku SmartLab ir multifunkcionāls un daļēji automatizēts rentgendifrakto-metrs (*no angļu val.*, X-Ray Diffractometer, XRD) [225]. Rentgenstaru lampā kā starojuma avots ir izmantots Cu anods, maksimālā starojuma avota jauda ir 3 kW. Rigaku SmartLab 4.1 un 4.2 apakšnodaļās aprakstītajos pētījumos tika izmantots lai pārlicinātos par halkogenīda plāno kārtiņu amorfo dabu. 4.5 apakšnodaļā aprakstītajā pētījumā XRD tika izmantots lai noteiktu nitinola plāno kārtiņu kristālisko fāžu sastāvu.

### 3.2.3 CLSM Leica TCSP-5

Leica TCSP-5 ir konfokālais lāzerskanējošais mikroskops (*no angļu val.*, Confocal Laser-Scanning Microscope, CLSM) [226]. Iekārta ir aprīkota ar dažādu viļņu garumu lāzeriem redzamā gaismas spektra apgabalā, femtosekunžu lāzeri un augstas efektivitātes spektrālo detektoru, kas ļauj paraugu vienlaicīgi aplūkot vairākos (līdz 5) spektrālajos apgabalos. Leica TCSP-5 tika izmantots 4.4 apakšnodaļā aprakstītajā pētījumā lai mērītu Cr plānās kārtiņas optisko caurlaidību slapjās kodināšanas laikā.

### 3.3 Mikro un nanostruktūru veidošana un izpēte

Galvenā metode ar kuras palīdzību šajā darbā tika iegūtas mikro- un nanostruktūras, ir paraugu virsmas apstarošana ar fokusētu elektronu staru SEM vakuuma kamerā. Iegūtās mikro- un nanostruktūras lielākajā daļā gadījumu bija redzamas SEM attēlos, bet precīzi struktūru formas un izmēru mērījumi tika veikti izmantojot atomspēku mikroskopijas (*no angļu val.*, Atomic Force Microscopy, AFM) metodi. Vienā no šī darba pētījumiem nanostruktūras tika veidotas/modificētas izmantojot b-SPL/c-SPL metodi AFM iekārtā.

#### 3.3.1 SEM Tescan VEGA II LMU

Tescan VEGA II LMU ir SEM iekārta, kas tika izmantota mikro- un nanostruktūru iegūšanai lielākajā daļā (skat. 4.1, 4.2, 4.3 un 4.4 apakšnodaļas) šajā darbā aprakstīto pētījumu. Iekārtas vakuuma sistēma sastāv no turbomolekulārā augstvakuumā sūkņa un eļļas priekšvakuuma sūkņa. Elektronu avots šajā iekārtā ir volframa kvēldiegs un maksimālais elektronu stara paātrinātais spriegums ir 30 kV. Tescan VEGA II LMU iekārta ir aprīkota ar SE un BSE detektoriem un tai ir pievienots Oxford Instruments INCA X-act EDXS mikroanalīzes modulis.

#### 3.3.2 SEM Tescan MAIA3

Tescan MAIA3 ir jaunāks SEM modelis, kas Daugavpils Universitātes G. Liberta Inovatīvās Mikroskopijas Centrā tika iegādāts 2019. gada pavasarī un tika izmantots pēdējā no šajā darbā aprakstītajiem pētījumiem (skat. 4.5 apakšnodaļu). Dažas iespējas, ar kurām Tescan MAIA3 atšķiras no vecā SEM modeļa, ir lauka emisijas elektronu avots, iespēja fokusēt elektronu staru mazākā diametrā, plazmas tīrīšanas modulis paraugiem un vakuuma kamerai, kā arī opcijas atdzesēt paraugu turētāju zem ledus kušanas temperatūras vai apskatīt plānus paraugus transmisijas elektronu režīmā.

#### 3.3.3 AFM Park NX10

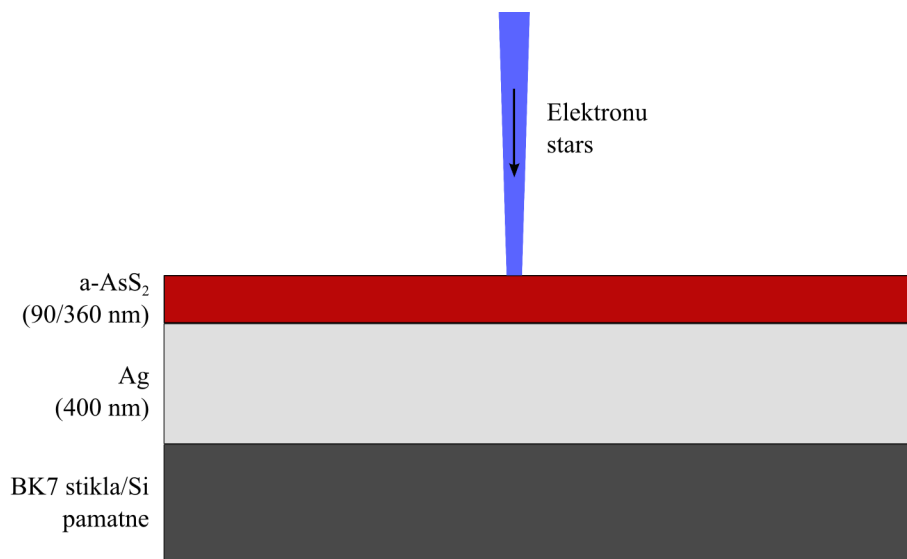
Park NX10 ir augstas izšķirtspējas AFM iekārta, ar kuru ir iespējams veikt mērījumus virknē dažādu režīmu, piemēram: bezkontakta AFM (*no angļu val.*, Non-Contact AFM, NC-AFM), kontakta AFM, elektriskās vadāmības AFM (*no angļu val.*, Conductivity AFM, C-AFM) un magnētiskā AFM [227]. Visos šajā darbā aprakstītajos pētījumos Park NX10 iekārta tika izmantota lai noteiktu mikro- un nanostruktūru formu un izmērus. 4.1, 4.3, 4.4 un 4.5 apakšnodaļās aprakstītajos pētījumos AFM mērījumi tika veikti NC-AFM režīmā. 4.2 apakšnodaļā aprakstītajā pētījumā AFM mērījumi tika veikti C-AFM režīmā.



## 4 Pētījumu rezultāti un diskusija

### 4.1 Nanostruktūru veidošana uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņu virsmām ar fokusētu elektronu staru

Šajā pētījumā tika testēta amorfā halkogenīda (a-AsS<sub>2</sub>) - sudraba dubultslāņu mijiedarbība ar fokusētu elektronu starojumu. Pētījuma mērķis bija izstrādāt jaunas metodes šo dubultslāņu virsmas modificēšanai mikro un nano mērogā. Šis pētījums sastāvēja no diviem atsevišķiem eksperimentiem, kuru shēma ir ilustrēta 27. zīmējumā un kontrolētie parametri ir apkopoti 7. tabulā.



27. zīm.: a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņu sastāva un to apstarošanas eksperimenta shēma.

Parametri	1. eksperiments	2. eksperiments
Substrāta veids	BK7 stikla pamatne	Si pamatne
Slāņu biezums	Ag – 400 nm a-AsS <sub>2</sub> – 90 nm	Ag – 400 nm a-AsS <sub>2</sub> – 360 nm
Apstarošanas režīms	punkta apstarošana	rastra skenēšana
Elektronu stara parametri	U = 30 kV I = 2 pA d = 14 nm t = 20 - 90 s	U = 30 kV I = 300 pA d = 210 nm t = 1 - 10 min
Iegūto virsmas reljefa struktūru veids	nanopunkti	mikro-kvadrāti

7. tabula: Dubultslāņu paraugu izgatavošanas un apstarošanas parametri.

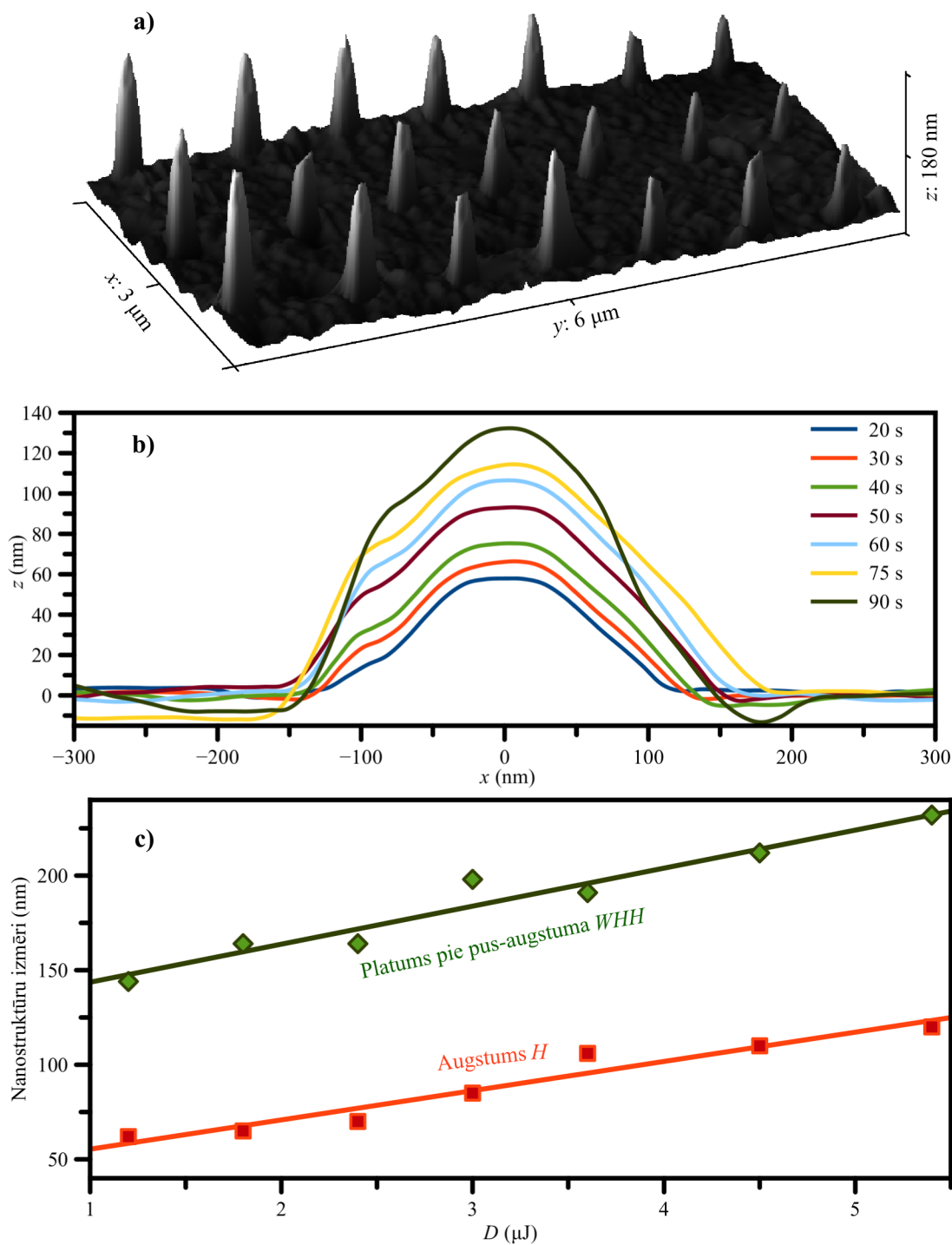
Pirmajā eksperimentā uz BK7 stikla pamatnes tika uzputināts 400 nm bieža Ag plānā kārtiņa. Uzputināšana tika veikta ar DC magnetronu Kurt Lesker Lab18 uzputināšanas sistēmā un Ag plānās kārtiņas uzputināšanas ātrums bija 40 nm/min. Uz Ag plānās kārtiņas virsmas tika uzputināta 90 nm bieža amorfā

halkogenīda ( $\text{AsS}_2$ ) plānā kārtiņa. A- $\text{AsS}_2$  uzputināšana tika veikta ar termiskās iztvaicēšanas metodi БУП-5 uzputināšanas sistēmā un a- $\text{AsS}_2$  uzputināšanas ātrums bija aptuveni 600 nm/min. Plāno kārtiņu biezums tika kontrolēts izmantojot kvarca kristāla detektoru. Dubultslāņu virsma tika apstarota ar fokusētu elektronu staru, istabas temperatūrā, TESCAN-VEGA LMU II skenējošā elektronu mikroskopa vakuuma kamerā. Apstarošana tika veikta punktu režīmā ar sekojošiem elektronu stara parametriem: paātrinātais spriegums  $U = 30$  kV, elektronu stara strāva  $I = 2$  pA, elektronu stara diametrs  $d = 14$  nm un apstarošanas laiks  $t$  katrā punktā tika mainīts 20–90 s robežās. Paraugu ķīmiskais sastāvs tika noteikts ar EXDS metodi skenējot  $20 \times 20$  mikronus lielu laukumu, izmantojot elektronu mikroskopam pievienoto rentgenstaru detektoru Oxford Instruments INCA x-act. Pēc apstarošanas, dubultslāņa virsmas profils tika izmērīts izmantojot atomspēku mikroskopu Park NX10 NC-AFM režīmā. Atomspēku mikroskopa zondes smailes diametrs bija 10 nm.

Pirmā eksperimenta rezultāti ir apkopoti 28. zīmējumā. AFM mērījumi parādīja, ka apstarotajos dubultslāņa virsmas punktos ir izveidojušās nanomēroga struktūras (skat. 28.a zīm.), kuras saucim par nanopunktiem un kuru izmērs ir atkarīgs no apstarošanas laika (skat. 28.b zīm.). Nanopunktu augstuma  $H$  un platuma pie pus-augstuma (*no angļu val.*, Width at Half-Height,  $WHH$ ) atkarība no elektronu stara pievadītās enerģijas dozas ir ilustrēta 28.c. zīmējumā. Elektronu stara doza  $D$  tika aprēķināta kā  $D = I \times U \times t$ , kur  $I$  ir elektronu stara strāva,  $U$  ir elektronu stara paātrinātais spriegums un  $t$  ir apstarošanas laiks. Kā redzams 28.c zīmējumā, elektronu stara dozu intervālā līdz 5,5  $\mu\text{J}$ , nanopunktu augstuma un  $WHH$  atkarība no elektronu stara dozas ir lineāra.

Otrā eksperimenta gaitā tika ieviestas vairākas izmaiņas. Pirmkārt, a- $\text{AsS}_2$  plānās kārtiņas biezums tika palielināts līdz 360 nm. Otrkārt, BK7 stikla pamatnes vietā tika izmantota kristāliska Si(111) pamatne, lai samazinātu parauga uzlādes efektus, kas tika novēroti pirmā eksperimenta gaitā. Treškārt, elektronu stara apstarošanas režīms tika nomainīts no punkta režīma uz rastra skenēšanas režīmu pa noteikta izmēra laukumu. Pirmā eksperimenta gaitā tika novērotas nelielas virsmas profila izmaiņas apgabalā, kur tika veikti EXDS mērījumi (elektronu stars veica rastra skenēšanu pa  $20 \times 20$  mikronus lielu laukumu). Šajā eksperimentā tika pētīts, kāda veida virsmas modifikācijas ir iespējams iegūt ar elektronu stara rastra skenēšanu pa virsmu. Elektronu stara parametri tika izmainīti, lai tie sakristu ar EDXS mērījumos izmantotajiem parametriem:  $U = 30$  kV,  $I = 300$  pA un  $d = 210$  nm. Apstarošanas laiks  $t$  tika mainīts robežās no 1 līdz 10 minūtēm. Rastra skenēšanas periods bija 1,5 sekundes. Apstaroto laukumu lielums tika mainīts robežās no 6,25 līdz 400  $\mu\text{m}^2$ . Ceturtkārt, šajā eksperimentā apstarošanas laikā tika veikti arī EDXS mērījumi lai reālā laikā novērotu izmaiņas parauga ķīmiskajā sastāvā.

Otrā eksperimenta rezultāti ir ilustrēti 29. un 30. zīmējumā. Rastra skenēšanas rezultātā apstarotais dubultslāņa virsmas laukums izplešas un izveido struktūru, ko šeit saucim par mikrokvadrātu (skat. 29.a. zīm.). Mikrokvadrāta vidus daļa ir samērā līdzena, bet gar tā malām, kas sakrīt ar apstarotā laukuma robežām, ir novērojami nelieli pacēlumi. Jāatzīmē, ka dažu mikronu attālumā ap mikrokvadrātu (ārpus apstarotā laukuma) arī ir novērojama plānās kārtiņas biezuma palielināšanās. Šajā eksperimentā tika novērots, ka mikrok-



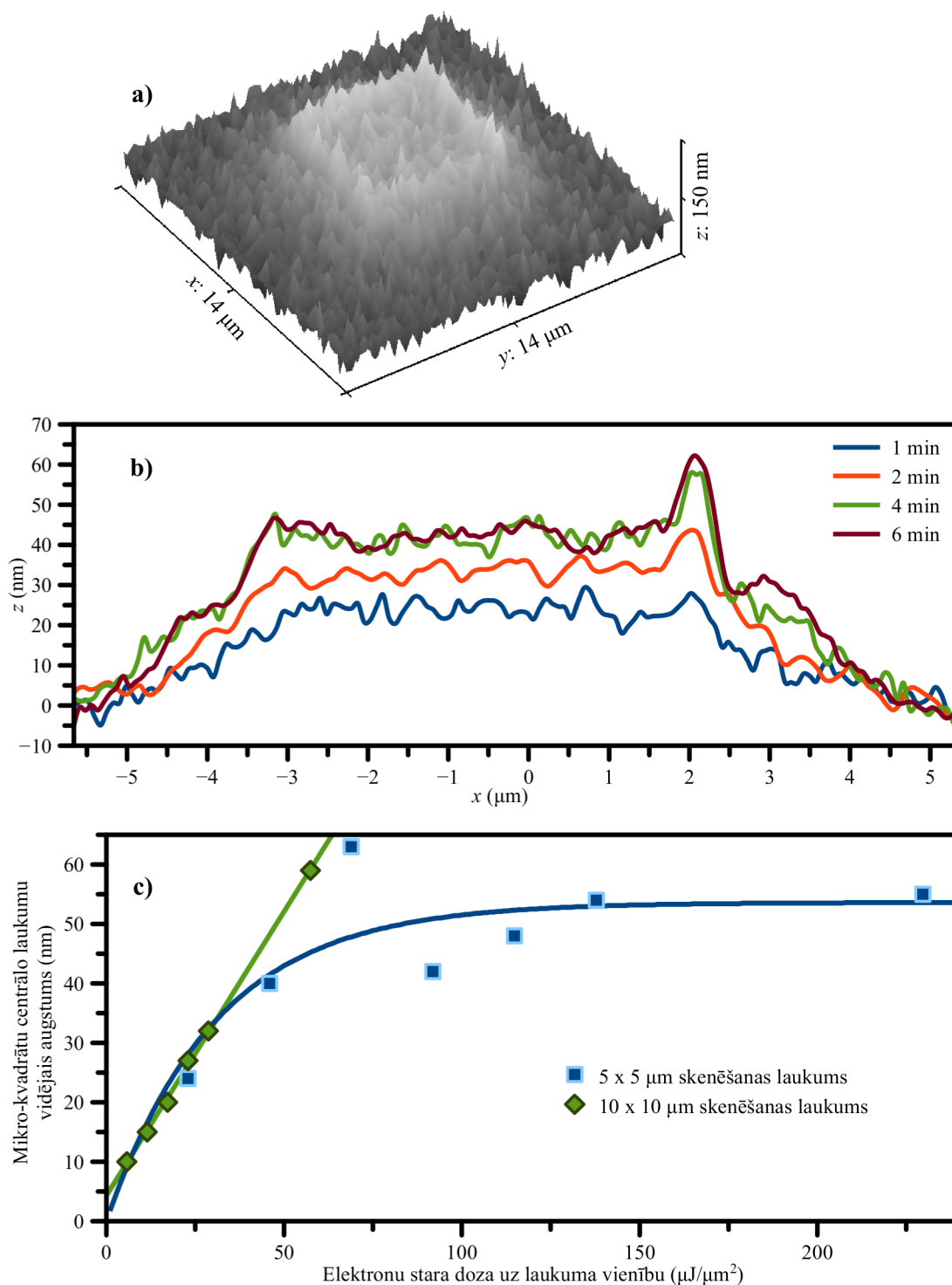
28. zīm.: a) Nanopunktu AFM mērijuma 3D attēls uz dubultslāņu sistēmas (BK7 stikla pamatne / Ag (400 nm) / a-AsS<sub>2</sub> (90 nm)) parauga virsmas. b) Nanopunktu AFM mērijumu šķērsriezumu salīdzinājums pēc apstarošanas laika. c) Nanopunktu augstuma un WHH atkarība no elektronu stara dozas.

vadrātu augstums var sasniegt piesātinājumu – pēc pietiekami ilga apstarošanas laika mikrokvadrātu virsmas augstums pārstāj pieaugt, kā tas ir redzams 29.b. zīmējumā. Mikrokvadrātiem, kuru virsma tika apstarota 1, 2 vai 4 minūtes ir pieaugošs virsmas augstums, kamēr 4 un 6 minūtes apstarotajiem mikrokvadrātiem virsmas augstums ir vienāds.

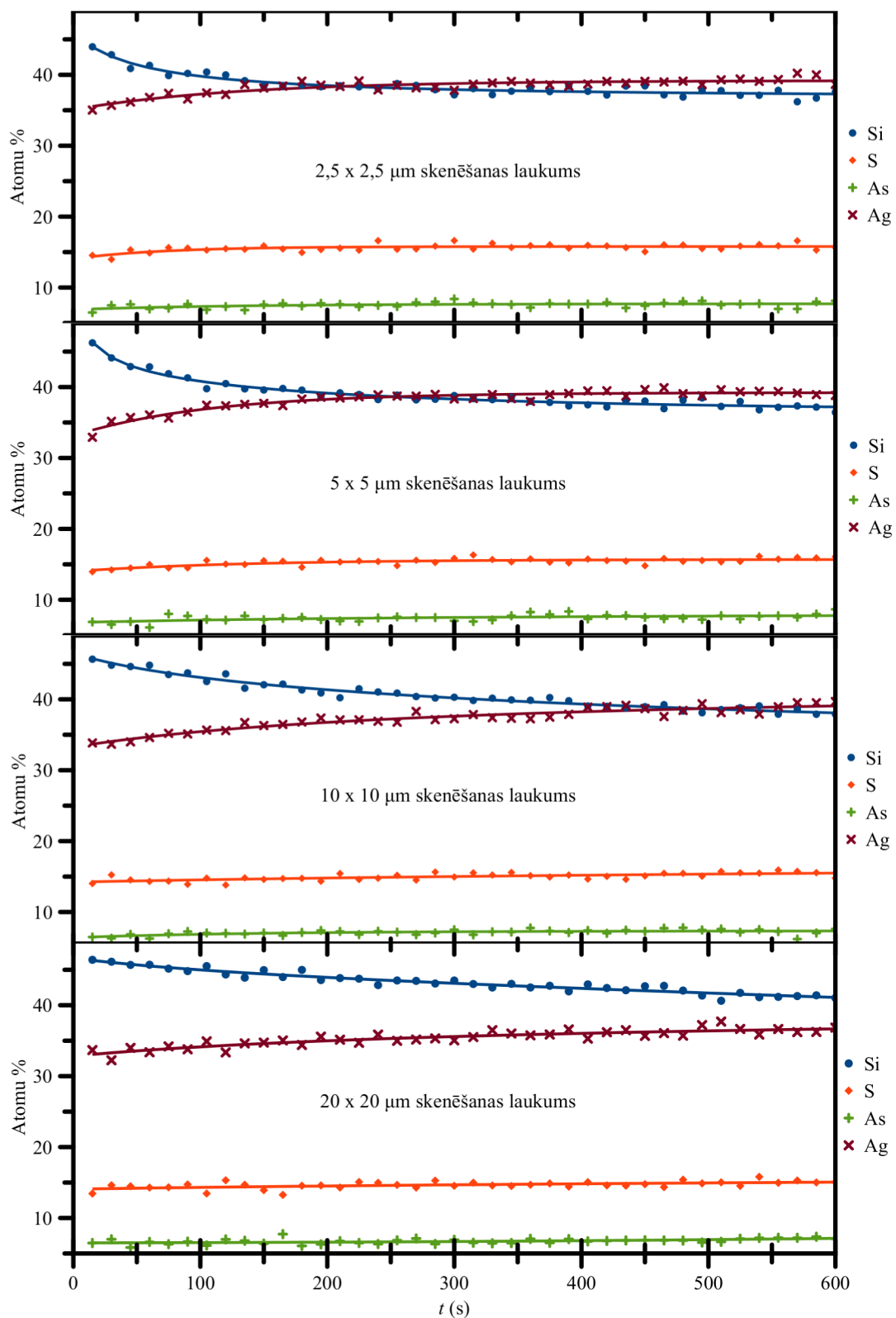
29.c. zīmējumā tiek salīdzināti dažādu izmēru ( $25$  un  $100 \mu\text{m}^2$ ) mikrokvadrātu virsmas augstuma atkarība no elektronu stara dozas uz laukuma vienību. Elektronu stara doza šajā eksperimentā tika regulēta mainot parauga apstarošanas laiku, bet elektronu stara strāva un paātrinošais spriegums tika uzturēti pie konstantas vērtības. Atšķirība apstarotā laukuma izmērā šeit ietekmē tikai elektronu stara jaudu uz laukuma vienību un maksimālo dozu uz laukuma vienību. Pie elektronu stara dozām uz laukuma vienību līdz  $50 \mu\text{J}/\mu\text{m}^2$  ievērojamas augstuma atšķirības starp abu veidu mikrokvadrātiem netika novērotas, kas ļauj secināt, ka mikrokvadrātu augstums nav atkarīgs no elektronu stara jaudas uz laukuma vienību (vismaz pie jaudām, kas tika izmantotas dotajā eksperimentā). Pie lielākām elektronu stara dozām, (virs  $50 \mu\text{J}/\mu\text{m}^2$ ) mikrokvadrātu virsmas laukums pārstāj palielināties, sasniedzot piesātinājumu.

30. zīmējumā ir parādīti EDXS dati reālā laikā no dažāda izmēra rastra skenēšanas laukumiem. Mazākajā skenēšanas laukumā ( $6,25 \mu\text{m}^2$ ) Ag signāla stiprums 10 minūtes ilgā apstarošanas laikā pieauga aptuveni par 5–7 atomu %. Si pamatnes signāla stiprums šajā laika periodā samazinājās par 6–8 atomu %, ko var skaidrot ar dubultslāņa biezuma palielināšanos. As un S signālu stiprums tajā pašā laikā palielinājās par aptuveni 1 atomu %. Palielinot parauga skenējamo laukumu, ķīmiskā sastāva izmaiņu ātrums samazinās, kas ļauj secināt, ka tas ir atkarīgs no elektronu stara jaudas uz laukuma vienību.

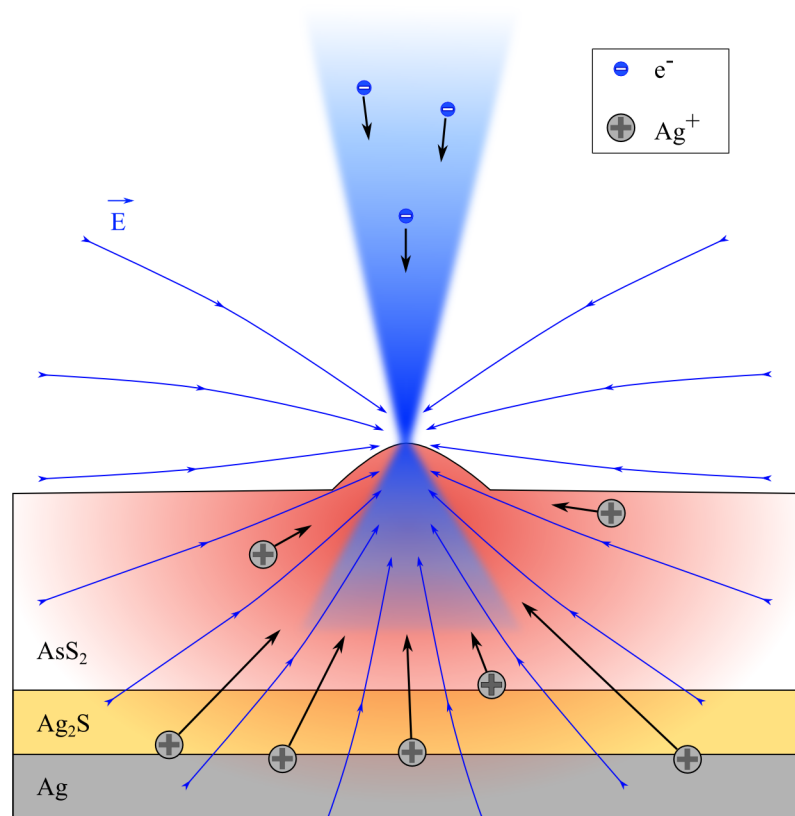
Darba autors uzskata, ka visticamāk, nanopunktu veidošanās dominējošais mehānisms a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņos ir saistīts ar pozitīvo Ag jonu pārvietošanos elektriskā lauka ietekmē, kas veidojas ap negatīvi lādētā elektronu stara fokusu, kā tas ir ilustrēts 31. zīmējumā. Starp a-AsS<sub>2</sub> un Ag slāņiem veidojas superjoniskā vadītāja Ag<sub>2</sub>S starpslānis, kuram piemīt ļoti augsta Ag jonu mobilitāte. Iespējams, ka elektronu stara izraisītie termiskie efekti arī dod pienesumu nanopunktu veidošanās procesā.



29. zīm.: a) Mikrokvadrāta AFM mērījuma 3D attēls uz dubultslāņu sistēmas (Si pamatne / Ag (400 nm) / a-AsS<sub>2</sub> (360 nm)) parauga virsmas pēc 5 min ilgas apstarošanas. b) Mikrokvadrātu AFM mērījumu šķērsgriezumu salīdzinājums dažādiem apstarošanas laikiem. c) Mikrokvadrātu vidējā augstuma atkarība no elektronu stara dozas uz laukuma vienību.



30. zīm.: EDXS dati par ķīmiskā sastāva izmaiņām paraugā rastra skenēšanas laikā. Parauga uzbūve – Si pamatne / Ag (400 nm) / a-AsS<sub>2</sub>(360 nm).



31. zīm.: Nanopunktu veidošanās modelis a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslānī fokusēta elektronu stara ietekmē.

## 4.2 Nanostruktūru modificēšana uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņu virsmām ar C-AFM metodi

Šī pētījuma mērķis bija izpētīt elektronu stara un a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņu mijiedarbības mehānismus, veicot C-AFM mērījumus apstarotajos dubultslāņa virsmas apgabalos. Ja punktu režīma apstarošanas rezultātā iegūtie nanopunkti pamatā sastāv no Ag<sup>+</sup> joniem, tad C-AFM mērījumos bija sagaidāms novērot paaugstinātu elektrisko vadāmību apstarotajos dubultslāņa punktos.

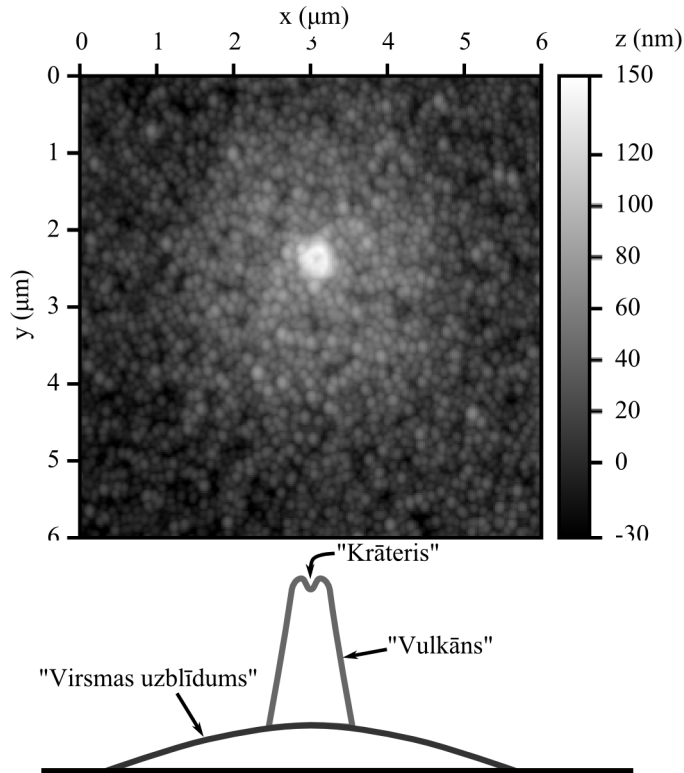
Dubultslāņu paraugs tika sagatavots analogiski iepriekšējā pētījuma otrajam eksperimentam. Uz Si pamatnes tika uzputināts 400 nm biezs Ag slānis. Pēc tam, uz Ag slāņa virsmas tika uzputināts 360 nm biezs a-AsS<sub>2</sub> slānis. a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa paraugs tika apstarots elektronu mikroskopā TESCAN-VEGA LMU II divos režīmos – punktu un rastra skenēšanas režīmā. Elektronu stara paātrinātais spriegums  $U$  visos gadījumos bija vienāds ar 30 kV. Punktu režīmā 6 punkti tika apstaroti ar dažādām elektronu stara strāvas vērtībām, attālums starp apstarotajiem punktiem bija vismaz 10 μm, apstarošanas laiks  $t$  visiem punktiem bija vienāds ar 320 s. Elektronu stara strāvai  $I$  un stara diametram  $d$  maksimālās izmantotās vērtības attiecīgi bija 39 pA un 80 nm. Rastra skenēšanas režīmā viens parauga apgabals ( $2,5 \times 2,5$  μm) 600 s tika skenēts ar elektronu staru, kura strāvas un diametra vērtības attiecīgi bija 44 pA un 79 nm.

Pēc apstarošanas ar elektronu staru, a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa parauga virsma tika skenēta ar C-AFM metodi Park NX10 atomspēku mikroskopā. Pieliktais spriegums tika uzskatīts par pozitīvu, ja negatīvais lādiņš tika pielikts AFM zondei. Zondes diametrs bija aptuveni 10 nm. Maksimālais strāvas stiprums starp zondi un paraugu bija ierobežots līdz 10 nA. Skenēšanas frekvence uz vienu līniju (abos virzienos) bija 0,7 Hz un vienā skenēšanas reize tika skenētas 256 līnijas.

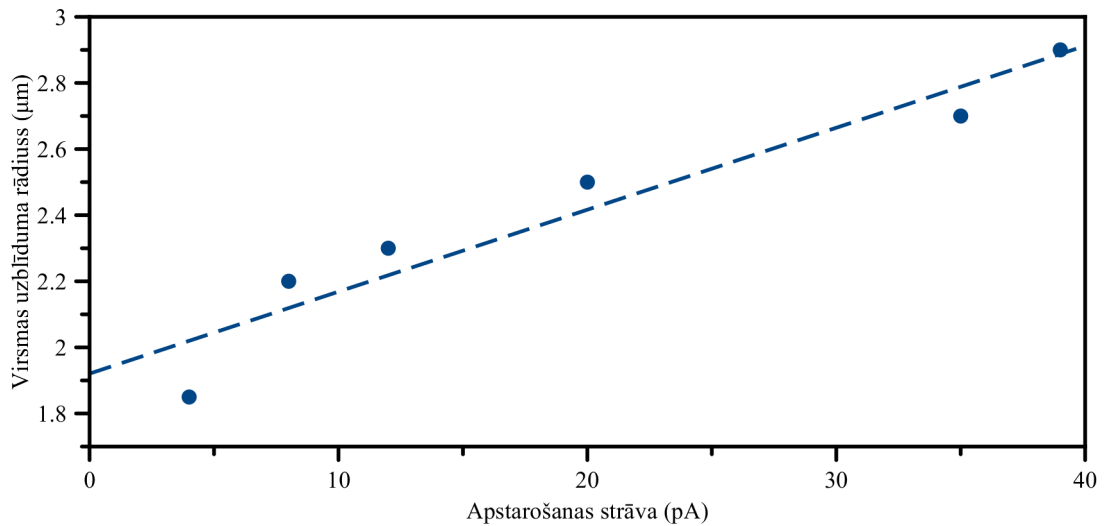
Punktu režīmā apstaroto apgabalu AFM mērījumi parādīja, ka uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas apstarotajiem punktiem ir izveidojušās struktūras, kuru formu šeit sauksim par vulkāna formu (skat. 32. zīm.). Atšķirībā no iepriekšējā pētījuma pirmā eksperimenta, kur punktu apstarošanas režīmā tika iegūti nanopunkti, šeit nanopunktu virsotnē ir izveidojies krāteris, ko varētu saistīt palielinātu elektronu stara strāvas stiprumu. Vēl viena atšķirība ir novērojama uzblīdušajā dubultslāņa virsmā 2–2,5 μm rādiusā ap apstaroto dubultslāņa virsmas punktu. Līdzīgs virsmas uzblīdums tika novērots ap iepriekšējā pētījumā iegūtajiem mikro-kvadrātiem. Starp virsmas uzblīduma diametru un elektronu stara strāvas vērtību tika novērota pozitīva korelācija (skat. 33. zīm.), bet vulkāna formu augstums neuzrādīja ievērojamas atšķirības atkarībā no elektronu stara strāvas vērtības.

C-AFM mērījumi tika uzsākti vairākkārt skenējot vienu no apstarotajiem parauga punktiem ar pakāpeniski pieaugošu pielikto spriegumu. Šo mērījumu rezultāti ir attēloti 34. zīmējumā. Mērījumos līdz 3V pieliktajam spriegumam, vulkāna virsotnē/krāterī tika novērota elektriskā strāva pA mērogā (skat. 34.c zīm.). Negaidītā kārtā, vāja elektriskā strāva fA mērogā tika novērota 1–2 μm attālumā no vulkāna formas centra, kas atbilst virsmas uzblīduma apgabalam (skat. 34.d zīm.). Šis elektriski vadošais virsmas apgabals veido gredzena formu ap vulkāna struktūru. Turpmāk tekstā šādi apgabali tiks saukti par „konduktīvajiem gredzeniem”. Palielinot pielikto spriegumu līdz 3,6 V, ievērojami palielinājās arī





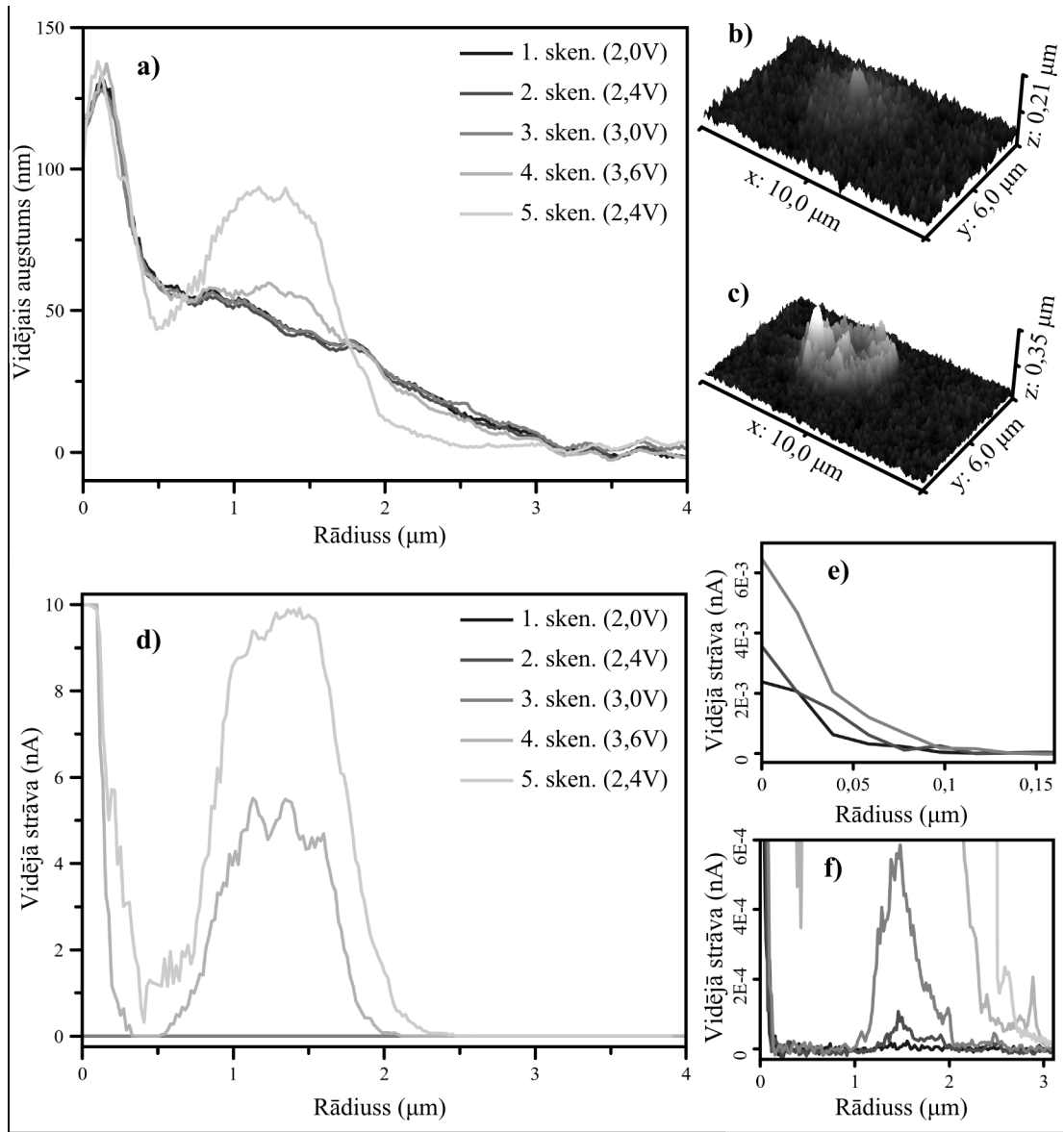
32. zīm.: a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas apstarotā punkta AFM attēls (augšā) un tā šķērsriezuma shēma (apakšā). Elektronu stara strāva un diametrs attiecīgi bija 20 pA un 60 nm.



33. zīm.: Elektronu stara strāvas un virsmas uzblīduma rādiusa attiecības grafiks.

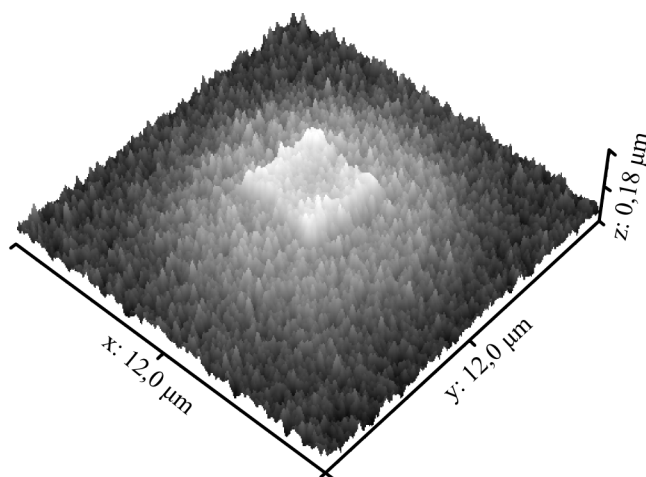
strāvas stiprums, kas sasniedza nA mērogu. Vulkāna virsotnē strāvas stiprums sasniedza 10 nA limitu (skat. 34.b zīm.). Konduktīvā gredzena apgabalā šajā mērījumā tika novērota arī neliela virsmas profila augstuma palielināšanās (skat. 34.a zīm.), kā arī konduktīvā gredzena rādiusu intervāls izpletās līdz 0,5–3 μm. Nākošajā mērījumā pieliktais spriegums tika samazināts par pāris soļiem (līdz 2,4

V) lai salīdzinātu strāvas vērtības ar otro skenēšanas reizi. Konduktīvā gredzena apgabalā palielinājās strāvas stiprums (daudzviet sasniedzot 10 nA limitu) un tika novērota papildus virsmas profila augstuma palielināšanās/deformācija.



34. zīm.: C-AFM attēli no pirmā uz a-As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/Ag dubultslāņa virsmas skenētā punkta. Elektronu stara strāva un stara diametrs apstarošanas laikā attiecīgi bija 12 pA un 60 nm. (a) Virsmas augstuma radiālie profili. (b,c) Virsmas 3D AFM attēli, respektīvi pēc 1. un 5. skenēšanas reizes. (d) Strāvas mērījumu radiālie profili pilnā mērogā. (e,f) Strāvas mērījumu radiālo profili pA mērogā, respektīvi vulkāna un virsmas uzblīduma apgabalos.

Rastra skenēšanas režīmā apstarotajā apgabalā uz a-As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/Ag dubultslāņa virsmas, līdzīgi kā iepriekšējā apakšnodalā aprakstītajos rezultātos, izveidojās mikro-kvadrāts — 30–60 nm augsta kvadrāta-formas struktūra uz 50–60 nm augsta un 10–11 μm plata virsmas uzblīduma (skat. 35. zīm.). Šajā pētījumā iegūtais mikro-kvadrāts tika pētīts ar C-AFM un EDXS metodēm.



35. zīm.: a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas rastra skenētā apgabala 3D AFM attēls.

Mikro-kvadrāta C-AFM mērījumu rezultāti ir apkopoti 36. un 37. zīmējumos. Pirmajās skenēšanas reizēs, līdz 2V spriegumam, netika novērotas nekādas virsmas augstuma izmaiņas. Dažos punktos tika novēroti nelieli elektriskās strāvas uzplaisnījumi, bet to stiprums nepārsniedza 1,5 pA. 4. skenēšanas reizē (ar 3 V spriegumu) tika novērota konduktīvā gredzena veidošanās rādiusu intervālā 2,8–3,6 μm ap mikro-kvadrāta centru (skat. 36.d zīm.). Lielākajā daļā no konduktīvā gredzena laukuma strāvas stiprums bija 20–100 pA apgabalā, bet dažos punktos tas sasniedza maksimālo 10 nA robežu. Konduktīvā gredzena apgabalā tika novērota arī virsmas profila augstuma palielināšanās — 3,15 μm rādiusā ap mikro-kvadrāta centru virsmas profila vidējais augstums palielinājās par 10 nm. 5. skenēšanas reizē pieliktā sprieguma vērtība tika atstāta nemainīga (3 V). Lielākajā daļā no konduktīvā gredzena laukuma strāvas stiprums sasniedza 10 nA robežu un vidējā profila augstuma pieaugums sasniedza 35 nm (skat. 37.a zīm.). Pēdējās 3 skenēšanas reizēs tika nomainīts sprieguma virziens (-10 V) lai pārbaudītu vai virsmas profila augstuma palielināšanos ir iespējams revertēt. 6. skenēšanas reizē strāvas stiprums konduktīvajā gredzenā bija aptuveni -20 līdz -30 pA, atskaitot dažus nelielus apgabalus, kur strāvas stiprums sasniedza -9,7 nA. Struktūras, kuras bija izveidojušās uz konduktīvā gredzena virsmas, pilnībā izzuda šī mērījuma laikā. 7. skenēšanas reizē vidējā strāvas vērtība samazinājās līdz aptuveni -0,5 pA, atskaitot dažus pīķus līdz -180 pA. 8. skenēšanas reizē konduktīvais gredzens izzuda pilnībā — strāvas stiprums lielākajā daļā no konduktīvā gredzena laukuma sasniedza trokšņa līmeni, bet dažos punktos elektriskā vadāmība saglabājās — dažos punktos tika novēroti strāvas pīķi, kas sasniedza -5,27 nA vērtību. 7. un 8. skenēšanas reizē netika novērotas nekādas virsmas profila augstuma izmaiņas.

Mikro-kvadrāta EDXS mērījumu rezultāti ir apkopoti 8. tabulā. Si signāls no parauga pamatnes tika izslēgts no rezultātiem. Salīdzinot ar kontroles mērījumiem, kas tika veikti tālu prom no apstarotajiem apgabaliem, mikro-kvadrāta centrā un uz virsmas uzblīduma/konduktīvā gredzena tika novērots attiecīgi par 2,55% un 4,60% stiprāks Ag signāls.

Konduktīvā gredzena klātbūtne tika novērota arī visos pārējos apstarotajos a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas punktos. Tomēr pēdējā C-AFM apstarotā pun-

Mērījuma vieta	Ag (atomu%)	As (atomu%)	S (atomu%)
Mikro-kvadrāta centrs	61,12±0,70	13,56±0,32	25,32±0,50
Virsmas uzblīduma laukums (~3 μm rādiusā no mikro- kvadrāta centra)	62,34±0,45	13,13±0,40	24,54±0,34
Kontroles mērījumi	59,60±0,52	14,17±0,42	26,24±0,34

8. tabula: a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas rastra skenētā apgabala EDXS mērījumu rezultāti. Kļūdu intervāli tika aprēķināti 99,5% konfidences intervālā.

kta mērījumā tika novērota ievērojami augstāka virsmas elektriskā vadāmība un virsmas profila augstuma izmaiņas. Salīdzinājuma dēļ, iepriekšpēdējā un pēdējā C-AFM apstaroto punktu mērījumu rezultāti ir prezentēti respektīvi 38. un 39. zīmējumos. Abos mērījumos pirmā skenēšanas reize tika veikta bez pieliktā sprieguma, pēc kā paraugs divas reizes tika skenēts ar 2,4 V pielikto spriegumu.

Iepriekšpēdējā C-AFM mērījumā, 2. skenēšanas reizē tika novērots ~0,2 μm plats konduktīvais gredzens ar vidējo strāvu 50–100 pA robežās (skat. 38.f zīm.), kā arī ~10 pA augsts strāvas pīķis vulkāna krāterī (skat. 38.e zīm.). Virsmas profila augstuma izmaiņas 2. skenēšanas reizē netika novērotas. 3. skenēšanas reizē konduktīvā gredzena platums palielinājās līdz ~0,8 μm un vidējās strāvas vērtība sasniedza ~3,5 nA (skat. 38.d zīm.). Jāatzīmē, ka daudzās konduktīvā gredzena vietās strāvas vērtība sasniedza 10 nA limitu. 3. skenēšanas reizē tika novērota arī virsmas profila augstuma palielināšanās konduktīvā gredzena reģionā (vidēji par ~20 nm) un vulkāna krāterī (līdz 53 nm) (skat. 38.a zīm.). Strāvas stiprums vulkāna krāterī palielinājās līdz 37 pA.

Pēdējā C-AFM mērījumā, 2. skenēšanas reizē tika novērots ~0,7 μm plats konduktīvais gredzens ar vidējo strāvu 2–2,9 nA robežās (skat. 39.d zīm.). 2. skenēšanas reizē jau tika novērota neliela virsmas profila deformācija konduktīvā gredzena reģionā, kur virsmas augstums pieauga par aptuveni 6 nm. 3. skenēšanas reizē konduktīvā gredzena platums palielinājās līdz ~2 μm un vidējās strāvas vērtība sasniedza ~9 nA. Jāatzīmē, ka lielākajā daļā no konduktīvā gredzena laukuma strāvas vērtība sasniedza 10 nA limitu. 3. skenēšanas reizē tika novērota masīva virsmas profila augstuma palielināšanās konduktīvā gredzena reģionā (vidēji par ~215 nm) (skat. 39.a zīm.) un maksimālais jaunizveidotās struktūras augstums (ieskaitot virsmas uzblīdumu) sasniedza 540 nm (skat. 39.c zīm.). Šajā mērījumā vulkāna krāterī elektriskā strāva vai virsmas profila paaugstināšanās netika novērota.

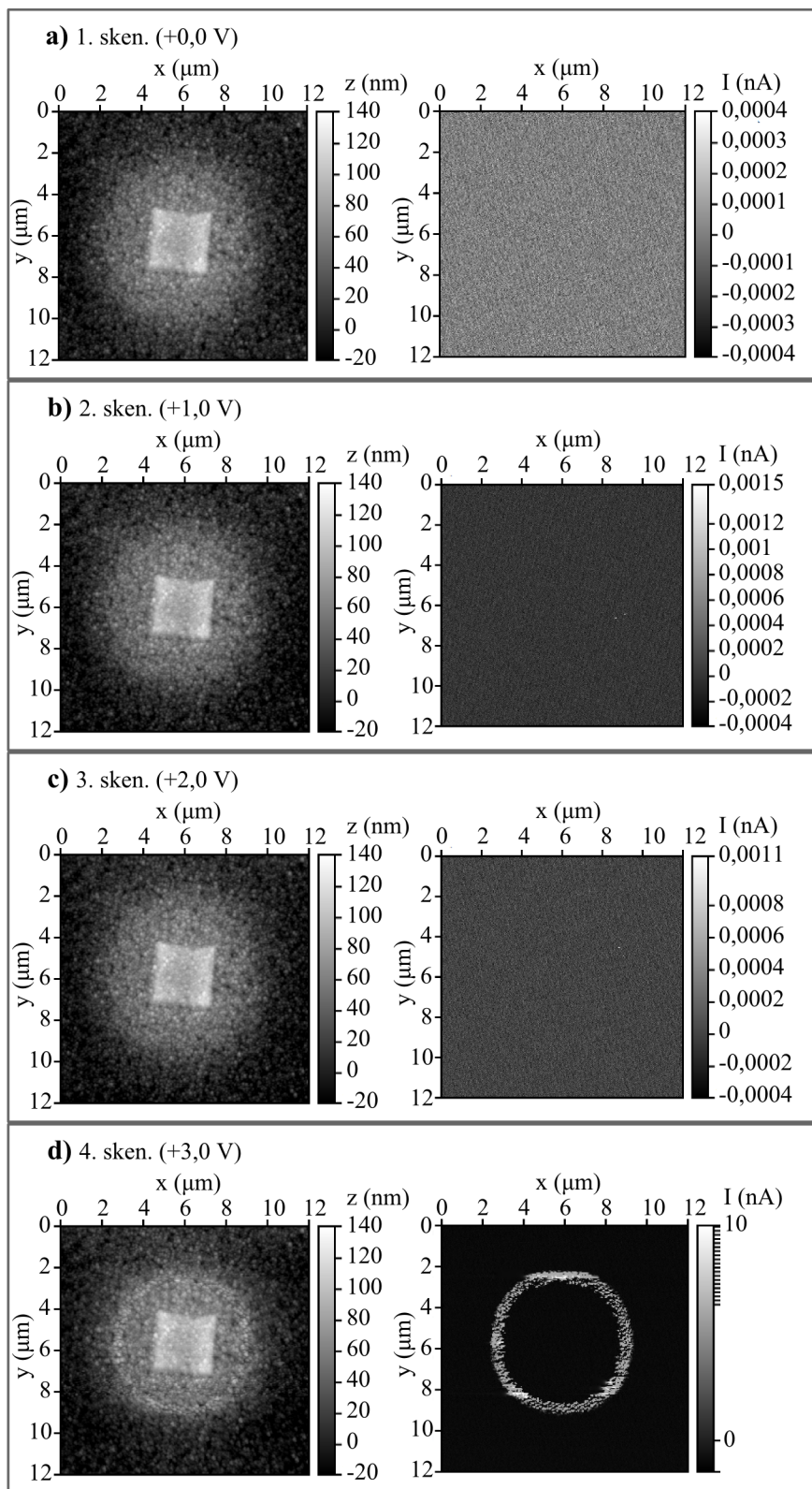
No 34., 38. un 39. zīmējumiem ir redzams, ka vēlāk skenētajiem virsmas punktiem ir augstāka elektriskā vadāmība un izteiktākas virsmas augstuma izmaiņas pie līdzīga pieliktā sprieguma, bet te netika novērota korelācija ar apstarošanas laikā izmantotā elektronu stara strāvas vērtību. Darba autors uzskata, ka visticamākais skaidrojums šeit būtu AFM sistēmā iebūvētās LED gaismas diodes ietekme uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmu. a-AsS<sub>2</sub>/Ag sistēmas ir jutīgas pret gaismu, kas var izraisīt Ag jonu difūziju a-AsS<sub>2</sub> slānī. Te būtu noderīgi atcerēties, ka starp Ag un ar sēru bagāta halkogenīda (piem. a-AsS<sub>2</sub>) slāņiem veidojas Ag<sub>2</sub>S starpslānis [156][121] un Ag<sub>2</sub>S ir superjonisks vadītājs [154][155]. Ag jonu

difūzija elektromagnētiskā starojuma ietekmē un  $\text{Ag}_2\text{S}$  starpslāņa biezuma palielināšanās varētu izskaidrot, kāpēc parauga jutība pret elektrisko lauku pakāpeniski pieauga.

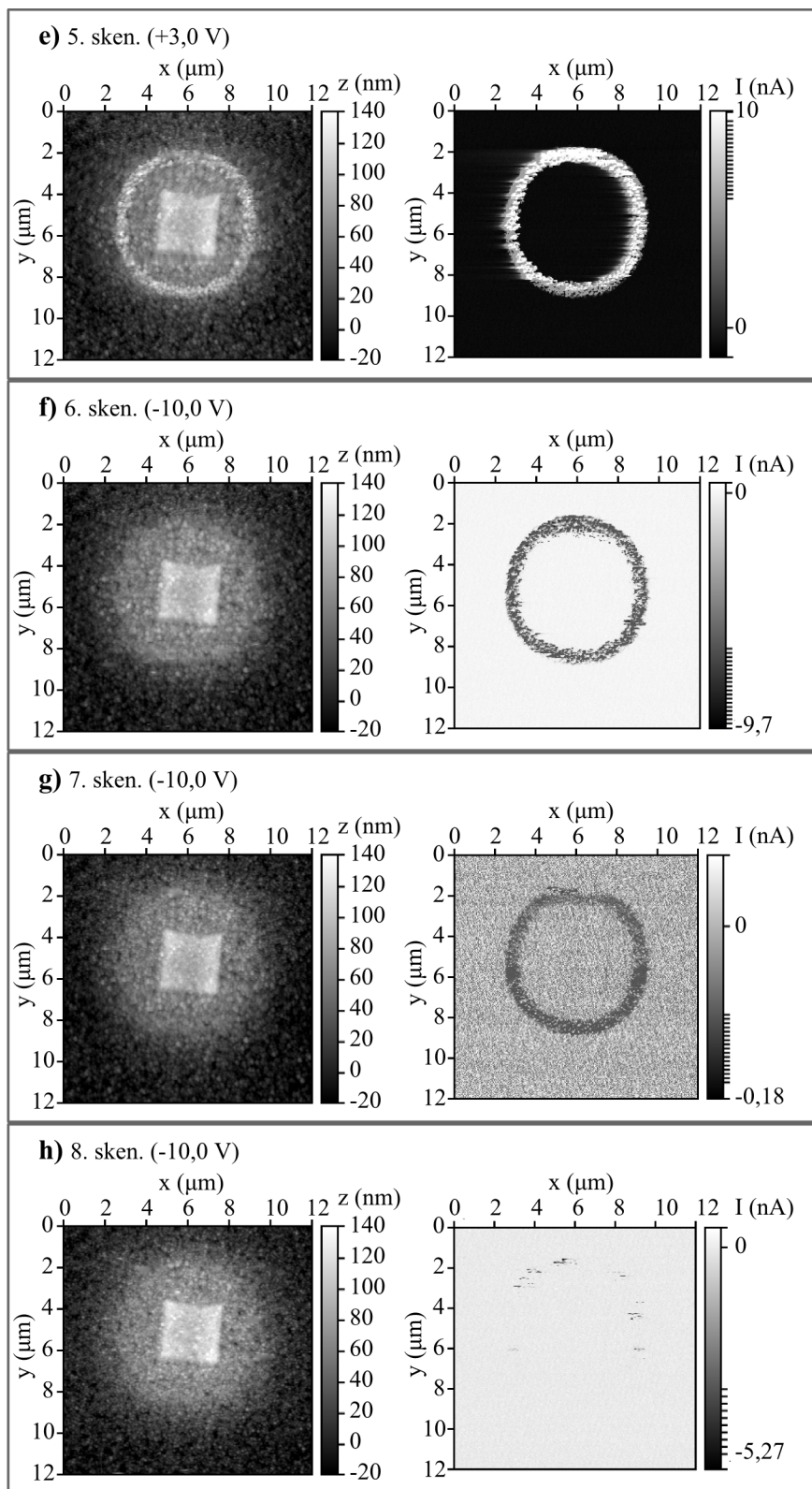
Šajā pētījumā iegūto nanostruktūru uzbūve izrādījās sarežģītāka nekā tas sākumā tika gaidīts. Darba autors uzskata, ka iegūto nanostruktūru uzbūves sarežģītība norāda uz to, ka elektronu stara un  $a\text{-AsS}_2/\text{Ag}$  dubultslāņa mijiedarbībā piedalās vairāki mijiedarbības mehānismi. Viens no šiem mijiedarbības mehānismiem ir Ag jonu pārvietošanās amorfā halkogenīda matricā elektronu stara radīta elektriskā lauka ietekmē. Šāda mehānisma klātbūtnei par labu runā vulkāna krāterī novērotā elektriskā vadāmība.

Virsmas elektriskās vadāmības paaugstināšanās noteiktā rādiusu intervālā ap apstaroto punktu bija visnotaļ negaidīts novērojums. Ir salīdzinoši skaidrs, ka vadāmības gredzeni veidojas Ag jonu pārvietošanās rezultātā prom no elektronu stara, bet šīs pārvietošanās mehānismi pagaidām nav pilnīgi skaidri. Darba autors izskatīja variantu par Ag jonu termisku difūziju virzienā prom no elektronu stara un pēc 1 vienādojuma novērtēja elektronu stara izraisītās parauga sasilšanas augšējo robežu. Aprēķinos tika izmantota augstākā no eksperimentos izmantotajām elektronu stara jaudām  $P = 30 \text{ kV} \times 39 \text{ pA}$  un tai atbilstošais elektronu stara rādiuss  $r = 40 \text{ nm}$ .  $a\text{-AsS}_2$  plānās kārtiņas siltumvadāmības koeficients nav precīzi zināms, bet zinātnieku grupa no Korejas ir ziņojusi par  $\text{As}_2\text{S}_3$  plāno kārtiņu siltumvadāmības koeficientu vērtībām  $0,14\text{--}0,47 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  robežās [228]. Aprēķinos tika izmantota zemākā no siltumvadāmības vērtībām  $\lambda = 0,14 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Ievietojot skaitļus 1 vienādojumā, tika iegūts, ka saskaņā ar klasisko siltumvadāmības teoriju, temperatūras paaugstināšanās elektronu stara apstarošanas punktā nevar pārsniegt  $\Delta T = 33,3 \text{ K}$ . Darba autors uzskata, ka ticamāks Ag jonu pārvietošanās skaidrojums varētu būt sadursmes ar elektronu stara primārajiem un sekundārajiem elektroniem. 40. zīmējumā ir attēlotas simulētās elektronu trajektorijas  $a\text{-AsS}_2/\text{Ag}$  dubultslānī, kas liecina, ka elektroni ar enerģiju virs  $50 \text{ eV}$  mijiedarbojas ar dubultslāni tilpumā līdz  $4\text{--}5 \mu\text{m}$  attālumam no elektronu stara krišanas punkta. Šīs elektronu-Ag jonu mijiedarbības pagaidām apzīmēsim ar terminu “termiskie efekti”. Pagaidām nevar izslēgt arī varbūtību par lādētu reģionu veidošanos dubultslāņa iekšienē, kas varētu ietekmēt Ag jonu kustību.

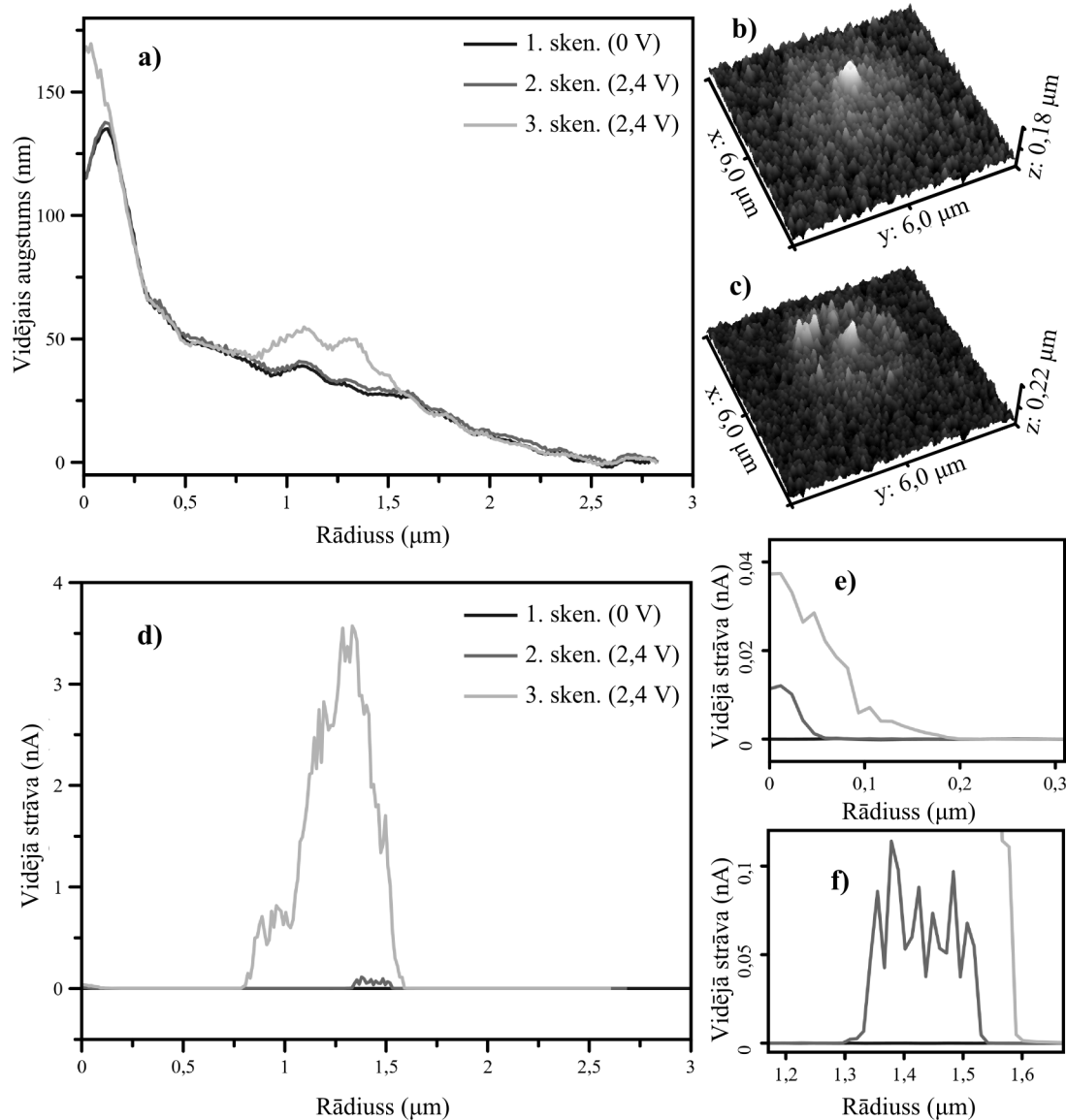
Vulkāna formas struktūru un ap tām novēroto uzblīdumu veidošanos elektronu stara ietekmē varētu skaidrot arī ar halkogenīda uzlādes un elektrostatiskās atgrūšanās efektiem tandēmā ar augstas enerģijas elektronu izraisītu ķīmisko saišu pārraušanu, kas padara halkogenīdu mīkstāku un vieglāk deformējamu. Līdzīgi efekti elektronu stara ietekmē agrāk ir bijuši novēroti Ge-As-Se plānajās kārtiņās [23] un Se/ $\text{As}_2\text{S}_3$  dubultslāņos [229]. Dubultslāņa virsmas profila izmaiņas C-AFM mērījumu laikā var izskaidrot ar  $\text{Ag}^+$  jonu pievilkšanos negatīvi lādētajai C-AFM zondes smailei un Ag depoziņu veidošanos uz dubultslāņa virsmas. Zinātniskajā literatūrā jau ir atrodama informācija par to, ka no  $\text{Ag}_2\text{S}$  ar elektriskā lauka palīdzību ir iespējams izvilkt Ag depoziņus [154][155]. Ir ļoti iespējams, ka C-AFM mērījumu laikā  $\text{Ag}_2\text{S}$  starpslānī veidojas Ag filamenti, līdzīgi kā tas ir ticis novērots Cu/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  dubultslāņos [230][231]. Darba autora piedāvātais nanostruktūru veidošanās modelis uz  $a\text{-AsS}_2/\text{Ag}$  dubultslāņa virsmas elektronu stara un C-AFM mērījumu ietekmē ir ilustrēts 41. zīmējumā.



36. zīm.: Pirmie 4 mērījumi no a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas rastra skenētā apgabala C-AFM mērījumu rezultātiem par virsmas augstumu  $z(x,y)$  un elektriskās strāvas stiprumu  $I(x,y)$ . (a–d) Skenēšanas reizes ar pakāpeniski pieaugošu spriegumu.

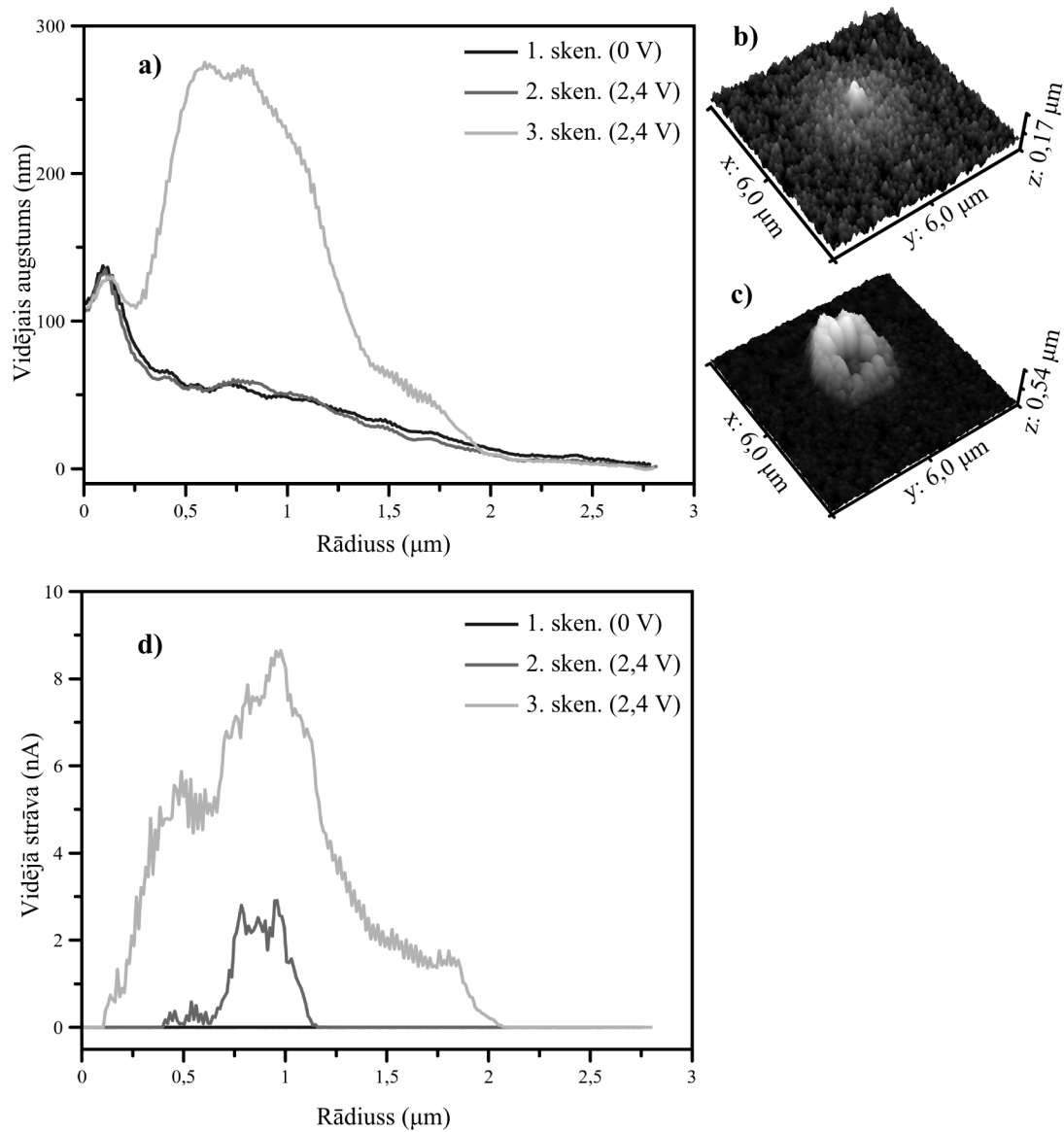


37. zīm.: Pēdējie 4 mērījumi no  $\alpha$ -AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas rastra skenētā apgabala C-AFM mērījumu rezultātiem par virsmas augstumu  $z(x,y)$  un elektriskās strāvas stiprumu  $I(x,y)$ . (a) Skenēšanas reize ar maksimālo spriegumu. (b–d) Skenēšanas reizes ar pretēji pieliktu/negatīvu spriegumu.

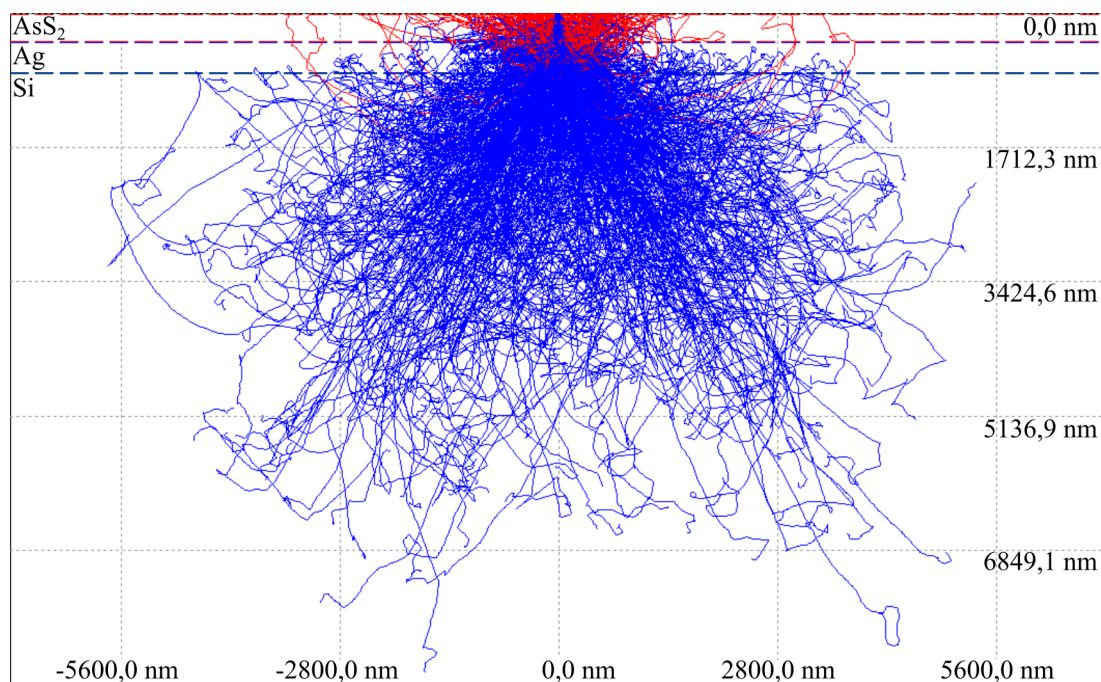


38. zīm.: C-AFM attēli no iepriekšpēdējā uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas skenētā punkta. Elektronu stara strāva un stara diametrs apstarošanas laikā attiecīgi bija 20 pA un 60 nm. (a) Virsmas augstuma radiālie profili. (b,c) Virsmas 3D AFM attēli, respektīvi pēc 1. un 3. skenēšanas reizes. (d) Strāvas mērījumu radiālie profili pilnā mērogā. (e,f) Strāvas mērījumu radiālo profili pA mērogā, respektīvi vulkāna un virsmas uzblīduma apgabalos.

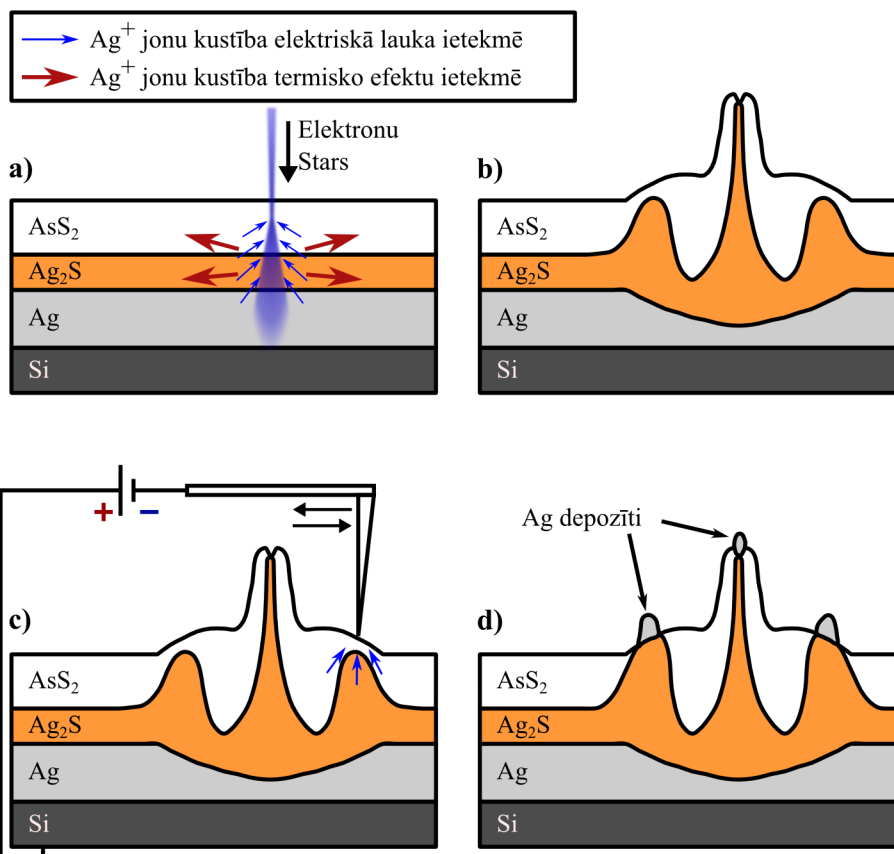




39. zīm.: C-AFM attēli no pēdējā uz a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa virsmas skenētā punkta. Elektronu stara strāva un stara diametrs apstarošanas laikā attiecīgi bija 8 pA un 47 nm. (a) Virsmas augstuma radiālie profili. (b,c) Virsmas 3D AFM attēli, respektīvi pēc 1. un 3. skenēšanas reizes. (d) Strāvas mērījumu radiālie profili pilnā mērogā.



40. zīm.: Monte Karlo simulācija elektronu izkliedei a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslānī. Elektronu stara un parauga simulācijas parametri atbilst eksperimentos izmantotajiem parametriem. Zilās līnijas apzīmē elektronu trajektorijas enerģiju intervālā 0,05–30 keV. Sarkanās līnijas apzīmē atpakaļ-atstaroto elektronu trajektorijas.

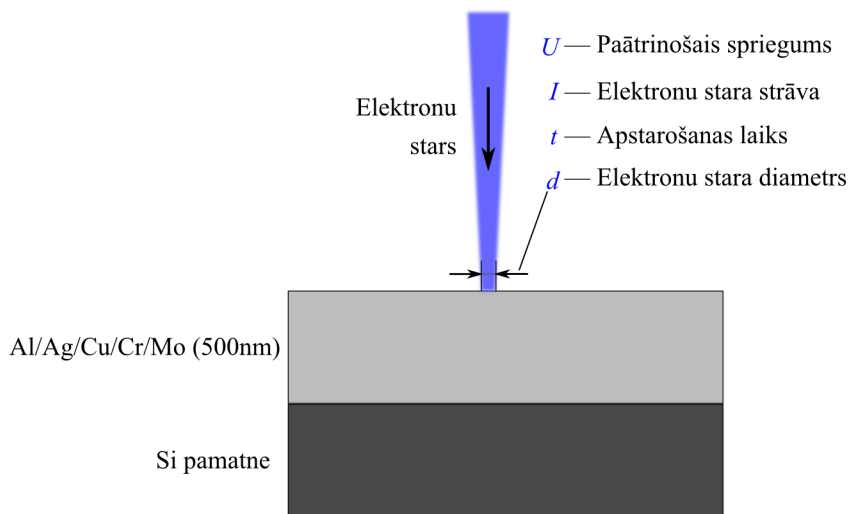


41. zīm.: a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslāņa (ar Ag<sub>2</sub>S starpslāni) un elektronu stara/C-AFM mijiedarbības piedāvātā modeļa shēma. a) Ag jonu pārvietošanās elektriskā lauka un siltuma gradienta ietekmē elektronu stara apstarošanas laikā. b) a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslānis pēc apstarošanas ar elektronu staru. c) Ag jonu pārvietošanās elektriskā lauka ietekmē C-AFM mērījumu laikā. d) a-AsS<sub>2</sub>/Ag dubultslānis pēc C-AFM mērījumiem.

### 4.3 Nanostruktūru veidošana uz dažādu metālu virsmām ar fokusētu elektronu staru

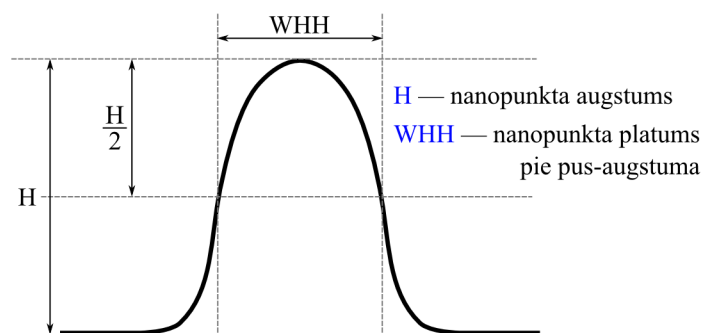
Iepriekš aprakstītajos pētījumos pamatā tika pētītas metodes, kas ar fokusēta elektronu stara palīdzību ļauj tiešā veidā audzēt nanostruktūras uz metāla (Ag) un amorfā halkogenīda ( $\text{AsS}_2$ ) dubultslāņa virsmas. Vienā no šo pētījumu eksperimentiem tika veikts mēģinājums ar fokusētu elektronu staru apstarot tīru Ag plānās kārtiņas virsmu bez amorfā halkogenīda virsslāņa. Tā rezultātā tika konstatēts, ka ar fokusētu elektronu staru ir iespējams audzēt nanostruktūras arī uz tīras Ag plānās kārtiņas virsmas. Šajā pētījumā uz dažādu metālu plāno kārtiņu virsmām tika sistemātiski pētīts, kā elektronu stara parametri ietekmē izaudzēto nanostruktūru formu un izmērus.

500 nm biezas Ag, Al, Cr, Cu un Mo plānās kārtiņas tika uzputinātas uz Si(111) pamatnēm ar DC magnetronu izputināšanas metodi Kurt Lesker Lab18 uzputināšanas sistēmā. Plāno kārtiņu apstarošana ar elektronu staru tika veikta punktu režīmā un istabas temperatūrā Tescan VEGA II LMU skenējošajā elektronu mikroskopā. Analogiski iepriekšējiem pētījumiem, kontrolētie elektronu stara parametri bija paātrinātais spriegums  $U$ , elektronu stara strāva  $I$ , elektronu stara diametrs  $d$  un apstarošanas laiks  $t$ . Enerģijas doza  $D$ , kas tika pievadīta katram apstarotajam punktam, tika aprēķināta kā  $D = U \times I \times t$ . Visos šī pētījuma eksperimentos  $U$  bija vienāds ar 30 kV un  $t$  bija robežās no 10 līdz 120 s.  $I$  bija robežās no 6 līdz 17 pA un  $d$  (kā funkcija no  $I$ ) bija robežās no 14 līdz 20 nm. Paraugu uzbūve un eksperimenta shēma ir ilustrēta 42. zīmējumā



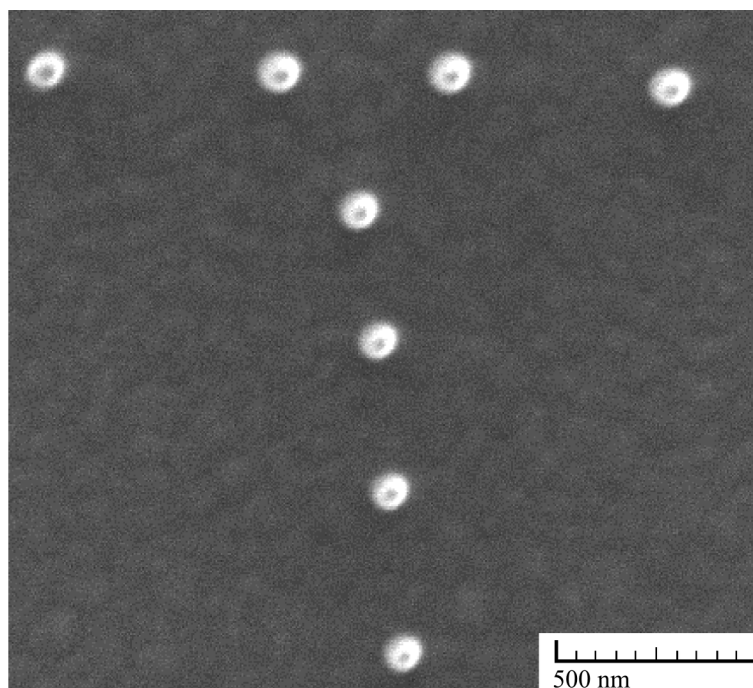
42. zīm.: Plāno kārtiņu paraugu uzbūves un elektronu stara apstarošanas procedūras shēma.

Pēc apstarošanas elektronu mikroskopā uz plāno kārtiņu virsmām tika veikti AFM mērījumi ar Park NX10 iekārtu NC-AFM režīmā. Apstarotajos punktos izaudzētajām nanostruktūrām (nanopunktiem) galvenie mērītie parametri (skat.43. zīm.) bija  $H$  un  $WHH$ . Nanopunktu platums pie pamatnes netika mērīts, jo nanopunktu pamatnēm bija nogāzes forma un tām bija grūti viennozīmīgi noteikt robežu.



43. zīm.: AFM mērījumos noteiktie nanopunktu parametri.

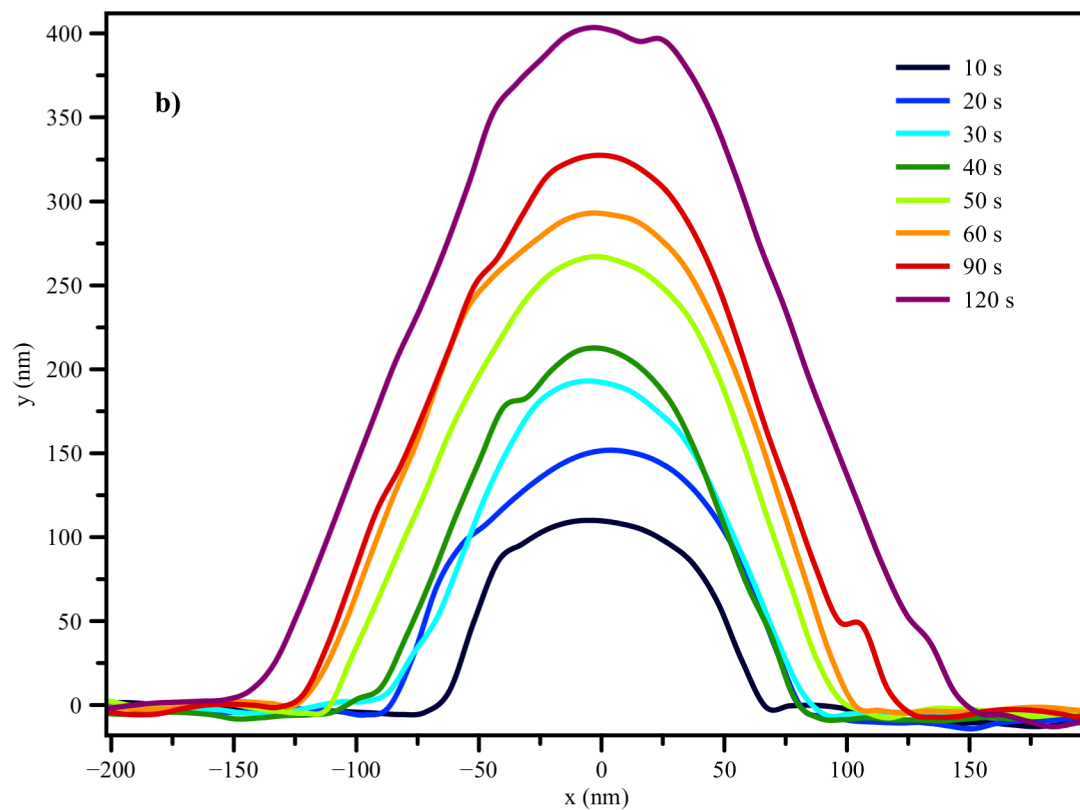
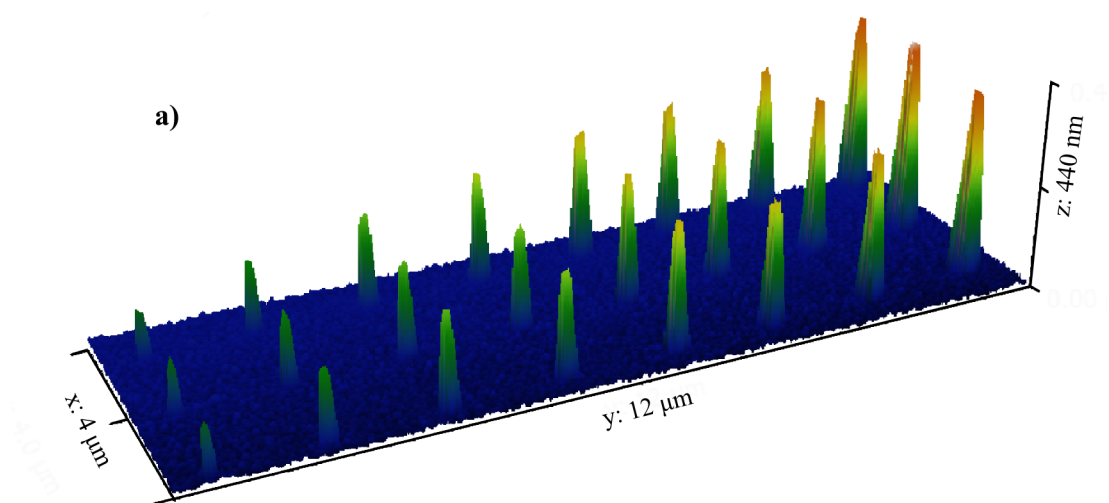
44. zīmējumā ir parādīts tikko ar fokusētu elektronu staru izaudzētu nanopunktu SEM attēls. Šī pētījuma eksperimentu gaitā tika novērots, ka ir ļoti svarīgi, lai elektronu stars tiktu nofokusēts tieši uz vai mazliet virs apstarojamās virsmas. Ja elektronu stars apstarošanas laikā nebūs precīzi nofokusēts, tad izveidotie nanopunkti būs mazāki, blāvāki vai arī neveidosies nemaz.



44. zīm.: Uz Ag plānās kārtiņas virsmas tikko izaudzētu nanopunktu AFM attēls. Elektronu stara parametri bija:  $U = 30$  kV;  $I = 17$  pA;  $t = 60$  s;  $d = 20$  nm.

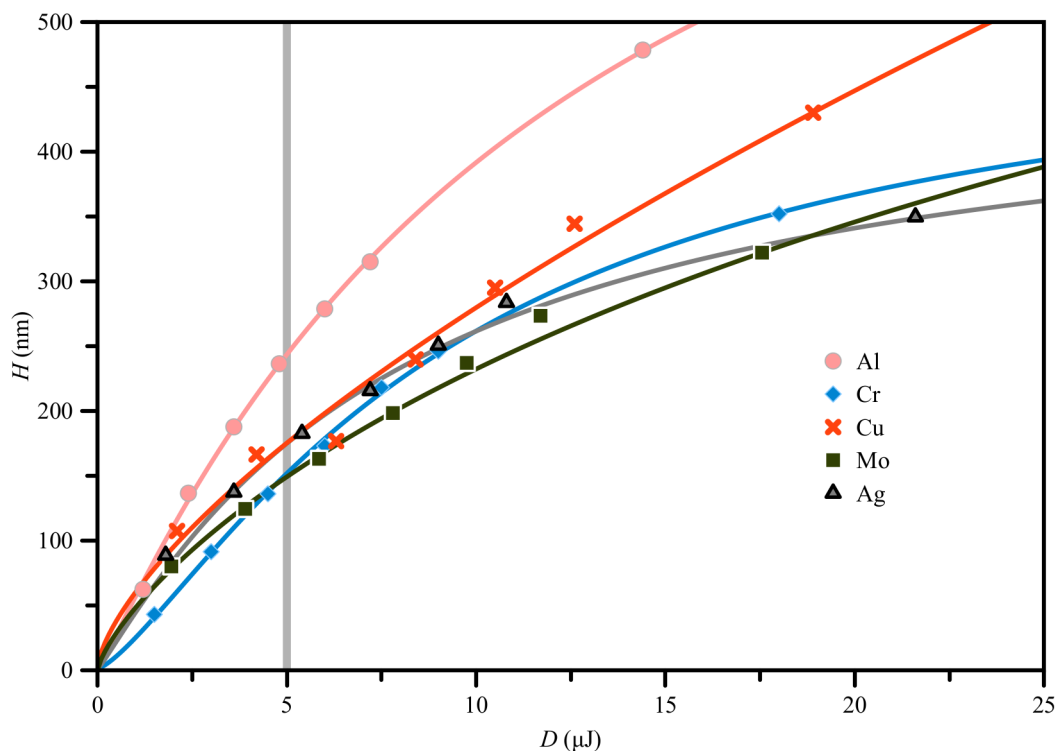
45. zīmējumā ir parādīts, kā mainās nanopunktu izmērs uz Ag virsmas mainoties elektronu stara apstarošanas laikam. Pēc 10 s ilgas apstarošanas ( $U = 30$  kV;  $I = 17$  pA;  $d = 20$  nm) nanopunktu augstums ir apmēram 140 nm, bet palielinot apstarošanas laiku līdz 120 s, nanopunktu augstums pieaug virs 400 nm.

46. zīmējumā ir apkopoti rezultāti par nanopunktu augstuma  $H$  atkarību no elektronu stara pievadītās enerģijas dozas  $D$  dažādu metālu virsmām. Elektronu stara doza tika regulēta mainot apstarošanas laiku robežās no 10 līdz 120 s.



45. zīm.: a) 3D AFM attēls un b) AFM attēlu šķērsriezumi nanopunktiem uz Ag virsmas. Elektronu stara apstarošanas parametri:  $U = 30$  kV;  $I = 17$  pA;  $d = 20$  nm;  $t = 10 - 120$  s.

Vislielākais nanopunktu augstums (gandrīz 500 nm) tika novērots uz Al plānās kārtiņas virsmas.

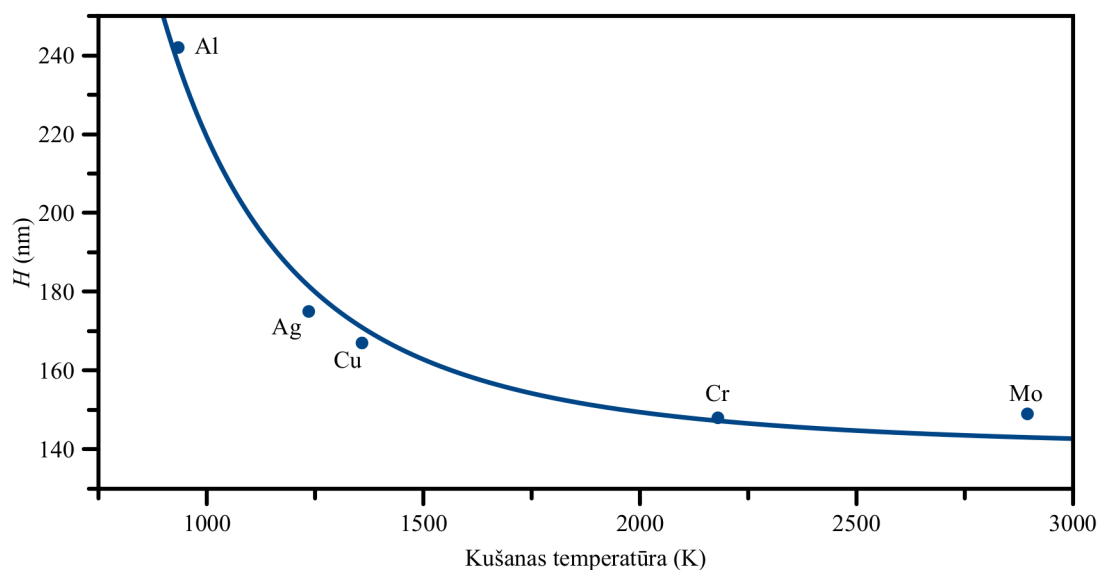


46. zīm.: Nanopunktu augstuma  $H$  atkarība no elektronu stara dozas  $D$  uz dažādu metālu virsmām. Konstantie elektronu stara parametri bija  $U = 30$  kV;  $I = 6$  pA;  $d = 20$  nm. Apstarošanas laiks tika mainīts robežās no 10 līdz 120 s.

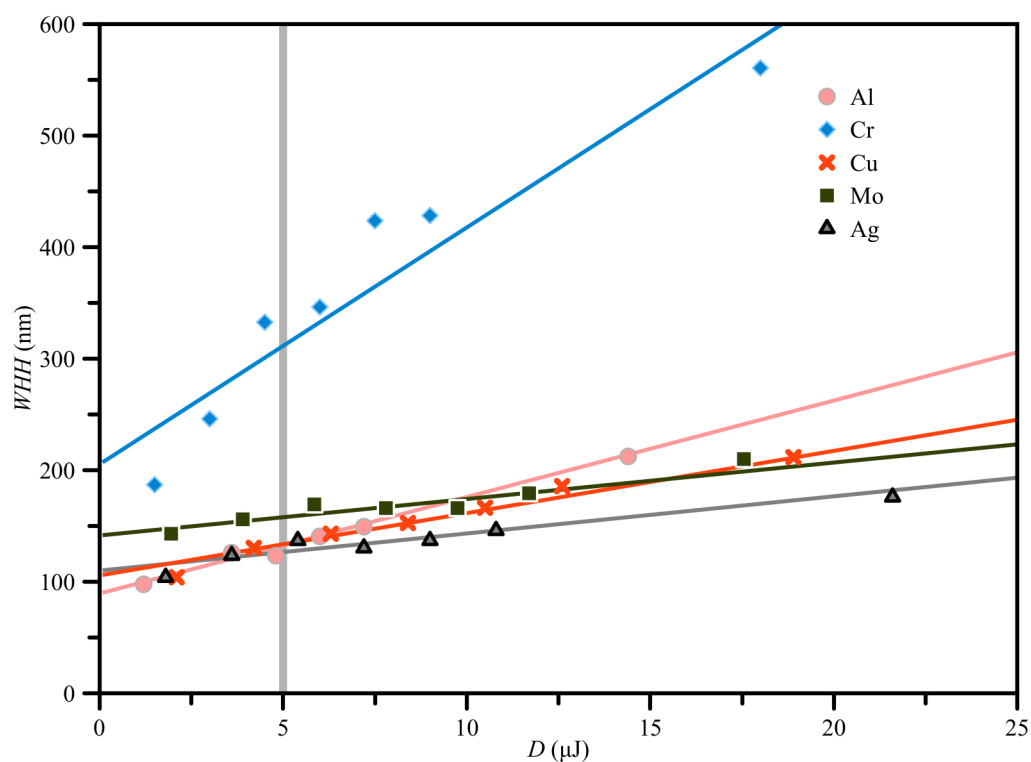
Lai varētu objektīvi salīdzināt dažādus metālus, tika izvēlēta noteikta elektronu stara dozas vērtība ( $D = 5$  μJ), kur grafiki vēl ir salīdzinoši lineāri. Nanopunktu augstums dažādiem metāliem  $H(D = 5$  μJ) tika attēlots grafikos atkarībā no dažādām metālu fizikālajām īpašībām. Tā rezultātā tika novērota likumsakarība starp nanopunktu augstumu  $H$  un metāla kušanas temperatūru, kas ir attēlota 47. zīmējumā. Uz metālu virsmām ar zemāku kušanas temperatūru veidojas augstāki nanopunkti. To var izskaidrot ar to ka metāliem ar zemāku kušanas temperatūru piemīt vājākas starp-atomu saites. Tādejādi šādos metālos ir vieglāk dislocēt un pārvietot metālu jonus un veidot no tiem virsmas struktūras (nanopunktus).

48. zīmējumā ir apkopoti dati par nanopunktu  $WHH$  atkarību no elektronu stara enerģijas dozas uz dažādu metālu virsmām. Elektronu stara apstarošanas parametri ir identiski 46. zīmējumā aprakstītajiem parametriem. Nanopunktiem uz Al, Ag, Cu un Mo virsmas  $WHH$  vērtība atrodas robežās no 100 līdz 200 nm, bet nanopunktiem uz Cr virsmas šajā ziņā ir ievērojamas atšķirības – to  $WHH$  vērtība atrodas robežās no 200 līdz 550 nm.

Nanopunktu  $WHH$  vērtības pie  $D = 5$  μJ tika atliktas uz grafikiem pret dažādām metālu fizikālajām īpašībām. Tā rezultātā vienīgā korelācija tika atrasta starp nanopunktu  $WHH$  un metāla magnētiskajām īpašībām. 49. zīmējums attēlo nanopunktu  $WHH$  atkarību no metālu magnētiskās uzņēmības. No pēti-



47. zīm.: Nanopunktu augstuma (pie  $D = 5 \mu\text{J}$ ) atkarība no metāla kušanas temperatūras.

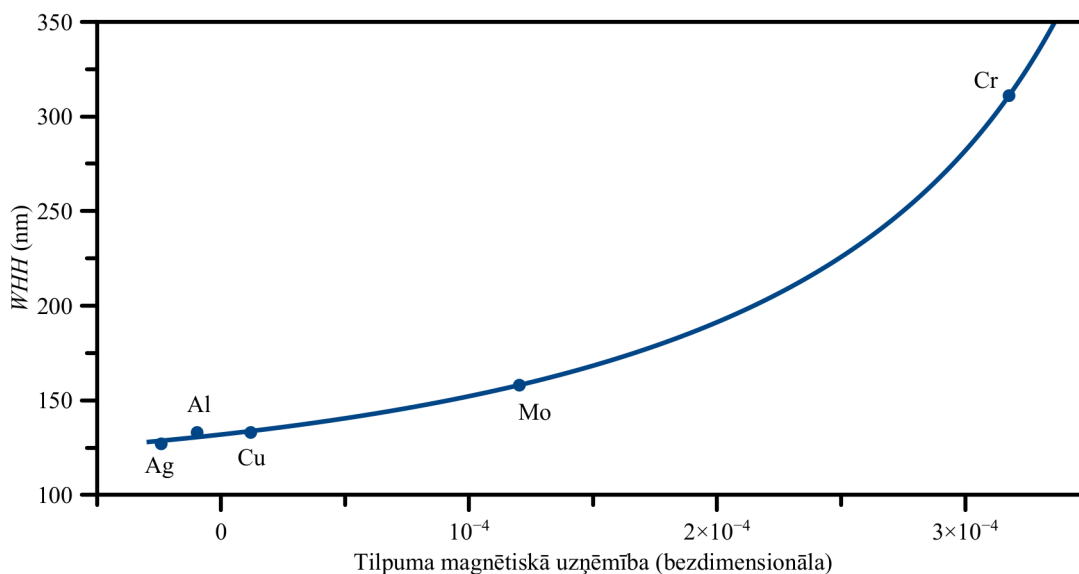


48. zīm.: Nanopunktu  $WHH$  atkarība no elektronu stara dozas  $D$  uz dažādu metālu virsmām. Konstantie elektronu stara parametri bija  $U = 30 \text{ kV}$ ;  $I = 6 \text{ pA}$ ;  $d = 20 \text{ nm}$ . Apstarošanas laiks  $t$  tika mainīts robežās no 10 līdz 120 s.

jumā apskatītajiem metāliem, Cr piemīt visaugstākā magnētiskā uzņēmība, kas korelē ar paaugstinātām nanopunktu  $WHH$  vērtībām uz Cr virsmas.

Nanopunktu  $H$  un  $WHH$  atkarība no elektronu stara diametra tika pētīta apstarojot virkni punktu uz Ag plānās kārtiņas virsmas, mainot elektronu stara

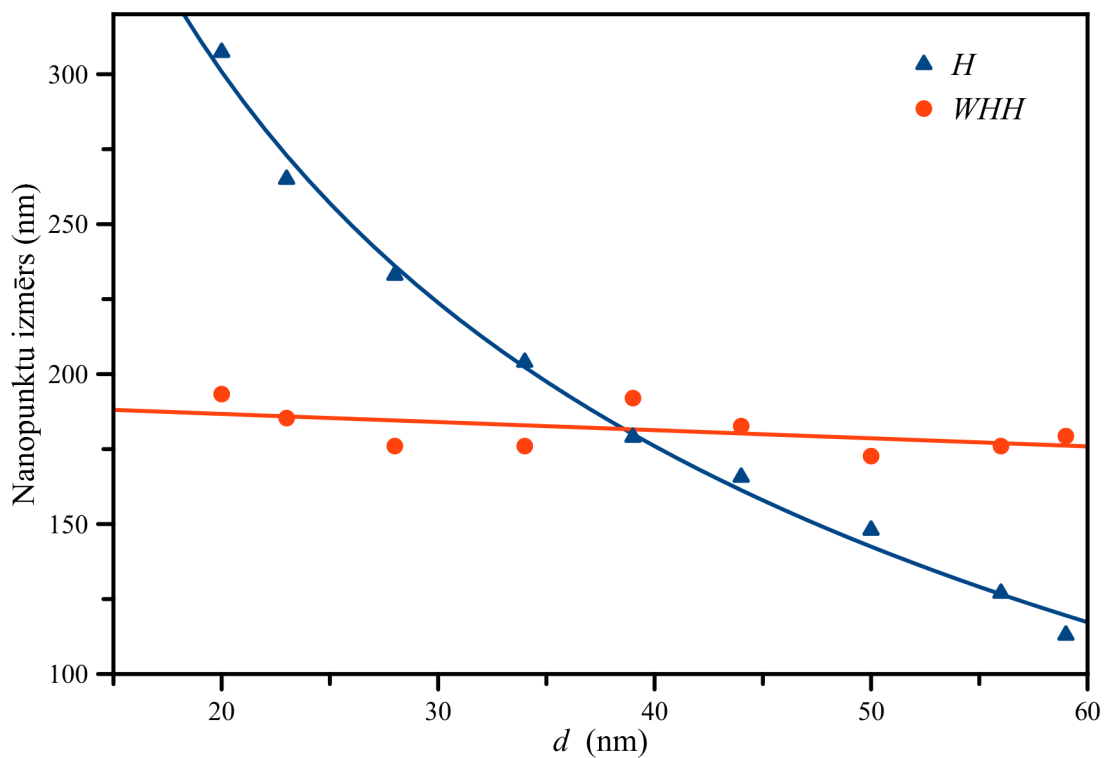




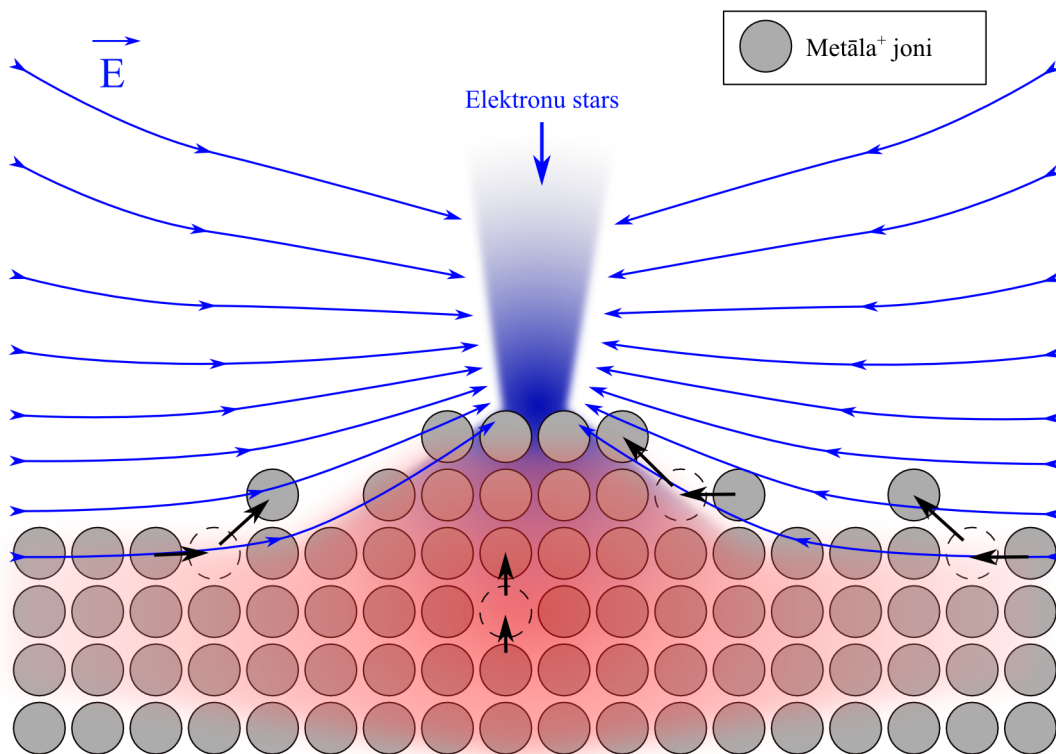
49. zīm.: Nanopunktu  $WHH$  (pie  $D = 5 \mu\text{J}$ ) atkarība no metāla magnētiskās uzņēmības.

diametru  $d$  un pārējos stara parametrus uzturot konstantus. Stara diametrs tika mainīts palielinot attālumu no parauga līdz elektronu stara avotam un refokusējot elektronu staru uz parauga virsmas. Šī eksperimenta rezultāti ir attēloti 50. zīmējumā. Palielinot stara diametru (defokusējot elektronu staru), nanostruktūru augstums samazinās, bet to  $WHH$  nemainās.

Nanopunktu augšanas mehānisms uz metāla virsmām fokusēta elektronu stara ietekmē pagaidām vēl nav viennozīmīgi skaidrs. Darba autors uzskata, ka galvenais mehānisms, kas izraisa nanopunktu augšanu ir pozitīvi lādētu metāla jonu pārvietošanās elektriskajā laukā, kas veidojas ap negatīvi lādētu elektronu stara fokusu (skat. 51. zīm.). Vēl viens mehānisms, kas varētu dot piesesumu nanopunktu augšanai, ir primāro un sekundāro elektronu izraisītie termiskie efekti un starp-atomu saišu īslaicīga pārraušana, kas metāla virsmu apstarotajā punktā var padarīt plastiskāku un vieglāk deformējamu. Ir jāņem vērā arī iespējamais oglekļa piesārņojums apstarotajās metāla virsmas vietās. Var piebilst arī to, ka šajā pētījumā novērotā nanopunktu augšana savā ziņā atgādina Marangoni efektu [232], lai arī šis efekts parasti attiecas uz šķidrumiem.



50. zīm.: Nanopunktu  $H$  un  $WHH$  atkarība no elektronu stara diametra  $d$ . Elektronu stara parametri:  $U = 30$  kV;  $I = 18$  pA;  $t = 60$  s. Paraugs: 500 nm biezs Ag slānis uz Si(111) pamatnes.



51. zīm.: Nanopunktu augšanas procesa modeļa shēma.

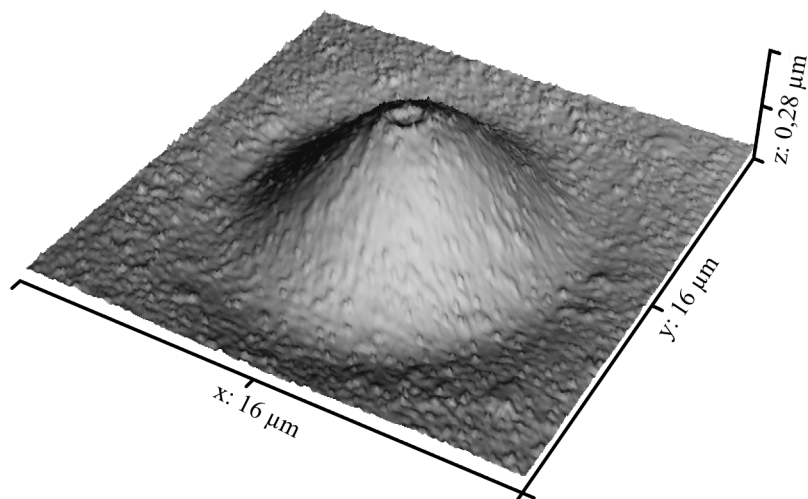
#### 4.4 Nanostruktūru veidošana uz Cr plānajām kārtiņām uz stikla pamatnes ar fokusētu elektronu staru un slapjo kodināšanu

Šajā pētījumā galvenais mērķis bija izpētīt kā apstarošana ar elektronu staru ietekmē Cr plāno kārtiņu slapjās kodināšanas ātrumu. Ja elektronu starojums var izraisīt kodināšanas ātruma izmaiņas, tad iepriekšējā pētījumā iegūtās nanostruktūras būtu iespējams modificēt ar slapjās kodināšanas palīdzību. Šim pētījumam Cr kodinātājs tika izgatavots 50 ml 2 % NaOH šķīdumā izšķīdinot 15 g  $K_3Fe(CN)_6$  sāls. Turpmāk tekstā šis kodinātājs tiks apzīmēts kā  $K_3Fe(CN)_6/NaOH$  šķīdums". Cr plānās kārtiņas ar dažādu biezumu (20, 70, 150 un 500 nm) tika uzputinātas uz BK7 stikla pamatnes Kurt Lesker Lab18 uzputināšanas iekārtā ar magnetronu uzputināšanas metodi. Uzputināšanas ātrums bija apmēram 1,55 /s. Stikla pamatne tika izvēlēta tāpēc, lai plānajām kārtiņām būtu iespējams veikt optiskās caurlaidības mērījumus slapjās kodināšanas laikā. Ar Rigaku Smartlab XRD iekārtu tika noteikts, ka Cr plānās kārtiņas ir amorfas. To kristāliskums bija aptuveni 4%.

Šo pētījumu var iedalīt divu veidu eksperimentos - Cr plāno kārtiņu virsmas profila izmaiņu mērījumos ar AFM un optiskās caurlaidības mērījumos kodināšanas laikā. Pirmajā gadījumā plāno kārtiņu paraugi punktu režīmā tika apstaroti ar elektronu staru izmantojot Tescan Vega LMU II skenējošo elektronu mikroskopu. Visos apstarošanas eksperimentos elektronu stara paātrinātais spriegums  $U$  bija vienāds ar 30 kV. Mainīgie elektronu stara parametri bija apstarošanas laiks  $t$ , elektronu stara strāva  $I$  un elektronu stara diametrs  $d$ , kas ir atkarīgs no  $I$ . Paraugu apstaroto apgabalu virsmas profils tika izmērīts izmantojot Park NX10 NC-AFM režīmā. Tad paraugi uz noteiktu laiku (1 - 4 min) tika ievietoti  $K_3Fe(CN)_6/NaOH$  šķīdumā. Pēc kodināšanas paraugi nekavējoties tika noskaloti destilētā ūdenī, nožāvēti un uz tiem tika atkārtoti AFM mērījumi.

Optiskās caurlaidības mērījumu eksperimentiem tika izmantotas 120 nm biezas Cr plānās kārtiņas uz BK7 stikla pamatnes. Elektronu stara apstarošanas režīms tika nomainīts uz rastra skenēšanu - elektronu stars ( $I = 2-3$  nA;  $d = 640$  nm un  $t = 1-10$  min tika skenēts pa vairākiem  $10 \times 10$   $\mu$ m lieliem laukumiem. Elektronu stara doza uz laukuma vienību tika kontrolēta mainot apstarošanas laiku. Pēc apstarošanas ar elektronu staru, paraugs tika ievietots CLSM Leica TCSP-5. Lāzera stars ar viļņa garumu 633 nm tika laists cauri plānajai kārtiņai (no pamatnes puses/apakšas) un virs plānās kārtiņas tika novietots detektors, kas mērīja lāzera stara intensitāti. Kodinātājs tika uzliets uz Cr plānās kārtiņas virsmas un optiskā caurlaidība reālā laikā tika mērīta kā kodināšanas laika funkcija.

Pēc apstarošanas ar elektronu staru, uz Cr plānajām kārtiņām uz BK7 stikla pamatnes ar AFM mērījumu palīdzību tika novērotas diezgan interesantas struktūras, kuru 3D attēla piemērs ir redzams 52. zīmējumā. Apstarošanas rezultātā uz Cr plānās kārtiņas virsmas izveidojās apmēram 280 nm augsts un vairākus  $\mu$ m plats pacēlums ar nelielu krāteri tā virsotnē un dažus desmitus dziļu ieplaku/grāvi ap to. Ir jāatzīmē, ka salīdzinot ar iepriekšējā pētījumā iegūtajām nanostruktūrām, šajā gadījumā apstarošanā tika izmantotas par 2-3 kārtām lielākas elektronu stara strāvas vērtības.

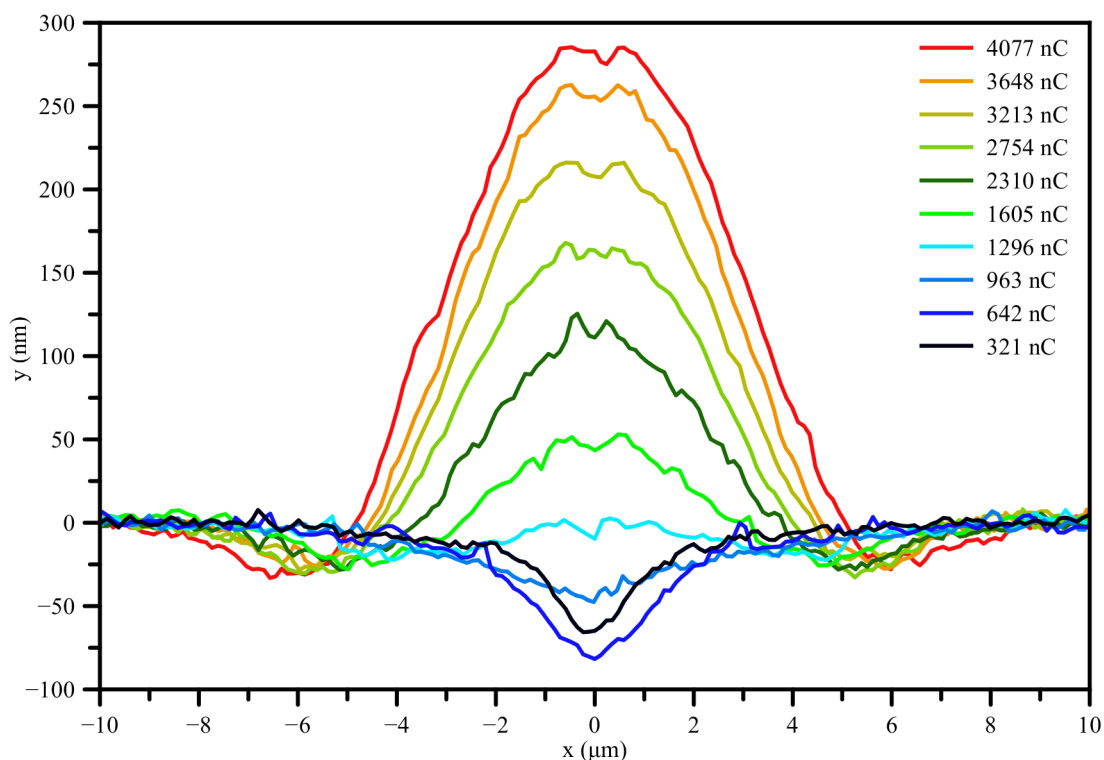


52. zīm.: Uz stikla pamatnes uzputinātas 150 nm biezas Cr plānās kārtiņas virsmas AFM attēls, kura ir tikusi apstarota ar elektronu staru ar sekojošiem parametriem:  $I = 11$  nA,  $d = 580$  nm,  $t = 5$  min.

53. zīmējumā ir attēlota Cr (150 nm uz BK7 stikla pamatnes) plānās kārtiņas virsmas evolūcija apstarošanas laikā. Grafiki parāda AFM mērījumu līniju profilus atkarībā no apstarotajam punktam pievadītā lādiņa, kas tika aprēķināts kā  $I$  un  $t$  reizinājums. Apstarošanas procesa sākumā, uz Cr plānās virsmas tika novērota līdz 80 nm dziļas ieplakas veidošanās, bet turpinot apstarošanu, ieplaka sāk izplesties un tās centrā sāk parādīties pacēlums. Ja apstarošana tiek turpināta, tad pacēluma augstums un rādiuss turpina palielināties, kamēr ieplaka saglabājas gar pacēluma malām ar dažus desmitus nm dziļumu. Pacēlumu virsotnēs - punktos, kur elektronu stars saskaras ar paraugu, tika novērotas nelielas iedobes - krāteri.

Pēc intriģējošajiem rezultātiem, kuri tika novēroti uz 150 nm biezas Cr plānās kārtiņas, tika nolemts izpētīt Cr slāņa biezuma ietekmi uz iegūtajām struktūrām. Tā eksperimenta rezultāti ir apkopoti 54. zīmējumā. Izrādījās, ka paraugos ar visbiezāko Cr slāni (500 nm) pacēlumu augstums bija viszemākais (aptuveni 250 nm), kamēr paraugos ar plānākiem Cr slāņiem (20 un 70 nm) pacēlumu augstums pārsniedza 700 nm. Uz paraugiem ar 20 nm Cr slāni uz pacēlumu virsotnēm tika novērotas konusa formas struktūras. No 54. zīmējumā redzamajiem rezultātiem var secināt, ka par struktūru veidošanos elektronu stara ietekmē šajos paraugos pamatā ir atbildīga stikla pamatne, jo 54.a zīmējumā 750 nm augstas struktūras veidojas ar tikai 20 nm biezu Cr slāni.

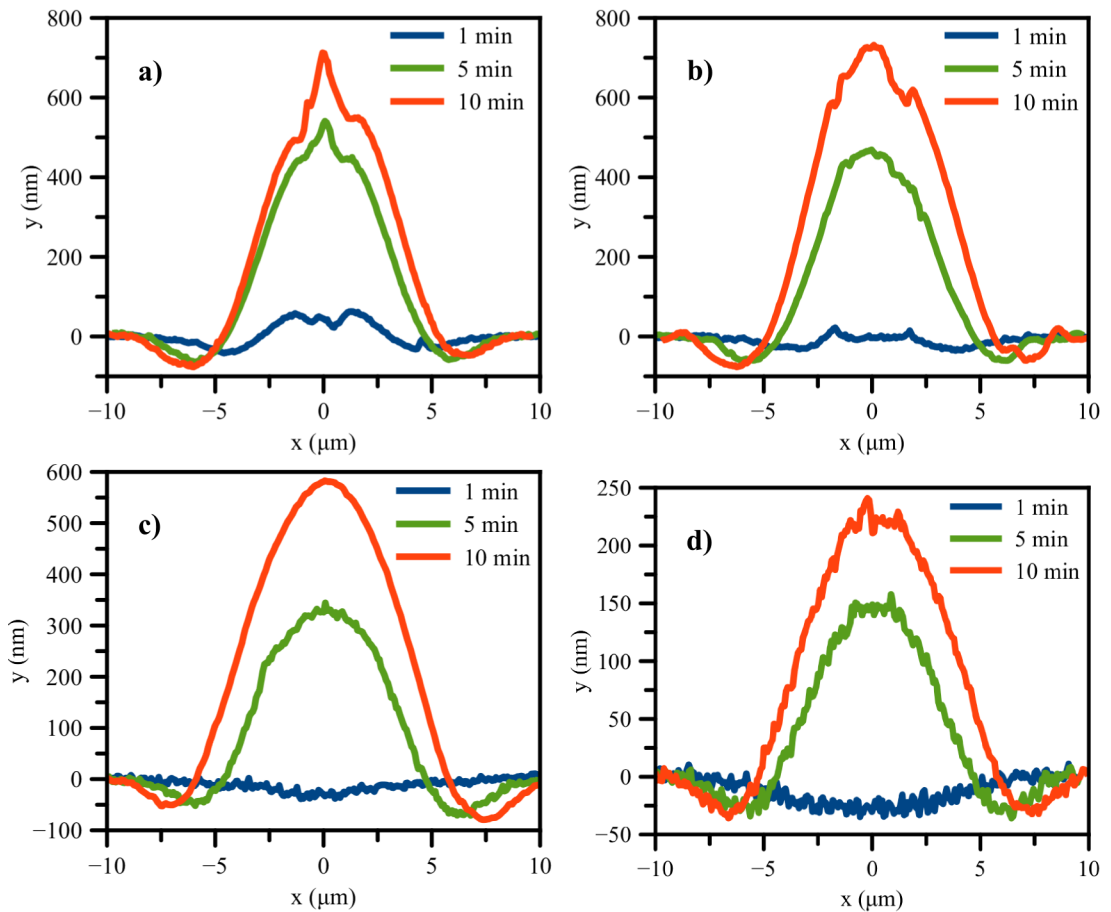
Lai pārbaudītu hipotēzi par to, ka elektronu stara ietekmē deformējas stikla pamatne, nevis Cr plānā kārtiņa, eksperiments tika atkārtots aizvietojojot BK7 stikla pamatni ar Si pamatni un PMMA plastmasas pamatni (skat. 55. zīm.). Pēc 1 min ilgas apstarošanas ( $I = 11$  nA) uz 150 nm biezas Cr kārtiņas virsmas uz Si pamatnes netika novērotas nekādas profila izmaiņas. Pēc 5 min ilgas apstarošanas uz Cr virsmas parādījās aptuveni 2 μm plata un 15 nm augsta krātera formas struktūra, kuras forma nedaudz atgādina struktūras, kuras iepriekšējos eksperimentos tika novērotas uz pacēlumu virsotnēm (skat. 52. un 53. zīm.).



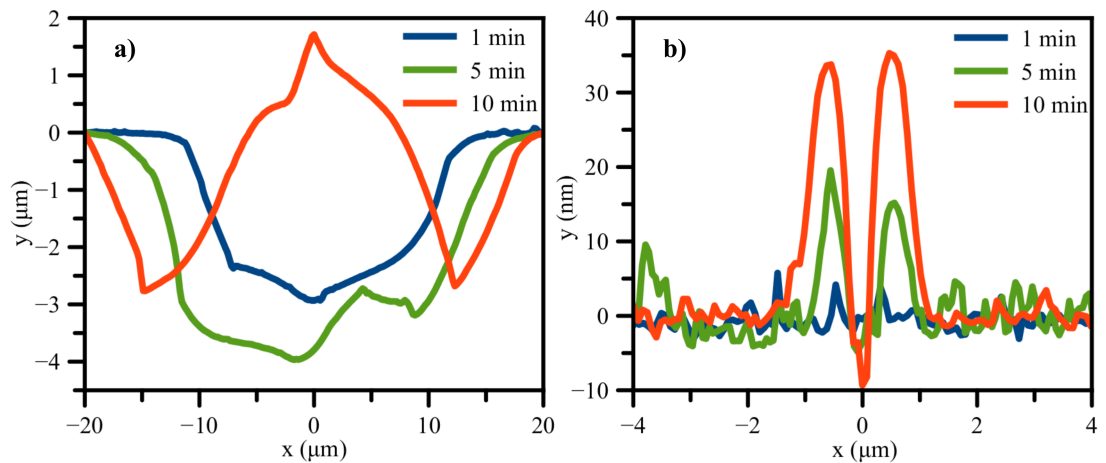
53. zīm.: AFM attēlu šķērs griezumi uz stikla pamatnes uzputinātas 150 nm biezās Cr plānās kārtiņas virsmas apstarotajiem apgabaliem ar dažādu pievadītā lādiņa daudzumu. Elektronu stara parametri:  $I = 11\text{--}15$  nA,  $d = 580$  nm,  $t = 30\text{--}300$  s.

Pēc 10 min ilgas apstarošana krātera formas struktūras augstums un platums attiecīgi palielinājās līdz 35 nm un 3  $\mu\text{m}$ . Salīdzinot ar BK7 stikla pamatni, uz PMMA plastmasas pamatnes uzputinātā parauga virsmas elektronu stara apstarošanas rezultātā veidojās līdzīgas formas, bet ievērojami lielāku izmēru (20-40  $\mu\text{m}$  platas un 2-4  $\mu\text{m}$  augstas/dziļas) struktūras. Struktūru izmēru atšķirību var skaidrot ar to, ka PMMA plastmasu ir daudz vieglāk izkausēt un deformēt nekā BK7 stikla pamatni, kā rezultātā virsmas deformācijas process ir daudz izteiktāks. Šis eksperiments apstiprināja hipotēzi, ka elektronu stara ietekmē notiek stikla pamatnes deformācija.

Galvenie eksperimentu rezultāti par kodināšanas ātruma izmaiņām elektronu stara ietekmē ir parādīti 56., 57. un 58. zīmējumā. No šeit redzamajiem rezultātiem var viennozīmīgi pateikt, ka apstarošana ar elektronu staru samazina Cr kodināšanas ātrumu  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{NaOH}$  šķīdumā. 56. zīmējumā redzamā tika iegūta 5 min apstarojot 150 nm biezu Cr plāno kārtiņu ar 11 nA stipru elektronu stara strāvu. Salīdzinot AFM mērījumus pirms un pēc 4 min ilgas kodināšanas (kodināšana notika līdz brīdim, kad paraugs kļuva optiski caurspīdīgs), ir redzams ka apstarošanā iegūtā struktūra ir kļuvusi nešķīstoša  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{NaOH}$  šķīdumā. 57. zīmējumā tika apskatīts punkts, kurš netika apstarots tik ilgu laiku (tikai 1 min). Pēc kodināšanas šajā punktā palika 110-120 nm augsta un 2,5  $\mu\text{m}$  plata kolonna. Ap šo kolonnu bija palicis arī aptuveni 5 nm augsts un 11-12  $\mu\text{m}$  plats disks. Šeit var piebilst, ka Monte-Karlo simulācijas ar aplikāciju Casino v2.48

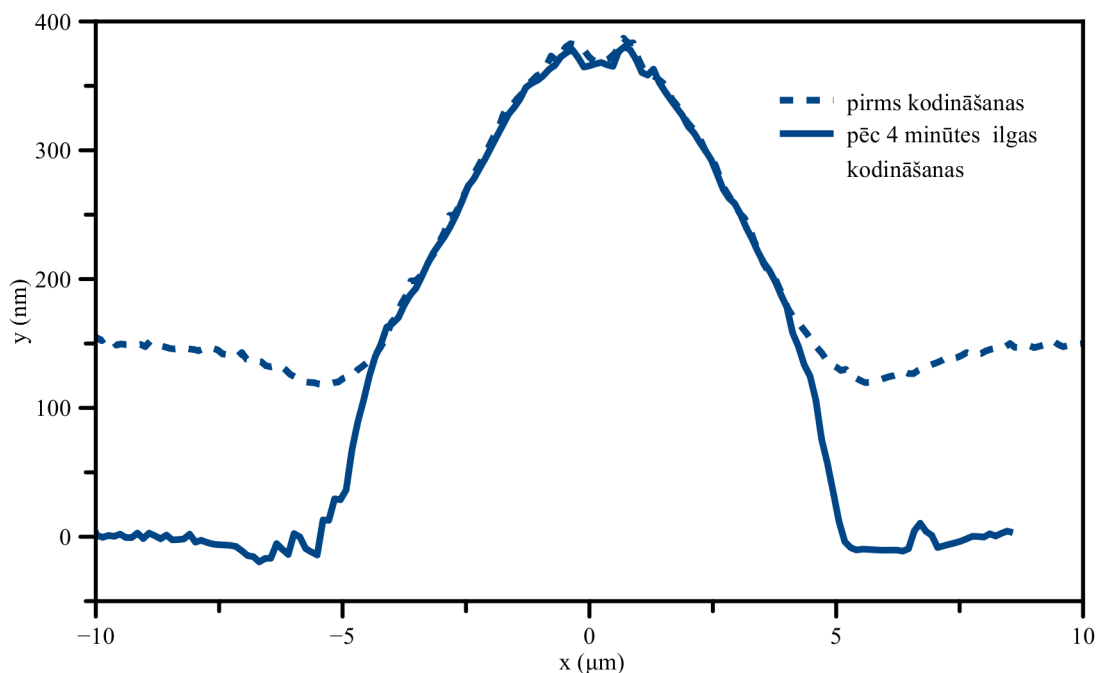


54. zīm.: AFM attēlu šķērsgrīzumi Cr plānajām kārtiņām uz stikla pamatnes ar dažādu biezumu un dažādiem apstarošanas laikiem. Plāno kārtiņu biezumi: a) 20 nm; b) 70 nm; c) 150 nm un d) 500 nm. Elektronu stara parametri:  $I = 14\text{--}15$  nA,  $d = 730$  nm,  $t = 1\text{--}10$  min.



55. zīm.: Uz a) PMMA plastmasas un b) Si pamatnes uzputinātas 150 nm biezas Cr plāno kārtiņu, kas apstarotas ar elektronu staru, AFM attēli. Elektronu stara parametri:  $I = 11$  nA,  $d = 640$  nm,  $t = 1\text{--}10$  min.

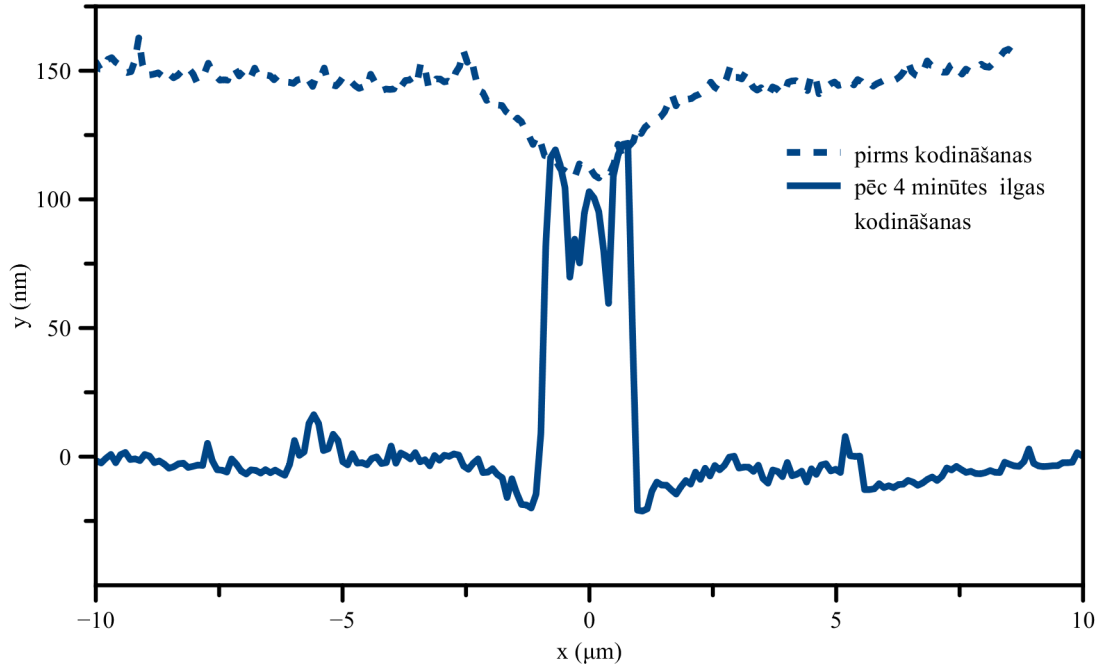
[4] parādīja, ka elektronu stara mijiedarbības laukuma platums šajā paraugā ir aptuveni 10-12  $\mu\text{m}$ .



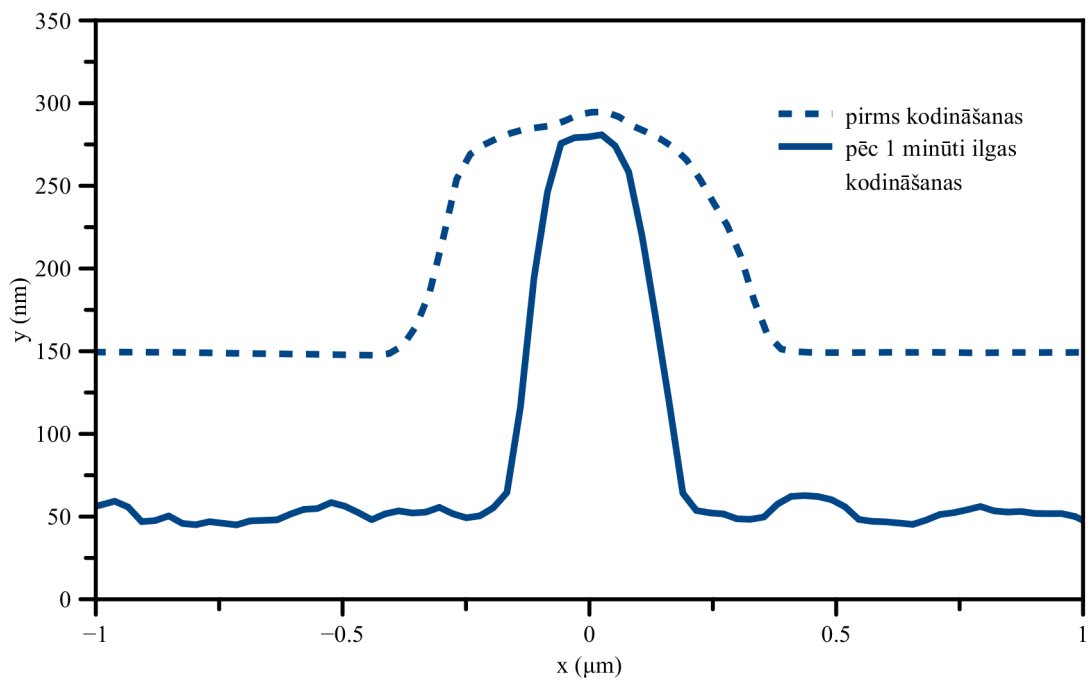
56. zīm.: AFM attēlu šķērs griezumi 150 nm biežai, ar elektronu staru apstarotai Cr plānājam kārtiņai uz stikla pamatnes pirms un pēc 4 minūtes ilgas slapjās kodināšanas  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{NaOH}$  šķīdumā. Elektronu stara parametri:  $I = 11 \text{ nA}$ ,  $d = 580 \text{ nm}$ ,  $t = 5 \text{ min}$ .

58. zīmējumā redzamā nano-struktūra tika iegūta ar salīdzinoši zemāku elektronu stara strāvas vērtību  $I = 10 \text{ pA}$  un pēc formas un izmēriem atbilst iepriekšējā pētījumā iegūtajiem nanopunktiem. Šajā gadījumā kodināšanas laiks tika samazināts līdz vienai minūtei. Nanopunktu augstums pēc kodināšanas pieauga no 150 nm līdz 250 nm, bet to platums (pie pamatnes) samazinājās no aptuveni 800 nm līdz aptuveni 400 nm. No šiem rezultātiem var secināt, ka ar zemām elektronu stara strāvas vērtībām uz Cr virsmas iegūtie nanopunkti ir daļēji kodināmi un kodināšanas rezultātā ir iespējams ievērojami uzlabot nanopunktu augstuma-platuma attiecību. Ar šāda veida nanopunktiem tika veikti eksperimenti arī ar ilgākiem kodināšanas laikiem (3-4 min), bet iegūto nanopunktu augstuma-platuma attiecība bija zemāka un reizēm nanopunkti pilnībā pazuda no parauga virsmas. Visticamāk, ka to pamatne tika pilnībā izkodināta un nanopunkti tika aizskaloti kodināšanas procesā.

59. zīmējumā ir parādīti lāzera gaismas ( $\lambda = 633 \text{ nm}$ ) caurlaidības izmaiņas kodināšanas laikā dažādiem laukumiem, kas apstaroti ar atšķirīgu lādiņa daudzumu uz laukuma vienību. Visos gadījumos kodināšanas ātrums, kas korelē ar parauga optiskās caurlaidības pieauguma ātrumu, samazinās pēc 3 min un faktiski apstājas pēc 6-7 min. Kodināšanas ātrumu analizēsime projectējot taisnes kodināšanas laika apgabalā no 25 līdz 150 s, kur optiskās caurlaidības grafiki ir salīdzinoši lineāri un pieaug visstraujāk. Taišņu slīpums korelē ar kodināšanas ātrumu un pieņemot, ka stikla pamatne ir pilnīgi caurspīdīga, Cr plānās kārtiņas



57. zīm.: AFM attēlu šķērsriezumi 150 nm biezai, ar elektronu staru apstarotai Cr plānājai kārtīnai uz stikla pamatnes pirms un pēc 4 minūtes ilgas slapjās kodināšanas  $K_3Fe(CN)_6/NaOH$  šķīdumā. Elektronu stara parametri:  $I = 11$  nA,  $d = 580$  nm,  $t = 1$  min.



58. zīm.: AFM attēlu šķērsriezumi 150 nm biezai, ar elektronu staru apstarotai Cr plānājai kārtīnai uz stikla pamatnes pirms un pēc 1 minūti ilgas slapjās kodināšanas  $K_3Fe(CN)_6/NaOH$  šķīdumā. Elektronu stara parametri:  $I = 10$  pA,  $d = 19$  nm,  $t = 1$  min.



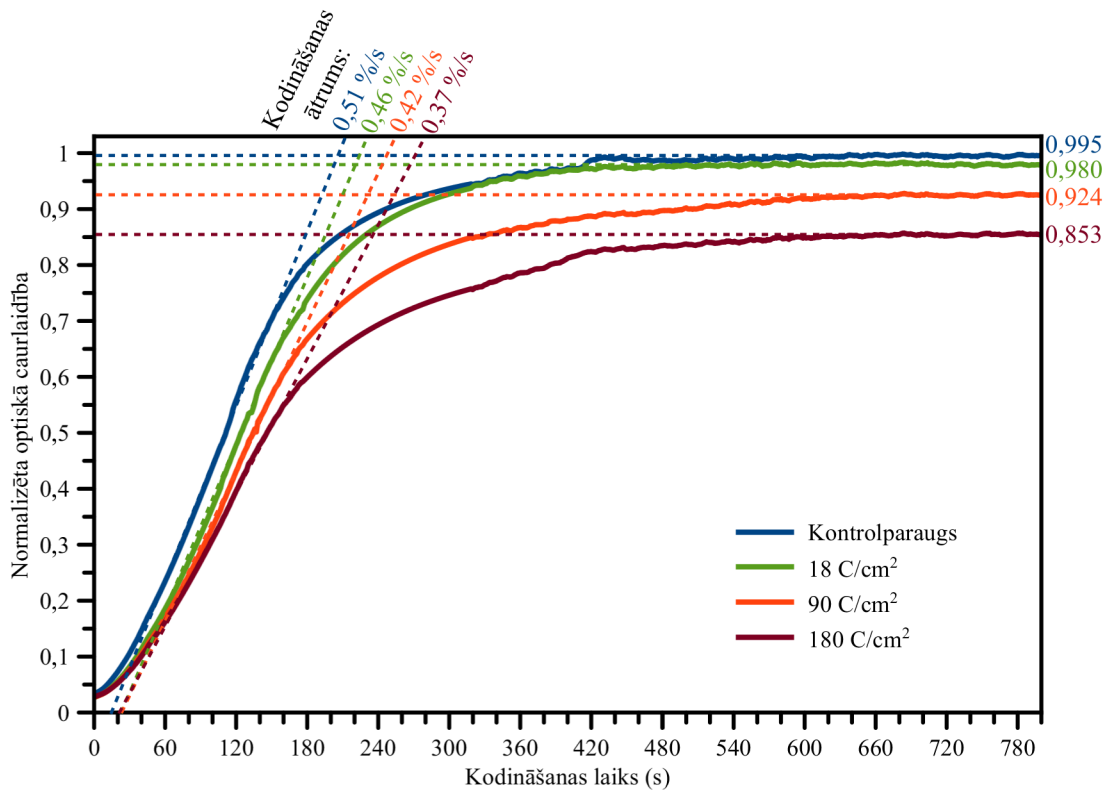
	Taisne $y(x) = ax + b$ apgalā $25 \text{ s} \leq x \leq 150 \text{ s}$			Taisne $y = c$ apgalā $600 \text{ s} \leq x \leq 800 \text{ s}$
Elektronu stara doza	Taisnes slīpums $a$	Taisnes krustpunkts ar x asi $x(y = 0) = -b/a$	Estimētais Cr kodināšanas ātrums	Taisnes krustpunkts ar y asi $y(x = 0) = c$
18 C/cm <sup>2</sup>	0.0046	17.98 s	0.552 nm/s	0.9852
90 C/cm <sup>2</sup>	0.0042	17.05 s	0.504 nm/s	0.9240
180 C/cm <sup>2</sup>	0.0037	15.11 s	0.444 nm/s	0.8534
0 C/cm <sup>2</sup> (kontrol- paraugs)	0.0051	12.80 s	0.612 nm/s	0.9952

9. tabula: 59. zīmējumā redzamo grafiku analīzes dati. Cr kodināšanas ātrums  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{NaOH}$  šķīdumā tika estimēts, pieņemot, ka Cr plānās kārtiņas optiskā caurlaidība ir tieši proporcionāla tās biezumam, kas pirms kodināšanas ir vienāds ar 120 nm, un BK7 stikla pamatnes optiskā caurlaidība ir 100%.

biezums ir 120 nm un plānās kārtiņas optiskā caurlaidība ir lineāri atkarīga no tās biezuma, mēs varam aprēķināt maksimālo Cr kodināšanas ātrumu atkarībā no pievadītās elektronu stara dozas (skat. 9. tabulu). Kontrolparauga kodināšanas ātrums bija 0,612 nm/s, bet apgalā ar vislielāko elektronu stara dozu kodināšanas ātrums samazinājās līdz 0,444 nm/s, kas atbilst maksimālā kodināšanas ātruma sarukumam par aptuveni 27,5 %. Kodināšanas ātruma samazināšanos var skaidrot ar Cr atomārās struktūras pārkārtošanos/kristalizāciju elektronu stara ietekmē, kas izmaina atomāro saišu saraušanai nepieciešamo enerģiju. Amorfo metālu kristalizācija elektronu stara ietekmē agrāk ir novērota uz Cu-Zr balstītos metāliskajos stiklos [233]. Jāatzīmē, ka kontrolparaugs sasniedz maksimālo kodināšanas ātrumu visstraujāk. 25 līdz 150 s apgalā projicētā taisne kontrolparauga gadījumā krusto x asi visagrāk (12,8 s) neskatoties uz to, ka šī taisne ir visstāvākā. Apstaroto apgalu gadījumā šī taisne krusto x asi robežās no 18,0 līdz 15,1 s. Šo novērojumu var izskaidrot ar to, ka uz Cr virsmas elektronu stara inducētas oglekļa molekulu disociācijas rezultātā veidojas plāns oglekļa slānis, kas darbojas kā kodināšanas maska un uz dažām sekundēm aizkavē Cr virsmas kodināšanu [143].

No 59. zīmējumā redzamajiem datiem var secināt arī to, ka elektronu stara iedarbības rezultātā daļa no Cr slāņa kļūst nekodināma. Salīdzinot ar kontrolparaugu, parauga maksimālā optiskā caurlaidība apgalā ar 18 C/cm<sup>2</sup> elektronu stara dozu samazinājās par 1,5 %, bet apgalā, kas apstarots ar 180 C/cm<sup>2</sup> elektronu stara dozu, maksimālā optiskā caurlaidība samazinājās par aptuveni 14 %. Visvienkāršāk šo novērojumu var izskaidrot ar elektronu starojuma inducētu Cr jonu difūziju stikla pamatnē. Elektronu starojuma izraisītas metāla jonu difūzijas stiklā piemērs agrāk ir ticis novērots Au plānajās kārtiņās uz stikla pamatnes [234].

Elektronu stara inducētā struktūru veidošanās uz stikla pamatnēm uzputināto Cr plāno kārtiņu virsmām ir diezgan sarežģīts process, kas sastāv no vairākiem mehānismiem un kurā piedalās gan Cr plānās kārtiņas, gan pamatnes, uz kurām tās ir uzputinātas. Šos mehānismus īsumā pārskatīsim pāris turpmākajos paragrāfos. Ieplakas veidošanās elektronu stara apstarošanas sākumā visticamāk ir



59. zīm.: 120 nm biezas Cr plānās kārtiņas optiskā caurlaidība atkarībā no kodināšanas laika  $K_3Fe(CN)_6/NaOH$  šķīdumā un elektronu stara pievadītā lādiņa uz laukuma vienību. Elektronu stara apstarošanas parametri:  $I = 2-3$  nA,  $d = 640$  nm,  $t = 1-10$  min. Elektronu stara apstarošanas režīms: rastra skenēšana pa  $10 \times 10$   $\mu m$  lielu kvadrātveida laukumu. Grafiku analīzes dati ir atrodami 9. tabulā.

saistīta ar termisko efektu izraisītu amorfa materiāla (stikla) sablīvēšanos. Līdzīgi siltuma izraisīti efekti agrāk ir novēroti uz stikla [235] un amorfa SiC [236] virsmām.

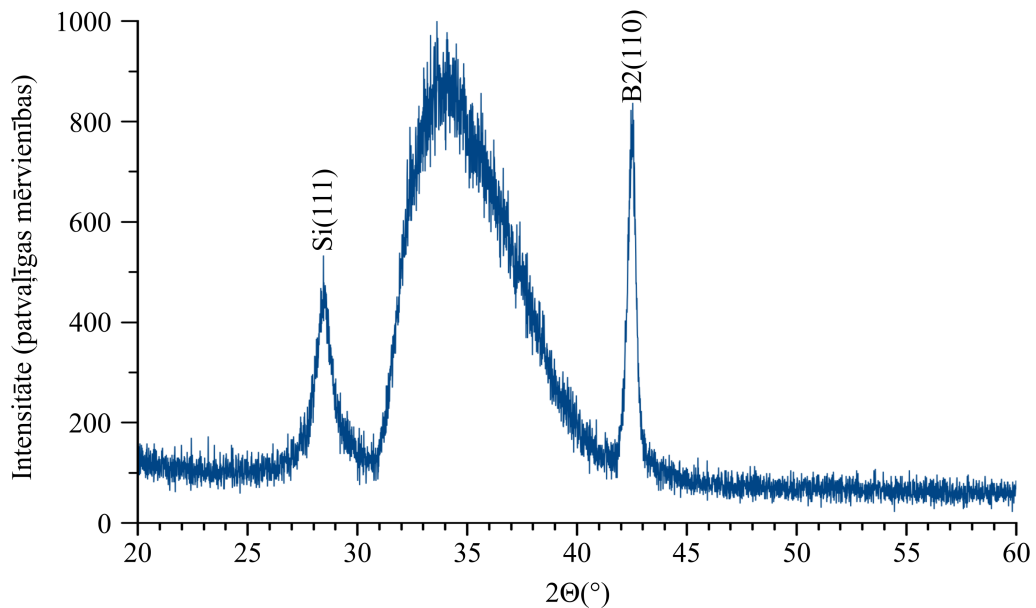
Pacēlumu veidošanās, kuru piemēri ir redzami 52. un 53. zīmējumos ir viens no redzamākajiem elektronu stara efektiem šajos eksperimentos. Kā jau tika secināts iepriekš, šīs pacēlumu struktūras veidojas stikla pamatnes deformācijas rezultātā. Līdzīgi efekti elektronu stara ietekmē ir tikuši novēroti uz halkogenīdu stiklu virsmām [23], kur virsmas pacēlumu veidošanās tika skaidrota ar negatīvi lādētu reģionu veidošanos halkogenīdu stiklā un virsmas izplešanos elektrostatiskās atgrūšanās rezultātā. Ja analogisks mehānisms ir atbildīgs par virsmas pacēlumu veidošanos uz BK7 stikla pamatnes, tad var loģiski izskaidrot, kā pēc paaugstinot Cr slāņa biezumu, virsmas izplešanās efekts paliek vājāks. Pirmkārt, biežāks Cr slānis efektīvāk spēj nobremzēt elektronu stara primāros elektronus, kā rezultātā elektroni neiespiežas tik dziļi stikla pamatnē. Otrkārt, biežākam Cr slānim piemīt aukstāka siltuma un elektriskā vadāmība, kas ļauj ātrāk aizvadīt siltumu un elektrisko lādiņu no apstarotā apgabala. Saskaņā ar Monte Karlo simulācijām, kas veiktas ar Casino v2.48 aplikāciju [4], 30 keV primārie elektroni stikla pamatnē var iespiesties līdz 9  $\mu m$  dziļumam un elektronu mijiedarbības lau-

kuma diametrs var sasniegt 10-12  $\mu\text{m}$ . Ir iespējams, ka elektronu stara izraisītie termiskie efekti arī spēlē lomu stikla deformācijā, tā kā materiāla uzkaršana var samazināt stikla viskozitāti un padarīt to vieglāk deformējamu.

Eksperimentā ar Si pamatni (skat. 55. zīm.) virsmas pacēlums neveidojās, jo Si pamatne spēj aizvadīt elektrisko lādiņu un savā iekšienē neveido negatīvi lādētus reģionus. Krātera formas struktūru diametrs, kuru piemēri ir redzami 52., 53. un 55. zīmējumā, ir aptuveni 500-600 nm - šis izmērs ir salīdzināms ar elektronu stara diametru. Acīmredzot krātera formas struktūru veidošanās ir saistīta ar materiāla dislokāciju vai iztvaicēšanu augstas enerģijas elektronu bombardēšanas ietekmē. 55. zīmējumā krātera formas struktūras malu augstums palielinās līdz ar apstarošanas laiku. To varētu izskaidrot ar iepriekšējā pētījumā aprakstīto mehānismu, kur metāla joni pārvietojas elektriskā lauka ietekmē un tiek pievilkti negatīvi lādētam elektronu staram. Jāpiebilst, ka krāteru formas struktūras tika novērotas eksperimentos ar augstām (vairāki nA) elektronu stara apstarošanas vērtībām. Ja elektronu stara strāvas vērtību samazina līdz pA mērāmām vērtībām, tad uz Cr virsmas ir iegūstami mazāka izmēra pacēlumi bez krāteriem (nanopunkti), jo samazinot elektronu stara strāvu, samazinās elektronu stara pievadītā enerģija un destruktīvā iedarbība uz saskarsmes punktu starp elektronu staru un parauga virsmu.

## 4.5 Reversīvu nanostruktūru veidošana uz nitiola plāno kārtiņu virsmām ar fokusētu elektronu staru

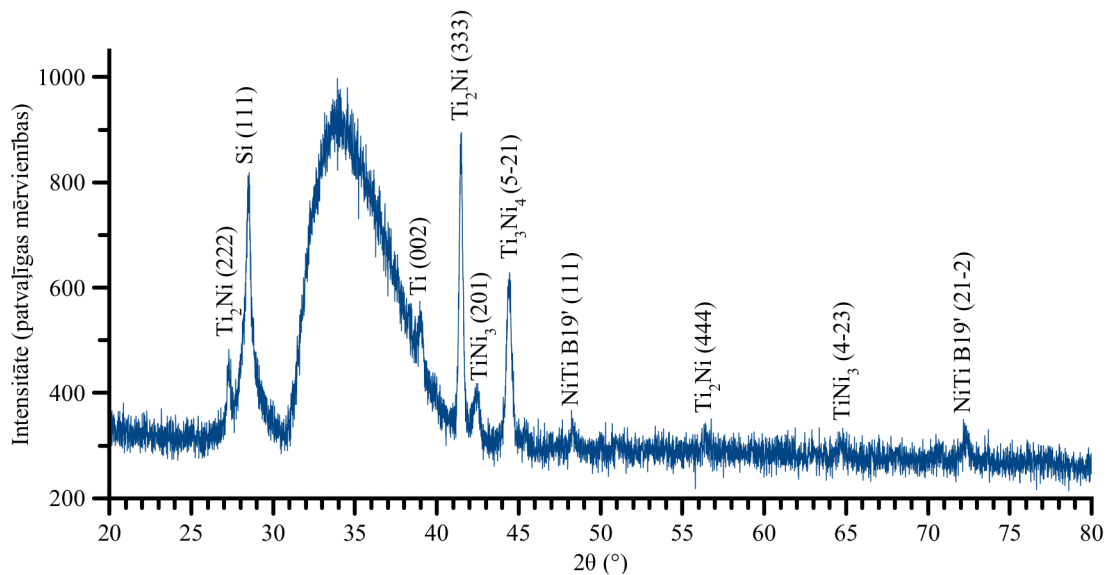
Šī pētījuma galvenais mērķis bija izveidot nanostruktūras uz nitiola plāno kārtiņu virsmas (līdzīgi kā tas tika darīts iepriekšējos pētījumos) un pārbaudīt vai šajās nanostruktūrās ir novērojams formas atmiņas efekts.  $\text{Ni}_{100-x}\text{Ti}_x$  ( $45 \leq x \leq 70$ ) plāno kārtiņu paraugi tika sagatavoti uz kristāliskām Si(111) pamatnēm, kas bija uzkaršētas līdz  $650\text{ }^\circ\text{C}$ , vienlaicīgi uzputinot Ni un Ti no atsevišķiem magnetronu avotiem. Uzkaršēta pamatne tika izmantota tādēļ, ka uzputināšanu veicot bez pamatnes karšēšanas, NiTi plānās kārtiņas atradās pilnīgi amorfā stāvoklī bez kristālisku fāžu klātbūtnes. Uzputināšana tika veikta izmantojot Mantis Nanosys500 uzputināšanas iekārtu.



60. zīm.: Svaigi uzputinātas  $\text{Ni}_{53}\text{Ti}_{47}$  plānās kārtiņas XRD spektrs.

Uzputināto NiTi plāno kārtiņu paraugu fāžu sastāvs tika noteikts izmantojot Rigaku Smartlab XRD un to atomārais sastāvs tika noteikts ar elektronu mikroskopam Tescan MAIA3 pievienoto EXDS detektoru INCA X-act. NiTi plāno kārtiņu paraugos, kuros bija pietiekami maza Ti atomu koncentrācija (Ti < 55%), vienīgā novērotā kristāliskā fāze istabas temperatūrā bija austenīts B2 (skat. 60. zīm.). NiTi plāno kārtiņu paraugos ar augstāku Ti atomu koncentrāciju tika novērota ievērojami sarežģītāka fāžu struktūra, kā tas ir attēlots 61. zīmējumā redzamajā  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānās kārtiņas difraktogrammā. 61. zīmējumā redzamie difrakcijas pīķi liecina par B19' martensīta un virknes citu intermetālisku kristālisko fāžu (Ti,  $\text{Ti}_2\text{Ni}$ ,  $\text{TiNi}_3$ ,  $\text{Ti}_3\text{Ni}_4$ ) klātbūtni. Ir jāatzīmē, ka 60. un 61. zīmējumos attēlotajās difraktogrammās redzamais amorfais fons liecina, ka NiTi plānās kārtiņas nav pilnīgi kristāliskas.

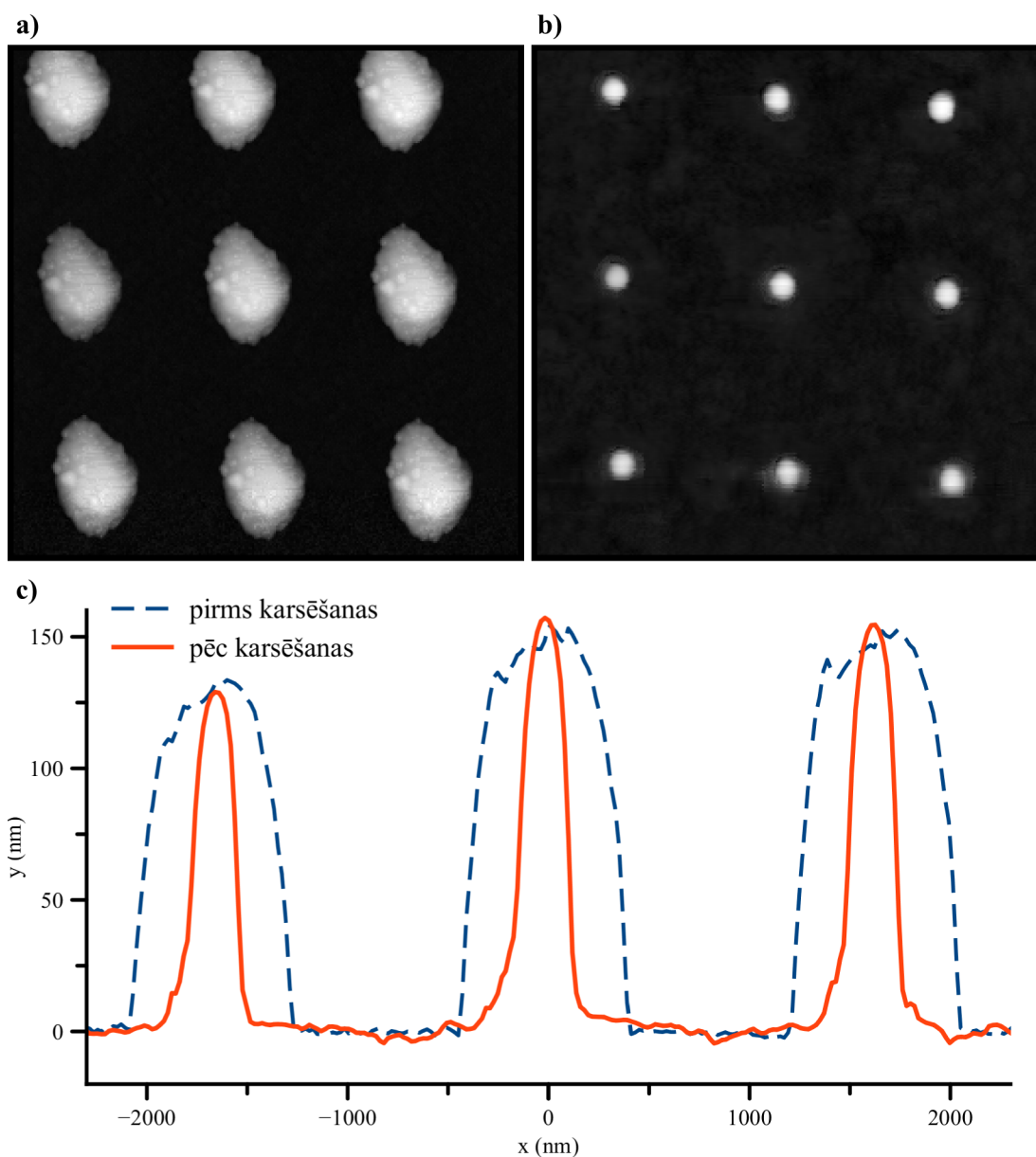
Pēc iegūto paraugu diagnostikas mērījumu pabeigšanas tika sākti nanostruktūru veidošanas eksperimenti. NiTi plāno kārtiņu virsma vairākās vietās tika apstarota ar fokusētu elektronu staru punktu režīmā. Visos apstarotajos punktos elektronu stara paātrinātais spriegums  $U$  bija vienāds ar 30 kV, apstarošanas



61. zīm.: Svaigi uzputinātas  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānās kārtiņas XRD spektrs.

laiks  $t$  bija 60 s, elektronu stara stāva  $I$  bija vienāda ar 12 pA un elektronu stara diametrs  $d$  bija 20 nm. Elektronu stara parametri tika izvēlēti atbilstoši 4.3 apakšnodaļā aprakstītajā pētījumā izmantotajiem parametriem, lai atvieglotu rezultātu salīdzināšanu uz dažādu materiālu virsmām. Apstarotie parauga virsmas apgabali tika noskenēti izmantojot Park NX10 NC-AFM režīmā. Pēc tam paraugi tika uzkarstēti līdz 100 °C un AFM mērījumi apstarotajos apgabalos tika atkārtoti vēlreiz.

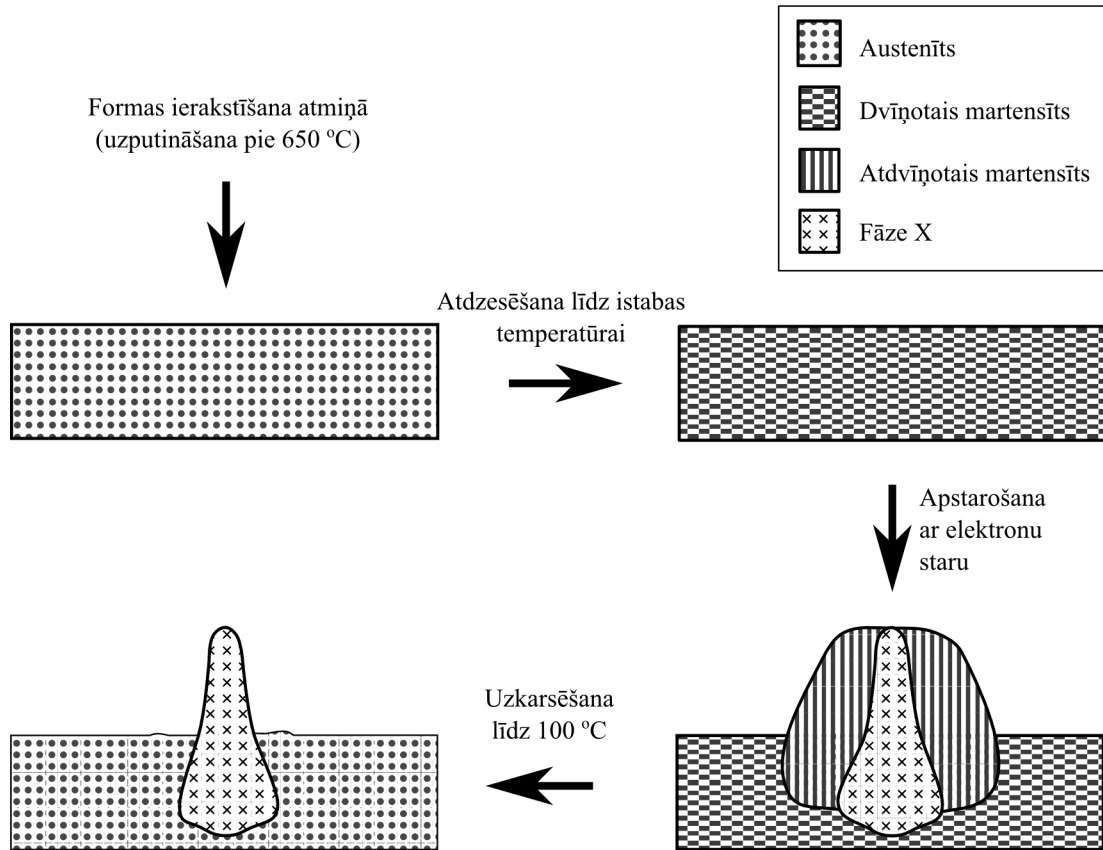
Uz paraugiem, kuri istabas temperatūrā atradās vienkāršā austenīta fāzē, AFM mērījumi pirms un pēc parauga sildīšanas neuzrādīja nanostruktūru formas vai izmēru izmaiņas un ar elektronu staru izveidoto nanostruktūru izmēri bija salīdzināmi 4.3 apakšnodaļā aprakstīto nanostruktūru izmēriem. Uz paraugiem, kuru kristāliskā struktūra istabas temperatūrā bija martensīta un citu kristālisko fāžu sajaukums, tika novērota daudz platāku nanostruktūru veidošanās un to formas un izmēru izmaiņa pēc parauga uzsildīšanas līdz 100 °C. Tālāk apskatīsim  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  paraugu, kura difraktogramma ir attēlota 61. zīmējumā, jo uz šī parauga tika novērotas vislielākās nanostruktūru tilpuma izmaiņas pēc parauga sildīšanas. Galvenie AFM mērījumu rezultāti uz  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānās kārtiņas virsmas ir apkopoti 62. zīmējumā. Elektronu stara ietekmes rezultātā uz  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānās kārtiņas virsmas izveidojās aptuveni 150 nm augsti un 800 - 1200 nm plati nanopunkti (skat. 62.a zīm.). Salīdzinot ar iepriekšējos pētījumos iegūtajiem nanopunktiem uz metālu virsmām (skat. 45., 48. un 58. zīm.), šo nanopunktu  $WHH$  vērtība ir ievērojami lielāka, neskatoties uz to, ka elektronu stara parametri apstarošanas laikā bija ļoti līdzīgi. Pēc uzkarstēšanas līdz 100 °C, nanopunktu  $WHH$  vērtība samazinājās līdz aptuveni 290 nm, kas ir daudz tuvāka vērtība iepriekšējos pētījumos iegūtajām vērtībām, bet to augstums saglabājās nemainīgs (skat. 62.b zīm.). Nanopunktu tilpums pēc uzkarstēšanas samazinājās no  $7,152\text{E}-20$  līdz  $8,464\text{E}-21$   $\text{m}^3$ , kas atbilst tipluma sarukumam par 88%. Acīmredzot nanopunktu tilpums samazinājās formas atmiņas efekta iedarbības rezultātā.



62. zīm.: Uz  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plāno kārtiņu virsmas izveidoto nanostruktūru AFM mērījumu dati. **a**, **b**,  $5 \times 5 \mu\text{m}$  lielu parauga virsmas laukumu attēli (**a**) pirms un (**b**) pēc parauga sildīšanas līdz  $100^\circ\text{C}$ . (**c**), Abu iepriekšējo attēlu vidējo rindu šķērsriezumu profili.

63. zīmējumā ir ilustrēts darba autora piedāvātais modelis formas atmiņas efektam nanomērogā, kas tika novērots šajā eksperimentā. Kad  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānā kārtiņa tika uzputināta uz  $650^\circ\text{C}$  karstas Si pamatnes, tā atrodas austenīta fāzē. Pēc uzputināšanas  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānā kārtiņa atdziest līdz istabas temperatūrai un pāriet dvīņotā martensīta B19' fāzē. Šajā brīdī plānā kārtiņa saglabā atmiņā savu formu, kas atbilst plakanai, līdzenai virsmai. Kad fokusēts elektronu stars apstaro  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plānās kārtiņas virsmu, uz tās sāk veidoties nanopunkti virsmas izplešanās rezultātā. Nanopunkts augšanas procesā deformē un uzvelk uz augšu daļu no apkārtējā materiāla, kā rezultātā nanopunkta platuma vērtība ir daudz

augstāka nekā uz vienkāršu metālu virsmām. Deformētais materiāls atdvīņojas, bet nanopunkta centrālajā apgabalā augstas enerģijas elektronu ietekmē notiek atomu saišu pārraušana un atomārās struktūras pārkārtošanās, kā rezultātā materiāls zaudē formas atmiņas īpašības. Uzsildot  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plāno kārtiņu līdz  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , atdvīņotais martensīts atgriežas austenīta fāzē un atgūst formas atmiņu palikušo formu (līdzenu virsmu), bet nanopunkta centrālais apgabals, kas ir zaudējis formas atmiņas īpašības, paliek bez izmaiņām.



63. zīm.: Piedāvātā modeļa shēma nanomērogā eksperimentāli novērotajam formas atmiņas efektam.

Šeit vajadzētu pieminēt arī oglekļa piesārņojuma problēmu elektronu mikroskopos. Oglūdeņražu daudzumu vakuuma sistēmās ir iespējams samazināt, bet to nevar novērst pilnībā [237]. Oglūdeņražu galvenie avoti ir vakuuma kamerā ievietotie paraugi un vakuumsūkņos izmantotās eļļas. Pastāv publikācijas, kurās ir ziņots par nanostruktūru audzēšanu uz dažādām virsmām ar elektronu stara palīdzību sagraujot un nosēdinot uz virsmas oglekļa molekulas [145], kā arī metāla-oglekļa struktūras uz metāla vadu virsmas ar līdzīgas metodes palīdzību [147]. Darba autors uzskata, ka šajā darbā ar elektronu staru iegūtās struktūras neveidojas oglekļa nosēšanās rezultātā uz parauga virsmas, jo tāds mehānisms neļautu izskaidrot uz  $\text{Ni}_{40}\text{Ti}_{60}$  plāno kārtiņu virsmas novēroto formas atmiņas efektu. Tomēr ir jāatzīst, ka nav iespējams pilnībā izslēgt oglekļa piesārņojuma klātbūtni ar elektronu staru iegūtajās mikro- un nano-struktūrās.

## 5 Noslēgums

### 5.1 Secinājumi

1. Fokusēta elektronu starojuma iedarbība uz metālu (Al, Ag, Cu, Cr, Mo, NiTi) un kompozītu (Ag/a-AsS<sub>2</sub>) plānajām kārtiņām izraisa mikro-/nano-struktūru veidošanos, kuru izmērs ir atkarīgs no kušanas temperatūras un stara parametriem.
2. Uz Ag kārtiņu virsmas, apstarošanas laika palielināšana no 10 līdz 120 s izraisa mikrostruktūru augstuma palielināšanos no 140 līdz 400 nm, bet stara diametra palielināšana no 20 līdz 60 nm samazina struktūru augstumu no 300 līdz 120 nm.
3. Elektronu stara iedarbība uz Ag/a-AsS<sub>2</sub> dubultslāņu sistēmu izraisa Ag jonu termo- un elektro-difūziju AsS<sub>2</sub> slānī, kas palielina tā elektrovadāmību. Pieliekot sistēmai ārēju elektrisko lauku, tās elektrovadāmību ir iespējams mainīt atkarībā no lauka polaritātes.
4. Paaugstinoties metālu (Al, Ag, Cu, Cr, Mo) kušanas temperatūrai, ar elektronu staru iegūto struktūru augstums samazinās no 240 nm uz Al ( $T_k = 660\text{ °C}$ ) līdz 150 nm uz Mo ( $T_k = 2623\text{ °C}$ ) virsmas, kas saistīts ar augstākas enerģijas nepieciešamību starpatomāro saišu saraušanai.
5. Apstarojot Cr plānās kārtiņas ar  $180\text{ C/cm}^2$  lielu elektronu stara dozu, to kodināšanas ātrums neorganiskā šķīdinātājā samazinās par 27% (no 0,612 nm/s līdz 0,444 nm/s).
6. Ni<sub>40</sub>Ti<sub>60</sub> plānās kārtiņas, kas uzputinātas uz līdz 500 °C uzkarstētas Si pamatnes, elektronu stara iedarbības rezultātā veido mikro-/nano-struktūras, kuru uzkarstēšana līdz 100 °C izraisa to tilpuma samazināšanos par 88%.



## 5.2 Aizstāvamās tēzes

1. A-AsS<sub>2</sub>/Ag plāno kārtiņu apstarošana ar fokusētu elektronu staru izraisa mikro-/nano-struktūru veidošanos, kuru izmērus nosaka stara parametri, bet struktūru veidošanās mehānisms ir izskaidrojams ar elektriskās un termiskās mijiedarbības sajaukumu.
2. Metālisku plāno kārtiņu (Al, Ag, Cr, ...) apstarošana ar fokusētu elektronu staru izraisa mikro-/nano-struktūru veidošanos, kuru augstumu nosaka stara parametri, kā arī metāla kušanas temperatūra.
3. Cr plāno kārtiņu apstarošana ar elektronu staru izraisa apstaroto un neapstaroto apgabalu kodināšanas selektivitāti, ar kodināšanas ātruma samazināšanos apstarotajos apgabalos.
4. Fokusēta elektronu stara iedarbība uz NiTi plānajām kārtiņām izraisa mikrostruktūru veidošanos, kurām piemīt daļējs „formas atmiņas” efekts.

## 5.3 Autora publicitāte

### 5.3.1 Publikācijas par darba tēmu

1. J. Sniķeris, V. Gerbreders un E. Tamanis. “Formation of partially reversible nanostructures in Ni<sub>40</sub>Ti<sub>60</sub> thin films by focused electron beam irradiation”. *J. Micro/Nanopattern. Mater. Metrol.* 20(2) (2021), 020502. DOI: [10.1117/1.JMM.20.2.020502](https://doi.org/10.1117/1.JMM.20.2.020502).
2. J. Sniķeris un V. Gerbreders. “Effects of electron beam irradiation on a Ag/AsS<sub>2</sub> bilayer using conductive atomic force microscopy”. *Thin Solid Films* 731 (2021), 138747. DOI: [10.1016/j.tsf.2021.138747](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2021.138747).
3. J. Sniķeris, V. Gerbreders un V. Mizers. “Formation of micro-/nano-structures on the surface of Cr thin films by electron beam irradiation”. *J Non Cryst Solids* 500 (2018), 167–172 lpp. DOI: [10.1016/j.jnoncrysol.2018.07.062](https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.07.062).
4. J. Sniķeris, V. Gerbreders, V. Kolbjonoks, I. Mihailova un E. Tamanis. “Growth of surface relief structures on Ag/AsS<sub>2</sub> bilayer thin films by electron beam irradiation”. *Thin Solid Films* 636 (2017), 622–625 lpp. DOI: [10.1016/j.tsf.2017.07.008](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2017.07.008).
5. J. Sniķeris un V. Gerbreders. “Direct formation of nanostructures by focused electron beam on a surface of thin metallic films”. *Proc. SPIE* 10453 (2017), 104532B. DOI: [10.1117/12.2275961](https://doi.org/10.1117/12.2275961).

### 5.3.2 Citas publikācijas

1. I. Plaksenkova, M. Jermalonoka, L. Bankovska, I. Gavarane, V. Gerbreders, E. Sledevskis, J. Sniķeris and I. Kokina. “Effects of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticle Stress on the Growth and Development of Rocket Eruca sativa”. *J. Nanomater.* 2019 (2019), 2678247. DOI: [10.1155/2019/2678247](https://doi.org/10.1155/2019/2678247).
2. A. Bulanovs un J. Sniķeris. “Formation of microstructures by selective wet-etching of amorphous As-S-Se thin films”. *Proc. SPIE* 9421 (2014), 942109. DOI: [10.1117/12.2081451](https://doi.org/10.1117/12.2081451).

### 5.3.3 Dalība konferencēs

Darba rezultāti prezentēti starptautiskās konferencēs:

1. J. Sniķeris, V. Gerbreders. (2019. gada 11–12. aprīlis). “Formation of reversible submicron structures on the surface of nitinol thin films by electron beam irradiation”[Konferences prezentācija]. DU 61. starptautiskā zinātniskā konference, Daugavpils, Latvija.
2. J. Sniķeris, V. Gerbreders. (2018. gada 26–27. aprīlis). “Nanostructure formation on Cr thin film surface by electron beam irradiation and wet etching”[Konferences prezentācija]. DU 60. starptautiskā zinātniskā konference, Daugavpils, Latvija.

3. J. Sniķeris, V. Gerbrederis. (2017. gada 8–12. maijs). “Direct formation of nanostructures by focused electron beam on a surface of thin metallic films”[Postera prezentācija]. III International Conference on Applications of Optics and Photonics „AOP 2017”, Faro, Portugāle.
4. J. Sniķeris, V. Gerbrederis. (2017. gada 6–7. aprīlis). “Nanostructure growth in Ag/a-As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> bilayer by focused electron beam and conductive atomic force microscopy”[Konferences prezentācija]. DU 59. starptautiskā zinātniskā konference, Daugavpils, Latvija.

Vietējās konferencēs:

1. J. Sniķeris. (2020. gada 12. februāris). “Reversīvu nitinola nanostruktūru veidošana ar fokusēta elektronu stara palīdzību”[Konferences prezentācija]. CFI 36. zinātniskā konference, Rīga, Latvija.
2. J. Sniķeris. (2017. gada 22. februāris). “Metāla nanostruktūru tiešā iegūšana ar fokusētu elektronu staru uz metāla virsmas”[Konferences prezentācija]. CFI 33. zinātniskā konference, Rīga, Latvija.

## Bibliogrāfija

- [1] F. Krumeich. *Properties of Electrons, their Interactions with Matter and Applications in Electron Microscopy*. Laboratory of Inorganic Chemistry, ETH Zurich. URL: <https://www.microscopy.ethz.ch/downloads/Interactions.pdf> (aplūkots 19.10.2020.).
- [2] *Scanning Electron Microscopy*. Central Microscopy Research Facility - University of Iowa. URL: <https://cmrf.research.uiowa.edu/scanning-electron-microscopy> (aplūkots 19.10.2020.).
- [3] R. Egerton. „Choice of operating voltage for a transmission electron microscope”. *Ultramicroscopy* 145 (2014). Low-Voltage Electron Microscopy, 85.—93. lpp. ISSN: 0304-3991. DOI: [10.1016/j.ultramicro.2013.10.019](https://doi.org/10.1016/j.ultramicro.2013.10.019).
- [4] D. Drouin. *CASINO - monte CARlo SIMulation of electroN trajectory in sOlids*. URL: <https://www.gel.usherbrooke.ca/casino/index.html> (aplūkots 19.10.2020.).
- [5] *What is EELS?* Gatan Inc. URL: <https://eels.info/about/overview> (aplūkots 19.10.2020.).
- [6] *Bremsstrahlung X-ray generation*. Microscopy Australia. 2014. URL: <https://myscope.training/legacy/analysis/eds/xraygeneration/bremsstrahlung/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [7] *Radioactivity: Bremsstrahlung*. EDP Sciences. URL: <https://www.radioactivity.eu.com/site/pages/Bremsstrahlung.htm> (aplūkots 19.10.2020.).
- [8] *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)*. Materials Evaluation un Engineering Inc. URL: <https://www.mee-inc.com/hamm/energy-dispersive-x-ray-spectroscopyeds/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [9] *Characteristic X-rays*. Microscopy Australia. 2014. URL: <https://myscope.training/legacy/analysis/eds/xraygeneration/characteristic/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [10] *Auger Electron Spectroscopy*. Physical Electronics Inc. URL: <https://www.phis.com/surface-analysis-techniques/aes.html> (aplūkots 19.10.2020.).
- [11] *Взаимодействие электронного пучка с образцом*. ЦКП ”Материаловедение и диагностика в передовых технологиях”при ФТИ им. А.Ф. Иоффе. 2010. URL: [http://www.school.ioffe.ru/phys/files/ElBeamInt\\_v.n1.0\\_1.pdf](http://www.school.ioffe.ru/phys/files/ElBeamInt_v.n1.0_1.pdf) (aplūkots 19.10.2020.).
- [12] *Different Types of SEM Imaging – BSE and Secondary Electron Imaging*. AZoMaterials. 2017. URL: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=14309> (aplūkots 19.10.2020.).
- [13] *Electron Beam Induced Current (EBIC)*. Graz University of Technology. URL: <http://lamp.tu-graz.ac.at/~hadley/sem/ebic/ebic.php> (aplūkots 19.10.2020.).

- [14] N. Yamamoto. „Cathodoluminescence of Surface Plasmon Induced Light Emission”. *The Transmission Electron Microscope*. Izdevis K. Maaz. Rijeka: IntechOpen, 2012. 15. nod. DOI: [10.5772/35244](https://doi.org/10.5772/35244).
- [15] J. Mertens u. c. „How Light Is Emitted by Plasmonic Metals”. *Nano Letters* 17.4 (2017), 2568.—2574. lpp. DOI: [10.1021/acs.nanolett.7b00332](https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.7b00332).
- [16] W. Cai u. c. „Efficient Generation of Propagating Plasmons by Electron Beams”. *Nano Letters* 9.3 (2009. g. febr.), 1176.—1181. lpp. DOI: [10.1021/nl803825n](https://doi.org/10.1021/nl803825n).
- [17] E. J. R. Vesseur u. c. „Plasmonic excitation and manipulation with an electron beam”. *MRS Bulletin* 37.8 (2012. g. aug.), 752.—760. lpp. DOI: [10.1557/mrs.2012.174](https://doi.org/10.1557/mrs.2012.174).
- [18] S. Takeno un M. Goda. „A Theory of Phonon-Like Excitations in Non-Crystalline Solids and Liquids”. *Progress of Theoretical Physics* 47.3 (1972. g. marts), 790.—806. lpp. ISSN: 0033-068X. DOI: [10.1143/PTP.47.790](https://doi.org/10.1143/PTP.47.790).
- [19] *Electron Beam Welding Process – Equipments, Working Principle with Diagram*. 2019. URL: <https://www.theweldingmaster.com/electron-beam-welding-process/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [20] Z. Cai, S. Chen un L.-W. Wang. „Dissociation path competition of radiolysis ionization-induced molecule damage under electron beam illumination”. *Chemical Science* 10.46 (2019), 10706.—10715. lpp. DOI: [10.1039/c9sc04100a](https://doi.org/10.1039/c9sc04100a).
- [21] G. B. Hoffman u. c. „Relief and trench formation on chalcogenide thin films using electron beams”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 26.6 (2008), 2478.—2483. lpp. DOI: [10.1116/1.3002564](https://doi.org/10.1116/1.3002564).
- [22] O. Shiman u. c. „Electron beam induced surface modification of amorphous Sb<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> thin film”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 358.8 (2012), 1153.—1156. lpp. DOI: [10.1016/j.jnoncrysol.2012.02.013](https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2012.02.013).
- [23] V. Bilanych u. c. „Surface patterning of Ge–As–Se thin films by electric charge accumulation”. *Thin Solid Films* 616 (2016), 86.—94. lpp. DOI: [10.1016/j.tsf.2016.07.073](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2016.07.073).
- [24] *SEM Technology Overview – Scanning Electron Microscopy*. Nanoimages LLC. 2017. URL: <https://www.nanoimages.com/sem-technology-overview/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [25] T. Sandner u. c. „Highly reflective optical coatings for high-power applications of micro scanning mirrors in the UV-VIS-NIR spectral region”. *MOEMS Display, Imaging, and Miniaturized Microsystems IV*. Izdevis H. Ürey, D. L. Dickensheets un B. P. Gogoi. 6114. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2006, 159.—173. lpp. DOI: [10.1117/12.644626](https://doi.org/10.1117/12.644626).

- [26] Ş. Korkmaz u. c. „Deposition of MgF<sub>2</sub> thin films for antireflection coating by using thermionic vacuum arc (TVA)”. *Optics Communications* 285.9 (2012), 2373.—2376. lpp. ISSN: 0030-4018. DOI: [10.1016/j.optcom.2011.12.095](https://doi.org/10.1016/j.optcom.2011.12.095).
- [27] S. Buckner un V. Agarwal. „Organic films as anti-reflective coatings on solar cells”. *Solar Energy Materials* 12.2 (1985), 131.—136. lpp. ISSN: 0165-1633. DOI: [10.1016/0165-1633\(85\)90028-0](https://doi.org/10.1016/0165-1633(85)90028-0).
- [28] B. Kumaragurubaran un S. Anandhi. „Reduction of reflection losses in solar cell using Anti Reflective coating”. *2014 International Conference on Computation of Power, Energy, Information and Communication (ICCPEIC)*. 2014. g. apr., 155.—157. lpp. DOI: [10.1109/ICCPEIC.2014.6915357](https://doi.org/10.1109/ICCPEIC.2014.6915357).
- [29] G. Oh u. c. „Broadband antireflective coatings for high efficiency In-GaP/GaAs/InGaAsP/InGaAs multi-junction solar cells”. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 207 (2020), 110359. lpp. ISSN: 0927-0248. DOI: [10.1016/j.solmat.2019.110359](https://doi.org/10.1016/j.solmat.2019.110359).
- [30] S. K. Bull u. c. „Atomic layer deposition of tungsten nitride films as protective barriers to hydrogen”. *Applied Surface Science* 507 (2020), 145019. lpp. ISSN: 0169-4332. DOI: [10.1016/j.apsusc.2019.145019](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.145019).
- [31] S. Hermannsson. „Corrosion of metals and the forming of a protective coating on the inside of pipes carrying thermal waters used by the Reykjavík Municipal District Heating Service”. *Geothermics* 2 (1970). Proceedings of the United Nations symposium on the development and utilization of geothermal resources, 1602.—1612. lpp. ISSN: 0375-6505. DOI: [10.1016/0375-6505\(70\)90484-0](https://doi.org/10.1016/0375-6505(70)90484-0).
- [32] B. Seddon u. c. „Thin film electrode: a new method for the fabrication of submicrometer band electrodes”. *Electrochimica Acta* 36.5 (1991), 763.—771. lpp. ISSN: 0013-4686. DOI: [10.1016/0013-4686\(91\)85272-9](https://doi.org/10.1016/0013-4686(91)85272-9).
- [33] S. H. Low un G. K. Lau. „Bi-axially crumpled silver thin-film electrodes for dielectric elastomer actuators”. *Smart Materials and Structures* 23.12 (2014. g. okt.), 125021. lpp. DOI: [10.1088/0964-1726/23/12/125021](https://doi.org/10.1088/0964-1726/23/12/125021).
- [34] M. M. Hasan un J. Jang. „Highly Robust Oxide Thin Film Transistors for Stretchable Electronics”. *2018 International Flexible Electronics Technology Conference (IFETC)*. 2018, 1.—3. lpp.
- [35] S. A. Maier un H. A. Atwater. „Plasmonics: Localization and guiding of electromagnetic energy in metal/dielectric structures”. *Journal of Applied Physics* 98.1 (2005), 11101. lpp. DOI: [10.1063/1.1951057](https://doi.org/10.1063/1.1951057).
- [36] K. Brahmachari un M. Ray. „Performance of admittance loci based design of plasmonic sensor at infrared wavelength”. *Optical Engineering* 52.8 (2013), 1.—9. lpp. DOI: [10.1117/1.OE.52.8.087112](https://doi.org/10.1117/1.OE.52.8.087112).
- [37] Y. Lu u. c. „Adding a thin metallic plasmonic layer to silicon thin film solar cells”. *physica status solidi c* 8.3 (2011), 843.—845. lpp. DOI: [10.1002/pssc.201000224](https://doi.org/10.1002/pssc.201000224).

- [38] E. T. Arakawa, M. S. Chung un M. W. Williams. „Self-supporting thin films—parting agent”. *Review of Scientific Instruments* 48.6 (1977), 707.—708. lpp. DOI: [10.1063/1.1135088](https://doi.org/10.1063/1.1135088).
- [39] Z. Kaddachi u. c. „Design and development of spin coating system”. *2016 17th International Conference on Sciences and Techniques of Automatic Control and Computer Engineering (STA)*. 2016, 558.—562. lpp.
- [40] L. A. Dobrzański, D. Pakula un M. Staszuk. „Chemical Vapor Deposition in Manufacturing”. *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*. Izdevis A. Y. C. Nee. London: Springer London, 2015, 2755.—2803. lpp. ISBN: 978-1-4471-4670-4. DOI: [10.1007/978-1-4471-4670-4\\_30](https://doi.org/10.1007/978-1-4471-4670-4_30).
- [41] U. Schubert. „Chemistry and Fundamentals of the Sol–Gel Process”. *The Sol-Gel Handbook*. John Wiley & Sons, Ltd, 2015. 1. nod., 1.—28. lpp. ISBN: 9783527670819. DOI: [10.1002/9783527670819.ch01](https://doi.org/10.1002/9783527670819.ch01).
- [42] B. H. Vassos u. c. „Electrochemical Preparation of Thin Metal Films as Standards on Pyrolytic Graphite”. *Analytical Chemistry* 37.13 (1965), 1653.—1656. lpp. DOI: [10.1021/ac60232a006](https://doi.org/10.1021/ac60232a006).
- [43] W. Li u. c. „Electrochemical deposition of PbI<sub>2</sub> for perovskite solar cells”. *Solar Energy* 159 (2018), 300.—305. lpp. ISSN: 0038-092X. DOI: [10.1016/j.solener.2017.10.077](https://doi.org/10.1016/j.solener.2017.10.077).
- [44] *What is thermal evaporation?* AJA International Inc. URL: <http://www.ajaint.com/what-is-thermal-evaporation.html> (aplūkots 19.10.2020.).
- [45] N. Hardy. *What is Thin Film Deposition By Thermal Evaporation?* 2013. URL: <http://www.semicore.com/news/71-thin-film-deposition-thermal-evaporation> (aplūkots 19.10.2020.).
- [46] J. Vyskočil un J. Musil. „Cathodic arc evaporation in thin film technology”. *Journal of Vacuum Science & Technology A* 10.4 (1992), 1740.—1748. lpp. DOI: [10.1116/1.577741](https://doi.org/10.1116/1.577741).
- [47] M. Hughes. *What is E-Beam Evaporation?* 2016. URL: <http://www.semicore.com/news/89-what-is-e-beam-evaporation> (aplūkots 19.10.2020.).
- [48] *A Simple Overview of Pulsed Laser Deposition (PLD)*. Oxford Instruments Plc. URL: <https://andor.oxinst.com/learning/view/article/pulsed-laser-deposition> (aplūkots 19.10.2020.).
- [49] R. K. Singh un J. Narayan. „Pulsed-laser evaporation technique for deposition of thin films: Physics and theoretical model”. *Phys. Rev. B* 41 (13 1990. g. maijs), 8843.—8859. lpp. DOI: [10.1103/PhysRevB.41.8843](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.41.8843).
- [50] F. C. Ding un W. J. M. Brok. *Method and system for continuous or semi-continuous laser deposition*. 2010. URL: <https://patents.google.com/patent/US20100310788> (aplūkots 19.10.2020.).
- [51] M. Hughes. *What is DC Sputtering?* 2016. URL: <http://www.semicore.com/news/94-what-is-dc-sputtering> (aplūkots 19.10.2020.).

- [52] M. Hughes. *What is RF Sputtering?* 2016. URL: <http://www.semicore.com/news/92-what-is-rf-sputtering> (aplūkots 19.10.2020.).
- [53] *Ion Beam Sputter Deposition*. Angstrom Engineering Inc. URL: <https://angstromengineering.com/tech/ion-beam-processing/ion-beam-sputter-deposition/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [54] L. Holland un G. Siddall. „Reactive sputtering and associated plant design”. *Vacuum* 3.3 (1953), 245.—253. lpp. ISSN: 0042-207X. DOI: [10.1016/0042-207X\(53\)90563-6](https://doi.org/10.1016/0042-207X(53)90563-6).
- [55] H. Liu u. c. „Growth rate induced monoclinic to tetragonal phase transition in epitaxial BiFeO<sub>3</sub> (001) thin films”. *Applied Physics Letters* 98.10 (2011), 102902. lpp. DOI: [10.1063/1.3561757](https://doi.org/10.1063/1.3561757).
- [56] J. Gan u. c. „Influence of target power on properties of Cu<sub>x</sub>O thin films prepared by reactive radio frequency magnetron sputtering”. *Thin Solid Films* 594 (2015). Transparent Conductive Materials, TCM Series (2014), 250.—255. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2015.05.029](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.05.029).
- [57] K. C. Das u. c. „Surface and interface studies of RF sputtered HfO<sub>2</sub> thin films with working pressure and gas flow ratio”. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 26.8 (2015), 6025.—6031. lpp. DOI: [10.1007/s10854-015-3179-9](https://doi.org/10.1007/s10854-015-3179-9).
- [58] N. L. Raveendran u. c. „Phase evolution and magnetic properties of DC sputtered Fe-Ga (Galfenol) thin films with growth temperatures”. *Journal of Alloys and Compounds* 704 (2017), 420.—424. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.01.276](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.276).
- [59] A. Kumar, D. K. Pandya un S. Chaudhary. „Electric field assisted sputtering of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> thin films and reduction in anti-phase boundaries”. *Journal of Applied Physics* 112.7 (2012), 73909. lpp. DOI: [10.1063/1.4757012](https://doi.org/10.1063/1.4757012).
- [60] X. F. Zheng u. c. „The Adhesion Testing and Analysis for NiCr/NiSi Thin-Film Sensor”. *Mechatronics and Intelligent Materials II*. 490. sējums. Advanced Materials Research. Trans Tech Publications Ltd, 2012. g. apr., 3748.—3752. lpp. DOI: [10.4028/www.scientific.net/AMR.490-495.3748](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.490-495.3748).
- [61] N. Wakiya u. c. „Progress and impact of magnetic field application during pulsed laser deposition (PLD) on ceramic thin films”. *Journal of the Ceramic Society of Japan* 125.12 (2017), 856.—865. lpp. DOI: [10.2109/jcersj2.17150](https://doi.org/10.2109/jcersj2.17150).
- [62] S. Sérgio u. c. „Influence of O<sub>2</sub> partial pressure on the growth of nanostructured anatase phase TiO<sub>2</sub> thin films prepared by DC reactive magnetron sputtering”. *Materials Chemistry and Physics* 126.1 (2011), 73.—81. lpp. ISSN: 0254-0584. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2010.12.008](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.12.008).
- [63] P. Barna un M. Adamik. „Fundamental structure forming phenomena of polycrystalline films and the structure zone models”. *Thin Solid Films* 317.1 (1998), 27.—33. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/S0040-6090\(97\)00503-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00503-8).



- [64] C. Xue un J. Zhou. „An atomistic study of growth mode and microstructure evolution of amorphous carbon films by different incident carbon atoms”. *Applied Surface Science* 314 (2014), 973.—982. lpp. ISSN: 0169-4332. DOI: [10.1016/j.apsusc.2014.06.133](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.06.133).
- [65] E. Alfonso, J. Olaya un G. Cubillos. „Thin Film Growth Through Sputtering Technique and Its Applications”. *Crystallization*. Izdevis M. R. B. Andreetta. Rijeka: IntechOpen, 2012. 15. nod. DOI: [10.5772/35844](https://doi.org/10.5772/35844).
- [66] I. Markov un S. Stoyanov. „Mechanisms of epitaxial growth”. *Contemporary Physics* 28.3 (1987), 267.—320. lpp. DOI: [10.1080/00107518708219073](https://doi.org/10.1080/00107518708219073).
- [67] F. V. Brooks. „Lithography”. *Encyclopædia Britannica*. Izdevis H. Chisholm. 11. izdev. Cambridge University Press, 1911, 785.—789. lpp.
- [68] A. Béguin. *Lithography - Definition and historical outline*. URL: <https://www.polymetaal.nl/beguin/mapl/lithography/lithodefinition.htm> (aplūkots 19.10.2020.).
- [69] L. M. Cox u. c. „Nanoimprint lithography: Emergent materials and methods of actuation”. *Nano Today* 31 (2020), 100838. lpp. ISSN: 1748-0132. DOI: [10.1016/j.nantod.2019.100838](https://doi.org/10.1016/j.nantod.2019.100838).
- [70] S. Gilles u. c. „UV nanoimprint lithography with rigid polymer molds”. *Microelectronic Engineering* 86.4 (2009). MNE '08, 661.—664. lpp. ISSN: 0167-9317. DOI: [10.1016/j.mee.2008.12.051](https://doi.org/10.1016/j.mee.2008.12.051).
- [71] T. Han u. c. „Fabrication of low loss Chalcogenide glass waveguide via thermal nanoimprint lithography”. *2010 Conference on Optoelectronic and Microelectronic Materials and Devices*. 2010, 53.—54. lpp.
- [72] E. Martínez un J. Samitier. „Soft Lithography and Variants”. *Generating Micro- and Nanopatterns on Polymeric Materials*. John Wiley & Sons, Ltd, 2011. 4. nod., 57.—68. lpp. ISBN: 9783527633449. DOI: [10.1002/9783527633449.ch4](https://doi.org/10.1002/9783527633449.ch4).
- [73] A. Bardea un A. Yoffe. „Magneto-Lithography, a Simple and Inexpensive Method for High Throughput, Surface Patterning”. *IEEE Transactions on Nanotechnology* 16.3 (2017), 439.—444. lpp.
- [74] J. Kouba u. c. „Fabrication of large-area x-rays masks for UDXRL on beryllium using thin film UV lithography and x-ray backside exposure”. *Micromachining and Microfabrication Process Technology IX*. Izdevis M. A. Maher un J. F. Jakubczak. 5342. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2003, 173.—181. lpp. DOI: [10.1117/12.531598](https://doi.org/10.1117/12.531598).
- [75] M. Al-Amri, Z. Liao un M. S. Zubairy. „Chapter 8 - Beyond the Rayleigh Limit in Optical Lithography”. *Advances in Atomic, Molecular, and Optical Physics*. Izdevis P. Berman, E. Arimondo un C. Lin. 61. sējums. Advances In Atomic, Molecular, and Optical Physics. Academic Press, 2012, 409.—466. lpp. DOI: [10.1016/B978-0-12-396482-3.00008-9](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-396482-3.00008-9).

- [76] Y. Sohda, S. Tanimoto un H. Ohta. „Simulation of Limited-Area Cathode as Mask-Irradiation Source”. *Japanese Journal of Applied Physics* 46.11 (2007. g. nov.), 7504.—7508. lpp. DOI: [10.1143/jjap.46.7504](https://doi.org/10.1143/jjap.46.7504).
- [77] J. C. Wolfe un B. P. Craver. „Neutral particle lithography: a simple solution to charge-related artefacts in ion beam proximity printing”. *Journal of Physics D: Applied Physics* 41.2 (2008. g. janv.), 24007. lpp. DOI: [10.1088/0022-3727/41/2/024007](https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/2/024007).
- [78] P. C. Allen un P. A. Warkentin. „A Comparison of Optical Gaussian Beam Lithography with Conventional E-beam and Optical Lithography”. *Optical/Laser Microlithography II*. Izdevis B. J. Lin. 1088. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 1989, 12.—24. lpp. DOI: [10.1117/12.953130](https://doi.org/10.1117/12.953130).
- [79] J. Fischer un M. Wegener. „Three-dimensional optical laser lithography beyond the diffraction limit”. *Laser & Photonics Reviews* 7.1 (2013), 22.—44. lpp. DOI: [10.1002/lpor.201100046](https://doi.org/10.1002/lpor.201100046).
- [80] C. Zhang u. c. „Nanopillar array with a  $\lambda/11$  diameter fabricated by a kind of visible CW laser direct lithography system”. *Nanoscale Research Letters* 8.1 (2013. g. jūn.), 280. lpp. DOI: [10.1186/1556-276x-8-280](https://doi.org/10.1186/1556-276x-8-280).
- [81] S. Zhan, Y. Liang un X. Li. „High-resolution laser lithography based on vortex laser and composite layer”. *Advanced Laser Processing and Manufacturing*. Izdevis M. Zhong u. c. 10018. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2016, 19.—26. lpp. DOI: [10.1117/12.2245740](https://doi.org/10.1117/12.2245740).
- [82] M. Cutroneo u. c. „Micro-patterns fabrication using focused proton beam lithography”. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 371 (2016). The 22nd International Conference on Ion Beam Analysis (IBA 2015), 344.—349. lpp. ISSN: 0168-583X. DOI: [10.1016/j.nimb.2015.10.006](https://doi.org/10.1016/j.nimb.2015.10.006).
- [83] F. Watt u. c. „Ion Beam Litography and Nanofabrication: A Review”. *International Journal of Nanoscience* 04.03 (2005), 269.—286. lpp. DOI: [10.1142/S0219581X05003139](https://doi.org/10.1142/S0219581X05003139).
- [84] A. Jeffries u. c. „Gallium nitride grown by molecular beam epitaxy at low temperatures”. *Thin Solid Films* 642 (2017), 25.—30. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2017.07.066](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2017.07.066).
- [85] *DeBroglie Wavelength*. Georgia State University. URL: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/quantum/debrog2.html> (aplūkots 19.10.2020.).
- [86] H. Igarashi u. c. „Generation of 10W, 1ns Deep Ultraviolet Pulse at 193nm”. *2019 Conference on Lasers and Electro-Optics Europe European Quantum Electronics Conference (CLEO/Europe-EQEC)*. 2019, 1.—1. lpp.
- [87] Z. Lou u. c. „Bright high harmonic generation around 30 nm and 10 nm for seeding full coherent XFEL”. *Optical Measurement Systems for Industrial Inspection XI*. Izdevis P. Lehmann, W. Osten un A. A. G. Jr. 11056. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2019, 668.—673. lpp. DOI: [10.1117/12.2526238](https://doi.org/10.1117/12.2526238).

- [88] Z. Ye u. c. „Preparation of hole array and dot array by holographic lithography system”. *2015 International Conference on Optoelectronics and Microelectronics (ICOM)*. 2015, 422.—426. lpp.
- [89] „Fabrication of periodical nanostructures using electron interference fringes”. *Microelectronic Engineering* 30.1 (1996). Micro- and Nano-Engineering 95, 435.—438. lpp. ISSN: 0167-9317. DOI: [10.1016/0167-9317\(95\)00281-2](https://doi.org/10.1016/0167-9317(95)00281-2).
- [90] S. Matsui. „Nanostructure fabrication using electron beam and its application to nanometer devices”. *Proceedings of the IEEE* 85.4 (1997), 629.—643. lpp.
- [91] J. Fujita u. c. „Atomic beam holography for nanofabrication”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 16.6 (1998), 3855.—3858. lpp. DOI: [10.1116/1.590423](https://doi.org/10.1116/1.590423).
- [92] H. Nishihara u. c. „Direct writing of optical gratings using a scanning electron microscope”. *Appl. Opt.* 17.15 (1978. g. aug.), 2342.—2345. lpp. DOI: [10.1364/AO.17.002342](https://doi.org/10.1364/AO.17.002342).
- [93] Y. Handa u. c. „Scanning-electron-microscope-written gratings in chalcogenide films for optical integrated circuits”. *Appl. Opt.* 18.2 (1979. g. janv.), 248.—252. lpp. DOI: [10.1364/AO.18.000248](https://doi.org/10.1364/AO.18.000248).
- [94] M. Mitkova u. c. „Thermal and photodiffusion of Ag in S-rich Ge–S amorphous films”. *Thin Solid Films* 449.1 (2004), 248.—253. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2003.10.077](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2003.10.077).
- [95] A. G. Fitzgerald. „The origin of electron beam patterning in silver/amorphous chalcogenide bilayers”. *Journal of Materials Science* 50.6 (2015. g. janv.), 2626.—2633. lpp. DOI: [10.1007/s10853-015-8849-8](https://doi.org/10.1007/s10853-015-8849-8).
- [96] J. Orava u. c. „Reversible migration of silver on memorized pathways in Ag-Ge<sub>40</sub>S<sub>60</sub> films”. *AIP Advances* 5.7 (2015), 77134. lpp. DOI: [10.1063/1.4927006](https://doi.org/10.1063/1.4927006).
- [97] N. Yoshida un K. Tanaka. „Ag migration in Ag–As–S glasses induced by electron-beam irradiation”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 210.2 (1997), 119.—129. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/S0022-3093\(96\)00608-4](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(96)00608-4).
- [98] V. Bilanych u. c. „Electron-beam induced surface relief shape inversion in amorphous Ge<sub>4</sub>As<sub>4</sub>Se<sub>92</sub> thin films”. *Thin Solid Films* 571 (2014), 175.—179. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2014.10.067](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2014.10.067).
- [99] K. Tanaka. „Electron beam induced reliefs in chalcogenide glasses”. *Applied Physics Letters* 70.2 (1997), 261.—263. lpp. DOI: [10.1063/1.118356](https://doi.org/10.1063/1.118356).
- [100] *What are e-beam resists composed of and how do they work?* Allresist GmbH. URL: <http://www.allresist.com/resist-wiki-what-are-e-beam-resists-composed-of-and-how-do-they-work/> (aplükots 19.10.2020.).
- [101] *Spin Coating: Complete Guide to Theory and Techniques*. Ossila Ltd. URL: <https://www.ossila.com/pages/spin-coating> (aplükots 19.10.2020.).

- [102] R. D. Heidenreich u. c. „Fundamental aspects of electron beam lithography. I. Depth-dose response of polymeric electron beam resists”. *Journal of Applied Physics* 44.9 (1973), 4039.—4047. lpp. DOI: [10.1063/1.1662892](https://doi.org/10.1063/1.1662892).
- [103] L. F. Thompson u. c. „Fundamental aspects of electron beam lithography. II. Low-voltage exposure of negative resists”. *Journal of Applied Physics* 44.9 (1973), 4048.—4051. lpp. DOI: [10.1063/1.1662893](https://doi.org/10.1063/1.1662893).
- [104] C. Vieu u. c. „Electron beam lithography: resolution limits and applications”. *Applied Surface Science* 164.1 (2000). Surface Science in Micro & Nanotechnology, 111.—117. lpp. ISSN: 0169-4332. DOI: [10.1016/S0169-4332\(00\)00352-4](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(00)00352-4).
- [105] B. Cord u. c. „Limiting factors in sub-10nm scanning-electron-beam lithography”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 27.6 (2009), 2616.—2621. lpp. DOI: [10.1116/1.3253603](https://doi.org/10.1116/1.3253603).
- [106] V. R. Manfrinato u. c. „Resolution Limits of Electron-Beam Lithography toward the Atomic Scale”. *Nano Letters* 13.4 (2013. g. marts), 1555.—1558. lpp. DOI: [10.1021/nl304715p](https://doi.org/10.1021/nl304715p).
- [107] *PMMA Processing*. McGill Nanotools Microfab. URL: <http://mnm.physics.mcgill.ca/content/pmma-processing> (aplūkots 19.10.2020.).
- [108] *Wet Etching*. EESemi Co. 2004. URL: <https://www.eesemi.com/wetetch.htm> (aplūkots 19.10.2020.).
- [109] P. Laube. *Dry Etching: Dry etch processes*. URL: <https://www.halbleiter.org/en/dryetching/etchprocesses/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [110] *Lift-off Processes with Photoresist*. MicroChemicals GmbH. URL: [https://www.microchemicals.eu/technical\\_information/lift\\_off\\_photoresist.pdf](https://www.microchemicals.eu/technical_information/lift_off_photoresist.pdf) (aplūkots 19.10.2020.).
- [111] *Lift-off Techniques*. UC Santa Barbara Nanofabrication Facility. URL: <https://signupmonkey.ece.ucsb.edu/wiki/images/b/bc/Liftoff-Techniques.pdf> (aplūkots 19.10.2020.).
- [112] T. O’Keeffe un R. Handy. „Fabrication of planar silicon transistors without photoresist”. *Solid-State Electronics* 11.2 (1968), 261.—266. lpp. ISSN: 0038-1101. DOI: [10.1016/0038-1101\(68\)90087-7](https://doi.org/10.1016/0038-1101(68)90087-7).
- [113] V. R. Tirumala u. c. „Direct-write e-beam patterning of stimuli-responsive hydrogel nanostructures”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 23.6 (2005), 3124.—3128. lpp. DOI: [10.1116/1.2062649](https://doi.org/10.1116/1.2062649).
- [114] R. A. Jones u. c. „Direct write electron beam patterning of DNA complex thin films”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 26.6 (2008), 2567.—2571. lpp. DOI: [10.1116/1.2993258](https://doi.org/10.1116/1.2993258).

- [115] X. M. Lin, R. Parthasarathy un H. M. Jaeger. „Direct patterning of self-assembled nanocrystal monolayers by electron beams”. *Applied Physics Letters* 78.13 (2001), 1915.—1917. lpp. DOI: [10.1063/1.1358363](https://doi.org/10.1063/1.1358363).
- [116] E. Vateva, M. Nikifirova un E. Skordeva. „Ge-As-S selective solubility”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 77-78 (1985). Proceedings of the Eleventh International Conference on Amorphous and Liquid Semiconductors, 1133.—1136. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/0022-3093\(85\)90858-0](https://doi.org/10.1016/0022-3093(85)90858-0).
- [117] J. Teteris u. c. „Amorphous chalcogenide semiconductor resists for holography and electron-beam lithography”. *Photonics, Devices, and Systems*. Izdevis M. Hrabovsky, P. Tomanek un M. Miler. 4016. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 1999, 217.—221. lpp. DOI: [10.1117/12.373626](https://doi.org/10.1117/12.373626).
- [118] K. Petkov, M. Sachatchieva un J. Dikova. „Selective dissolution of thin  $As_xS_{100-x}$  films”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 101.1 (1988), 37.—40. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/0022-3093\(88\)90366-3](https://doi.org/10.1016/0022-3093(88)90366-3).
- [119] V. Kolbjonoks u. c. „Amorphous As-S-Se semiconductor thin films for holography and lithography”. *Holography: Advances and Modern Trends II*. Izdevis M. Hrabovský, M. Miler un J. T. Sheridan. 8074. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2011, 224.—230. lpp. DOI: [10.1117/12.886837](https://doi.org/10.1117/12.886837).
- [120] A. Yoshikawa u. c. „A new inorganic electron resist of high contrast”. *Applied Physics Letters* 31.3 (1977), 161.—163. lpp. DOI: [10.1063/1.89624](https://doi.org/10.1063/1.89624).
- [121] C. McHardy u. c. „The dissolution of metals in amorphous chalcogenides and the effects of electron and ultraviolet radiation”. *Journal of Physics C: Solid State Physics* 20.26 (1987. g. sept.), 4055.—4075. lpp. DOI: [10.1088/0022-3719/20/26/010](https://doi.org/10.1088/0022-3719/20/26/010).
- [122] D. Drouin u. c. „Method for fabricating submicron silicide structures on silicon using a resistless electron beam lithography process”. *Applied Physics Letters* 70.22 (1997), 3020.—3022. lpp. DOI: [10.1063/1.118736](https://doi.org/10.1063/1.118736).
- [123] E. Lavallée u. c. „Study of the effect of layer thickness, beam energy, and metal density on the resistless silicide direct-write electron-beam lithography process for the fabrication of nanostructures”. *Journal of Vacuum Science & Technology A* 18.2 (2000), 681.—684. lpp. DOI: [10.1116/1.582247](https://doi.org/10.1116/1.582247).
- [124] E. Lavallée, D. Drouin un J. Beauvais. „Resistless electron beam lithography technique for the fabrication of x-ray masks”. *17th European Conference on Mask Technology for Integrated Circuits and Microcomponents*. Izdevis U. F. W. Behringer. 4349. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2001, 10.—12. lpp. DOI: [10.1117/12.425086](https://doi.org/10.1117/12.425086).
- [125] N. Jiang. „On the spatial resolution limit of direct-write electron beam lithography”. *Microelectronic Engineering* 168 (2017), 41.—44. lpp. ISSN: 0167-9317. DOI: [10.1016/j.mee.2016.10.016](https://doi.org/10.1016/j.mee.2016.10.016).

- [126] I. G. Salisbury u. c. „Nanometer scale electron beam lithography in inorganic materials”. *Applied Physics Letters* 45.12 (1984), 1289.—1291. lpp. DOI: [10.1063/1.95115](https://doi.org/10.1063/1.95115).
- [127] D. J. Oostra, A. Haring un A. E. De Vries. „Electron-induced etching of silicon by SF<sub>6</sub>”. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 16.4 (1986), 364.—368. lpp. ISSN: 0168-583X. DOI: [10.1016/0168-583X\(86\)90097-2](https://doi.org/10.1016/0168-583X(86)90097-2).
- [128] K. Akita u. c. „Etching of GaAs for patterning by irradiation with an electron beam and Cl<sub>2</sub> molecules”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena* 7.6 (1989), 1471.—1474. lpp. DOI: [10.1116/1.584514](https://doi.org/10.1116/1.584514).
- [129] P. Roediger u. c. „Crystallinity-retaining removal of germanium by direct-write focused electron beam induced etching”. *Journal of Vacuum Science & Technology B* 29.4 (2011), 41801. lpp. DOI: [10.1116/1.3596563](https://doi.org/10.1116/1.3596563).
- [130] E. M. Clausen u. c. „Positive and negative “resistless” lithography of GaAs by electron beam exposure and thermal Cl<sub>2</sub> etching”. *Applied Physics Letters* 57.10 (1990), 1043.—1045. lpp. DOI: [10.1063/1.103560](https://doi.org/10.1063/1.103560).
- [131] L. Frank, E. Mikmeková un M. Lejeune. „Treatment of surfaces with low-energy electrons”. *Applied Surface Science* 407 (2017), 105.—108. lpp. ISSN: 0169-4332. DOI: [10.1016/j.apsusc.2017.02.131](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.02.131).
- [132] S. Matsui un K. Mori. „New selective deposition technology by electron-beam induced surface reaction”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena* 4.1 (1986), 299.—304. lpp. DOI: [10.1116/1.583317](https://doi.org/10.1116/1.583317).
- [133] R. Winkler u. c. „3D nanoprinting via focused electron beams”. *Journal of Applied Physics* 125.21 (2019), 210901. lpp. DOI: [10.1063/1.5092372](https://doi.org/10.1063/1.5092372).
- [134] A. H. Heffernan u. c. „Focussed electron beam induced deposition of platinum plasmonic antennae”. *Advanced Fabrication Technologies for Micro/Nano Optics and Photonics XI*. Izdevis G. von Freymann, W. V. Schoenfeld un R. C. Rumpf. 10544. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2018, 50.—56. lpp. DOI: [10.1117/12.2289380](https://doi.org/10.1117/12.2289380).
- [135] L. Berger u. c. „Gas-assisted silver deposition with a focused electron beam”. *Beilstein Journal of Nanotechnology* 9 (2018), 224.—232. lpp. ISSN: 2190-4286. DOI: [10.3762/bjnano.9.24](https://doi.org/10.3762/bjnano.9.24).
- [136] J. M. D. Teresa u. c. „Review of magnetic nanostructures grown by focused electron beam induced deposition (FEBID)”. *Journal of Physics D: Applied Physics* 49.24 (2016. g. maijs), 243003. lpp. DOI: [10.1088/0022-3727/49/24/243003](https://doi.org/10.1088/0022-3727/49/24/243003).
- [137] M. Moczala u. c. „Fabrication and characterization of micromechanical bridges with strain sensors deposited using focused electron beam induced technology”. *Microelectronic Engineering* 176 (2017). Micro- and Nano-Fabrication, 111.—115. lpp. ISSN: 0167-9317. DOI: [10.1016/j.mee.2017.03.009](https://doi.org/10.1016/j.mee.2017.03.009).

- [138] D. Belić u. c. „Direct writing of gold nanostructures with an electron beam: On the way to pure nanostructures by combining optimized deposition with oxygen-plasma treatment”. *Beilstein Journal of Nanotechnology* 8 (2017), 2530.—2543. lpp. ISSN: 2190-4286. DOI: [10.3762/bjnano.8.253](https://doi.org/10.3762/bjnano.8.253).
- [139] S. J. Randolph, J. D. Fowlkes un P. D. Rack. „Effects of heat generation during electron-beam-induced deposition of nanostructures”. *Journal of Applied Physics* 97.12 (2005), 124312. lpp. DOI: [10.1063/1.1942627](https://doi.org/10.1063/1.1942627).
- [140] A. Perentes un P. Hoffmann. „Oxygen assisted focused electron beam induced deposition of Si-containing materials: Growth dynamics”. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 25.6 (2007), 2233.—2238. lpp. DOI: [10.1116/1.2798746](https://doi.org/10.1116/1.2798746).
- [141] M. A. Bruk u. c. „Mask image formation by electron beam deposition from vapor phase”. *Micro- and Nanoelectronics 2007*. Izdevis K. A. Valiev un A. A. Orlikovsky. 7025. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2008, 53.—60. lpp. DOI: [10.1117/12.802355](https://doi.org/10.1117/12.802355).
- [142] A. N. Broers u. c. „Electron-beam fabrication of 80-Å metal structures”. *Applied Physics Letters* 29.9 (1976), 596.—598. lpp. DOI: [10.1063/1.89155](https://doi.org/10.1063/1.89155).
- [143] K. Rykaczewski, W. B. White un A. G. Fedorov. „Analysis of electron beam induced deposition (EBID) of residual hydrocarbons in electron microscopy”. *Journal of Applied Physics* 101.5 (2007), 54307. lpp. DOI: [10.1063/1.2437065](https://doi.org/10.1063/1.2437065).
- [144] D. Lau u. c. „Electron-Beam-Induced Carbon Contamination on Silicon: Characterization Using Raman Spectroscopy and Atomic Force Microscopy”. *Microscopy and Microanalysis* 16.1 (2010), 13.—20. lpp. DOI: [10.1017/S1431927609991206](https://doi.org/10.1017/S1431927609991206).
- [145] G. S. Zhdanov, A. D. Manukhova un M. S. Lozhkin. „Controlling the growth dynamics of carbon nanotips on substrates irradiated by a focused electron beam”. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics* 78.9 (2014. g. sept.), 881.—885. lpp. DOI: [10.3103/s1062873814090342](https://doi.org/10.3103/s1062873814090342).
- [146] G. S. Zhdanov, M. S. Lozhkin un A. D. Manukhova. „Anomalous asymmetry of carbon nanopillar growth on both sides of a thin substrate irradiated with a focused electron beam”. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques* 11.5 (2017. g. okt.), 969.—972. lpp. DOI: [10.1134/s1027451017050172](https://doi.org/10.1134/s1027451017050172).
- [147] K. Ueda un M. Yoshimura. „Fabrication of nanofigures by focused electron beam-induced deposition”. *Thin Solid Films* 464-465 (2004). Proceedings of the 7th International Symposium on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures, 331.—334. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2004.06.078](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2004.06.078).

- [148] B. Bagley un W. Northover. „Electron microscopic observations of thermally induced transformations in amorphous chalcogenide thin films”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2 (1970). Proceedings of the Symposium on Semiconductor Effects in Amorphous Solids, 161.—169. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/0022-3093\(70\)90132-8](https://doi.org/10.1016/0022-3093(70)90132-8).
- [149] J. S. Romero, A. G. Fitzgerald un K. Mietzsch. „Electron irradiation induced expansion in amorphous chalcogenide films”. *Journal of Applied Physics* 91.12 (2002), 9572.—9574. lpp. DOI: [10.1063/1.1478135](https://doi.org/10.1063/1.1478135).
- [150] C. Cserháti u. c. „Direct surface relief formation by e-beam in amorphous chalcogenide layers”. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 28.10 (2016), 7024.—7028. lpp. DOI: [10.1007/s10854-016-6076-y](https://doi.org/10.1007/s10854-016-6076-y).
- [151] O. Shylenko u. c. „Evaluation of sensitivity of Ge<sub>9</sub>As<sub>9</sub>Se<sub>82</sub> and Ge<sub>16</sub>As<sub>24</sub>Se<sub>60</sub> thin films to irradiation with electron beam”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 505 (2019), 37.—42. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/j.jnoncrysol.2018.10.042](https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.10.042).
- [152] R. Debnath, N. Nusbar un A. Fitzgerald. „Electron beam induced chemical modification of amorphous chalcogenide–metal bilayers and its application”. *Applied Surface Science* 243.1 (2005), 228.—231. lpp. ISSN: 0169-4332. DOI: [10.1016/j.apsusc.2004.09.067](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.09.067).
- [153] R. K. Debnath, A. G. Fitzgerald un N. Nusbar. „Electron beam fabrication of masks in amorphous metalchalcogenide bilayers”. *Journal of Physics: Conference Series* 26 (2006. g. febr.), 211.—214. lpp. DOI: [10.1088/1742-6596/26/1/050](https://doi.org/10.1088/1742-6596/26/1/050).
- [154] C. Lutz, T. Hasegawa un T. Chikyow. „Ag<sub>2</sub>S atomic switch-based ‘tug of war’ for decision making”. *Nanoscale* 8 (29 2016), 14031.—14036. lpp. DOI: [10.1039/C6NR00690F](https://doi.org/10.1039/C6NR00690F).
- [155] C. Lutz u. c. „P-type polymer-based Ag<sub>2</sub>S atomic switch for “tug of war” operation”. *Japanese Journal of Applied Physics* 56.6S1 (2017. g. apr.), 06GF03. DOI: [10.7567/jjap.56.06gf03](https://doi.org/10.7567/jjap.56.06gf03).
- [156] A. Fitzgerald un C. McHardy. „Electron spectroscopy and diffraction studies of metal contact reactions in amorphous chalcogenides”. *Surface Science* 162.1 (1985), 568.—578. lpp. ISSN: 0039-6028. DOI: [10.1016/0039-6028\(85\)90950-1](https://doi.org/10.1016/0039-6028(85)90950-1).
- [157] R. Garcia, A. W. Knoll un E. Riedo. „Advanced scanning probe lithography”. *Nature Nanotechnology* 9.8 (2014. g. aug.), 577.—587. lpp. DOI: [10.1038/nnano.2014.157](https://doi.org/10.1038/nnano.2014.157).
- [158] S. Kassavetis, K. Mitsakakis un S. Logothetidis. „Nanoscale patterning and deformation of soft matter by scanning probe microscopy”. *Materials Science and Engineering: C* 27.5 (2007). EMRS 2006 Symposium A: Current Trends in Nanoscience - from Materials to Applications, 1456.—1460. lpp. ISSN: 0928-4931. DOI: [10.1016/j.msec.2006.08.004](https://doi.org/10.1016/j.msec.2006.08.004).



- [159] P. C. Paul. „Chapter 16 - Thermal scanning probe lithography”. *Materials and Processes for Next Generation Lithography*. Izdevis A. Robinson un R. Lawson. 11. sējums. *Frontiers of Nanoscience*. Elsevier, 2016, 543.—561. lpp. DOI: [10.1016/B978-0-08-100354-1.00016-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100354-1.00016-8).
- [160] E. Albisetti u. c. „Thermochemical scanning probe lithography of protein gradients at the nanoscale”. *Nanotechnology* 27.31 (2016. g. jūn.), 315302. lpp. DOI: [10.1088/0957-4484/27/31/315302](https://doi.org/10.1088/0957-4484/27/31/315302).
- [161] G. Liu u. c. „Development of Dip-Pen Nanolithography (DPN) and Its Derivatives”. *Small* 15.21 (2019), 1900564. lpp. DOI: [10.1002/smll.201900564](https://doi.org/10.1002/smll.201900564).
- [162] R. Garcia u. c. „Nanopatterning of carbonaceous structures by field-induced carbon dioxide splitting with a force microscope”. *Applied Physics Letters* 96.14 (2010), 143110. lpp. DOI: [10.1063/1.3374885](https://doi.org/10.1063/1.3374885).
- [163] I. Suez u. c. „High-Field Scanning Probe Lithography in Hexadecane: Transitioning from Field Induced Oxidation to Solvent Decomposition through Surface Modification”. *Advanced Materials* 19.21 (2007), 3570.—3573. lpp. DOI: [10.1002/adma.200700716](https://doi.org/10.1002/adma.200700716).
- [164] K. Wilder u. c. „Nanometer-scale patterning and individual current-controlled lithography using multiple scanning probes”. *Review of Scientific Instruments* 70.6 (1999), 2822.—2827. lpp. DOI: [10.1063/1.1149802](https://doi.org/10.1063/1.1149802).
- [165] Y. K. Ryu un R. Garcia. „Advanced oxidation scanning probe lithography”. *Nanotechnology* 28.14 (2017. g. marts), 142003. lpp. DOI: [10.1088/1361-6528/aa5651](https://doi.org/10.1088/1361-6528/aa5651).
- [166] M. Kaestner u. c. „Advanced electric-field scanning probe lithography on molecular resist using active cantilever”. *Alternative Lithographic Technologies VII*. Izdevis D. J. Resnick un C. Bencher. 9423. sējums. International Society for Optics un Photonics. SPIE, 2015, 63.—78. lpp. DOI: [10.1117/12.2085846](https://doi.org/10.1117/12.2085846).
- [167] S. F. Lyuksyutov u. c. „Electrostatic nanolithography in polymers using atomic force microscopy”. *Nature Materials* 2.7 (2003. g. jūn.), 468.—472. lpp. DOI: [10.1038/nmat926](https://doi.org/10.1038/nmat926).
- [168] K. Sugawara, T. Gotoh un K. Tanaka. „Scanning tunneling nanolithography of amorphous GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> films”. *Applied Physics Letters* 79.10 (2001), 1549.—1551. lpp. DOI: [10.1063/1.1400775](https://doi.org/10.1063/1.1400775).
- [169] G. B. Kauffman un I. Mayo. „The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications”. *The Chemical Educator* 2.2 (1997. g. jūn.), 1.—21. lpp. DOI: [10.1007/s00897970111a](https://doi.org/10.1007/s00897970111a).
- [170] *Definition of Austenite by Merriam-Webster*. Merriam-Webster Online Dictionary. URL: <https://www.merriam-webster.com/dictionary/austenite> (aplūkots 21.10.2020.).
- [171] *Definition of Martensite by Merriam-Webster*. Merriam-Webster Online Dictionary. URL: <https://www.merriam-webster.com/dictionary/martensite> (aplūkots 26.10.2020.).

- [172] M. Back un R. White. „Peripheral Endovascular Interventions”. Izdevis T. J. Fogarty un R. A. White. Springer Science & Business Media, 2013. g. marts. 15. nod., 232. lpp.
- [173] J. Kurtz. „Technology; Metals That Memorize a Shape”. *The New York Times* (1991. g. maijs), 7. lpp.
- [174] A. Aravindan u. c. „Design and Development of Temperature Sensing Mechanical Actuator using Shape Memory Alloy”. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences* (2017). ISSN: 0974-2115. URL: <https://www.jchps.com/specialissues/Special%5C%20issue%5C%207/MERS-44.pdf>.
- [175] R. J. Lockhart. *Anti-scald valve with shape memory alloy actuator*. 1995. URL: <https://patents.google.com/patent/US5584432A/en> (aplūkots 19.10.2020.).
- [176] D. J. Sandoval. *Thermal motor*. 1976. URL: <https://patents.google.com/patent/US4030298> (aplūkots 19.10.2020.).
- [177] F. Wang. *Energy conversion system*. 1978. URL: <https://patents.google.com/patent/W01980000363A1> (aplūkots 19.10.2020.).
- [178] O. N. Schipper un J. K. Ellington. „Nitinol Compression Staples in Foot and Ankle Surgery”. *Orthopedic Clinics of North America* 50.3 (2019). Unique or Select Procedures, 391.—399. lpp. ISSN: 0030-5898. DOI: [10.1016/j.ocl.2019.02.003](https://doi.org/10.1016/j.ocl.2019.02.003).
- [179] F. Auricchio, E. Boatti un M. Conti. „Chapter 12 - SMA Cardiovascular Applications and Computer-Based Design”. *Shape Memory Alloy Engineering*. Izdevis L. Lecce un A. Concilio. Boston: Butterworth-Heinemann, 2015, 343.—367. lpp. ISBN: 978-0-08-099920-3. DOI: [10.1016/B978-0-08-099920-3.00012-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099920-3.00012-7).
- [180] K. Hori, T. Namazu un S. Inoue. „Effect of Cu content on the shape memory behavior of Ti–Ni–Cu alloy thin films prepared by triple-source dc magnetron sputtering”. *Thin Solid Films* 518.21, Supplement (2010). The 10th International Symposium on Sputtering and Plasma Processes (ISSP2009), S26—S28. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2010.03.027](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.03.027).
- [181] K. Sun u. c. „The effect of Hf on the microstructure, transformation behaviors and the mechanical properties of Ti–Ni–Cu shape memory alloys”. *Journal of Alloys and Compounds* 772 (2019), 603.—611. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.09.152](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.152).
- [182] G. Karthik, B. Kashyap un T. R. Prabhu. „Processing, properties and applications of Ni–Ti–Fe shape memory alloys”. *Materials Today: Proceedings* 4.2, Part A (2017). 5th International Conference of Materials Processing and Characterization (ICMPC 2016), 3581.—3589. lpp. ISSN: 2214-7853. DOI: [10.1016/j.matpr.2017.02.250](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.02.250).

- [183] R. Basu u. c. „A systematic investigation on the role of microstructure on phase transformation behavior in Ni–Ti–Fe shape memory alloys”. *Journal of Alloys and Compounds* 645 (2015), 213.—222. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.04.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.04.224).
- [184] C. Zamponi, M. Wuttig un E. Quandt. „Ni–Ti–Ag shape memory thin films”. *Scripta Materialia* 56.12 (2007), 1075.—1077. lpp. ISSN: 1359-6462. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2007.02.021](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.02.021).
- [185] M. K. Panduranga, D. D. Shin un G. P. Carman. „Shape memory behavior of high temperature Ti–Ni–Pt thin films”. *Thin Solid Films* 515.4 (2006), 1938.—1941. lpp. ISSN: 0040-6090. DOI: [10.1016/j.tsf.2006.07.153](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2006.07.153).
- [186] F. Khaleghi u. c. „The investigation of the mechanical properties of graded high-temperature shape memory Ti–Ni–Pd alloy”. *Journal of Alloys and Compounds* 787 (2019), 882.—892. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.02.142](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.02.142).
- [187] T. Schroeder un C. Wayman. „The formation of martensite and the mechanism of the shape memory effect in single crystals of Cu–Zn alloys”. *Acta Metallurgica* 25.12 (1977), 1375.—1391. lpp. ISSN: 0001-6160. DOI: [10.1016/0001-6160\(77\)90069-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90069-4).
- [188] L. M. Schetky. „Shape-Memory Alloys”. *Scientific American* 241.5 (1979. g. nov.), 74.—82. lpp. DOI: [10.1038/scientificamerican1179-74](https://doi.org/10.1038/scientificamerican1179-74).
- [189] H. Tas, L. Delaey un A. Deruyttere. „Stress induced phase transformations and the shape memory effect in  $\beta'_1$  Cu–Al martensite”. *Scripta Metallurgica* 5.12 (1971), 1117.—1124. lpp. ISSN: 0036-9748. DOI: [10.1016/0036-9748\(71\)90184-0](https://doi.org/10.1016/0036-9748(71)90184-0).
- [190] L. Gomidželović u. c. „Thermodynamics and characterization of shape memory Cu–Al–Zn alloys”. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 25.8 (2015), 2630.—2636. lpp. ISSN: 1003-6326. DOI: [10.1016/S1003-6326\(15\)63885-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63885-7).
- [191] A. Agrawal un R. K. Dube. „Methods of fabricating Cu–Al–Ni shape memory alloys”. *Journal of Alloys and Compounds* 750 (2018), 235.—247. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.03.390](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.390).
- [192] L. Battezzati, G. Fiore un M. Massazza. „A shape memory gold alloy processed by rapid solidification”. *Journal of Alloys and Compounds* 434-435 (2007). Proceedings of the 12th International Symposium on Metastable and Nano-Materials (ISMANAM-2005), 264.—267. lpp. ISSN: 0925-8388. DOI: [10.1016/j.jallcom.2006.08.139](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.08.139).
- [193] G. Pang u. c. „Martensitic transformation and superelasticity in  $\text{Au}_7\text{Cu}_5\text{Al}_4$  shape memory alloy microwires”. *Intermetallics* 112 (2019), 106527. lpp. ISSN: 0966-9795. DOI: [10.1016/j.intermet.2019.106527](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2019.106527).
- [194] T. Ohba u. c. „Temperature dependence of lattice parameters in  $\zeta'_2$  Au – 49.5 at.%Cd martensite and the relationship between parent and martensite”. *Scripta Materialia* 49.4 (2003), 291.—295. lpp. ISSN: 1359-6462. DOI: [10.1016/S1359-6462\(03\)00286-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(03)00286-0).

- [195] R. Oshima. „Successive martensitic transformations in Fe-Pd alloys”. *Scripta Metallurgica* 15.8 (1981), 829.—833. lpp. ISSN: 0036-9748. DOI: [10.1016/0036-9748\(81\)90260-X](https://doi.org/10.1016/0036-9748(81)90260-X).
- [196] C. H. Sonu un T. J. O’Keefe. „Characterization of phase transformation behavior in electrolytically produced indium-thallium shape memory alloy films”. *Materials Characterization* 33.4 (1994), 311.—319. lpp. ISSN: 1044-5803. DOI: [10.1016/1044-5803\(94\)90135-X](https://doi.org/10.1016/1044-5803(94)90135-X).
- [197] S. Li u. c. „Microstructure, mechanical and superelastic behaviors in Ni-free Ti-Zr-Nb-Sn shape memory alloy fibers prepared by rapid solidification processing”. *Materials Science and Engineering: A* 782 (2020), 139283. lpp. ISSN: 0921-5093. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139283](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139283).
- [198] C. D. Rovere u. c. „Influence of alloying elements on the corrosion properties of shape memory stainless steels”. *Materials Chemistry and Physics* 133.2 (2012), 668.—673. lpp. ISSN: 0254-0584. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2012.01.049](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2012.01.049).
- [199] M. Shahverdi u. c. „Iron-based shape memory alloy strips for strengthening RC members: Material behavior and characterization”. *Construction and Building Materials* 173 (2018), 586.—599. lpp. ISSN: 0950-0618. DOI: [10.1016/j.conbuildmat.2018.04.057](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.057).
- [200] H. Peng u. c. „Key criterion for achieving giant recovery strains in polycrystalline Fe-Mn-Si based shape memory alloys”. *Materials Science and Engineering: A* 712 (2018), 37.—49. lpp. ISSN: 0921-5093. DOI: [10.1016/j.msea.2017.11.071](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.071).
- [201] Y. Zhao u. c. „Two-way shape memory effect and magnetic-field-induced twin boundary motion in Ni-Mn-Ga microwire”. *Materials Letters* 243 (2019), 173.—175. lpp. ISSN: 0167-577X. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.02.007](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.02.007).
- [202] D. S. Kuchin u. c. „Direct measurement of shape memory effect for Ni<sub>54</sub>Mn<sub>21</sub>Ga<sub>25</sub>, Ni<sub>50</sub>Mn<sub>41.2</sub>In<sub>8.8</sub> Heusler alloys in high magnetic field”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 482 (2019), 317.—322. lpp. ISSN: 0304-8853. DOI: [10.1016/j.jmmm.2019.02.087](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.02.087).
- [203] G. Kirat, O. Kizilaslan un M. A. Aksan. „Magneto-resistance properties of magnetic Ni-Mn-Sn-B shape memory ribbons and magnetic field sensor aspects operating at room temperature”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 477 (2019), 366.—371. lpp. ISSN: 0304-8853. DOI: [10.1016/j.jmmm.2019.01.071](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.01.071).
- [204] L. Porcar u. c. „Long flexible melt-spun Ni-Co-Mn-In ribbons with shape memory effect and caloric performances above 300K”. *Materialia* 8 (2019), 100493. lpp. ISSN: 2589-1529. DOI: [10.1016/j.mtla.2019.100493](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100493).
- [205] T. Kihara u. c. „High-field magnetization and magnetic phase diagram of metamagnetic shape memory alloys Ni<sub>50-x</sub>Co<sub>x</sub>Mn<sub>31.5</sub>Ga<sub>18.5</sub> ( x=9 and 9.7)”. *Scripta Materialia* 181 (2020), 25.—29. lpp. ISSN: 1359-6462. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.02.009](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.02.009).

- [206] J. Ortín un L. Delaey. „Hysteresis in shape-memory alloys”. *International Journal of Non-Linear Mechanics* 37 (2002. g. dec.), 1275.—1281. lpp. DOI: [10.1016/S0020-7462\(02\)00027-6](https://doi.org/10.1016/S0020-7462(02)00027-6).
- [207] A. Chauhan u. c. „A review and analysis of the elasto-caloric effect for solid-state refrigeration devices: Challenges and opportunities”. *MRS Energy & Sustainability* 2 (2015), E16. DOI: [10.1557/mre.2015.17](https://doi.org/10.1557/mre.2015.17).
- [208] M. Nishida u. c. „Electron microscopy studies of twin morphologies in B19' martensite in the Ti-Ni shape memory alloy”. *Acta Metallurgica et Materialia* 43.3 (1995), 1219.—1227. lpp. ISSN: 0956-7151. DOI: [10.1016/0956-7151\(94\)00332-C](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)00332-C).
- [209] M. Kružík, A. Mielke un T. Roubíček. „Modelling of Microstructure and its Evolution in Shape-Memory-Alloy Single-Crystals, in Particular in CuAl-Ni”. *Meccanica* 40.4-6 (2005. g. dec.), 389.—418. lpp. DOI: [10.1007/s11012-005-2106-1](https://doi.org/10.1007/s11012-005-2106-1).
- [210] J. M. G. Fuentes, P. Gümpel un J. Strittmatter. „Phase Change Behavior of Nitinol Shape Memory Alloys”. *Advanced Engineering Materials* 4.7 (2002), 437.—452. lpp. DOI: [10.1002/1527-2648\(20020717\)4:7<437::AID-ADEM437>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/1527-2648(20020717)4:7<437::AID-ADEM437>3.0.CO;2-8).
- [211] B. G. Clark u. c. „Size Independent Shape Memory Behavior of Nickel–Titanium”. *Advanced Engineering Materials* 12.8 (2010), 808.—815. lpp. DOI: <https://doi.org/10.1002/adem.201000048>.
- [212] D. Zakharov u. c. „Submicron-sized actuators based on enhanced shape memory composite material fabricated by FIB-CVD”. *Smart Materials and Structures* 21.5 (2012. g. apr.), 52001. lpp. DOI: [10.1088/0964-1726/21/5/052001](https://doi.org/10.1088/0964-1726/21/5/052001).
- [213] M. Kohl u. c. „Ni-Mn-Ga shape memory nanoactuation”. *Applied Physics Letters* 104.4 (2014), 43111. lpp. DOI: [10.1063/1.4863667](https://doi.org/10.1063/1.4863667).
- [214] M. Campanini u. c. „Magnetic Shape Memory Turns to Nano: Microstructure Controlled Actuation of Free-Standing Nanodisks”. *Small* 14.49 (2018), 1803027. lpp. DOI: <https://doi.org/10.1002/smll.201803027>.
- [215] A. Jain u. c. „The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation”. *APL Materials* 1.1 (2013), 11002. lpp. ISSN: 2166532X. DOI: [10.1063/1.4812323](https://doi.org/10.1063/1.4812323).
- [216] *mp-571: TiNi (cubic, Pm-3m, 221)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-571/> (aplükots 19.10.2020.).
- [217] *mp-1048: TiNi (monoclinic, P2\_1/m, 11)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-1048/> (aplükots 19.10.2020.).
- [218] *mp-2716: TiNi (trigonal, P-3, 147)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-2716/> (aplükots 19.10.2020.).
- [219] *mp-1808: Ti2Ni (cubic, Fd-3m, 227)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-1808/> (aplükots 19.10.2020.).
- [220] *mp-1409: TiNi3 (hexagonal, P6\_3/mmc, 194)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-1409/> (aplükots 19.10.2020.).

- [221] C. Frick u. c. „Multiscale structure and properties of cast and deformation processed polycrystalline NiTi shape-memory alloys”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 35 (2004), 2013.—2025. lpp. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0150-4>.
- [222] *mp-567653: Ti3Ni4 (trigonal, R-3, 148)*. Materials Project. URL: <https://materialsproject.org/materials/mp-567653/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [223] *Nanotechnology: NanoSys500*. SG Instruments Pvt. Ltd. URL: <http://www.sg-instruments.com/mantis/nanosys-500.html> (aplūkots 19.10.2020.).
- [224] *Energy Dispersive Spectroscopy*. Oxford Instruments Plc. URL: <https://nano.oxinst.com/products/eds/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [225] *Automated Multipurpose X-Ray Diffractometer (XRD) with guidance software*. Rigaku Inc. URL: <https://www.rigaku.com/products/xrd/smartlab> (aplūkots 19.10.2020.).
- [226] *The Only Broadband Confocal Leica TCS SP5*. Leica Microsystems GmbH. URL: <https://www.leica-microsystems.com/products/confocal-microscopes/p/leica-tcs-sp5/> (aplūkots 19.10.2020.).
- [227] *Park NX10 - Overview*. Park Systems GmbH. URL: <https://parksystems.com/products/small-sample-afm/park-nx10/overview> (aplūkots 19.10.2020.).
- [228] S. Kim u. c. „Thermal Conductivity of Chalcogenide As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> Thin Films”. *International Journal of Thermophysics* 25 (2004), 1505.—1517. lpp. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10765-004-5755-8>.
- [229] V. Takáts u. c. „Surface pattern recording in amorphous chalcogenide layers”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 355.37 (2009). Non-Oxide and New Optical Glasses 16, 1849.—1852. lpp. ISSN: 0022-3093. DOI: [10.1016/j.jnoncrysol.2009.06.043](https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2009.06.043).
- [230] U. Celano u. c. „Switching mechanism and reverse engineering of low-power Cu-based resistive switching devices”. *Nanoscale* 5 (22 2013), 11187.—11192. lpp. DOI: [10.1039/C3NR03579D](https://doi.org/10.1039/C3NR03579D).
- [231] U. Celano u. c. „Nanoscale structural rearrangements of the Cu-filament in conductive-bridge memories”. *Nanoscale* 8 (29 2016), 13915.—13923. lpp. DOI: [10.1039/C5NR08735J](https://doi.org/10.1039/C5NR08735J).
- [232] *Understanding the Marangoni Effect*. Comsol Inc. 2015. URL: <https://www.comsol.de/multiphysics/marangoni-effect> (aplūkots 19.10.2020.).
- [233] T. Nagase un Y. Umakoshi. „Electron Irradiation Induced Crystallization of the Amorphous Phase in Zr-Cu Based Metallic Glasses with Various Thermal Stability”. *Materials Transactions* 45.1 (2004), 13.—23. lpp. DOI: [10.2320/matertrans.45.13](https://doi.org/10.2320/matertrans.45.13).
- [234] V. Brunov u. c. „Peculiarities of dissolution of a thin gold film in silicate glass under electron irradiation”. *Technical Physics Letters* 42 (2016), 212.—214. lpp. DOI: [10.1134/S106378501602022X](https://doi.org/10.1134/S106378501602022X).

- [235] R. Zakoldaev u. c. „Laser-induced black-body heating (LIBBH) as a method for glass surface modification”. *Journal of Micro/Nanoengineering* 10 (1 2015), 15.—19. lpp. DOI: [10.2961/jlmn.2015.01.0003](https://doi.org/10.2961/jlmn.2015.01.0003).
- [236] M. Ishimaru u. c. „Direct observations of thermally induced structural changes in amorphous silicon carbide”. *Journal of Applied Physics* 104 (2015), 33503. lpp. DOI: [10.1063/1.2960342](https://doi.org/10.1063/1.2960342).
- [237] M. Postek. „An approach to the reduction of hydrocarbon contamination in the scanning electron microscope”. *Scanning* 79 (9 2006), 269.—274. lpp. DOI: [10.1002/sca.1996.4950180402](https://doi.org/10.1002/sca.1996.4950180402).

## Pateicības

Es vēlētos izteikt visdziļāko pateicību promocijas darba zinātniskajam vadītājam Vjačeslavam Gerbrederam par šī darba vadīšanu no darba idejas līdz disertācijas uzrakstīšanai, īpaši par sapratni, veltīto laiku un noderīgajiem padomiem darba izstrādes laikā.

Īpašs paldies Dr. Ērikam Šledevskim un Dr. Edmundam Tamanim par atbalstu, padomu sniegšanu un līdzdalību pētnieciskajā darbā, palīdzot izprast iegūtos rezultātus.

Vēlos izteikt pateicību kolēģiem Dr. Anderjam Bulanovam, Dr. Andrejam Ogurcovam, Dr. Vadimam Kolbjonokam, Dr. Irēnai Mihailovai, Dr. Marinai Krasovskai, Mg. Valdim Mizeram un Mg. Velgai Akmeni, kas ir palīdzējuši gan ar padomu, gan praktiski. Paldies visiem kolēģiem, kas mani atbalstīja darba izstrādes laikā.

Sirsnīgs paldies manai ģimenei, radiem un draugiem par atbalstu, iedvesmu un uzmundrinājumu visā promocijas darba izstrādes procesā.

Izsaku pateicību Daugavpils Universitātei, Eiropas Reģionālās attīstības fondam un Eiropas Sociālajam Fondam, ar kuru atbalstu ir tapis šis darbs:

- ERAF projekts “Uz metāla oksīdu nanostruktūrām bāzētas analītiskas molekulārās identifikācijas ierīces izveide biomolekulu noteikšanai”, Projekta Nr. 1.1.1.1/16/A/001
- ESF projekts “Daugavpils Universitātes stratēģiskās specializācijas jomu akadēmiskā personāla profesionālās kompetences stiprināšana 3. kārtā”, Projekta Nr. 8.2.2.0/20/I/003



# A Pielikums

## Nitinolā sastopamo kristālisko fāžu pulveru paraugu rentgendifrakcijas dati

d (Å)	hkl	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
2,993	(1 0 0)	29,85	3,36
2,117	(1 1 0)	42,721	100
1,728	(1 1 1)	52,987	0,989
1,497	(2 0 0)	62,009	15,003
1,339	(2 1 0)	70,327	1,22
1,222	(2 1 1)	78,23	28,821

A1. tabula: Austenīta B2 pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.

d (Å)	hkil	2Θ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)	d (Å)	hkil	2Θ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
4,674	(0 0 1)	18,988	28,233	1,404	(2 0 0)	66,582	1,64
2,995	(0 1 1)	29,829	4,982	1,386	(2 0 -2)	67,596	0,292
2,809	(1 0 0)	31,858	11,275	1,321	(2 1 0)	71,376	0,267
2,772	(1 0 -1)	32,398	11,042	1,306	(2 1 -2)	72,358	0,72
2,337	(0 0 2)	38,524	67,095	1,253	(2 0 1)	75,976	7,039
2,280	(1 1 0)	39,53	83,872	1,233	(1 2 2)	77,365	4,188
2,26	(1 1 -1)	39,896	100	1,226	(2 0 -3)	77,892	7,635
2,157	(1 0 1)	41,875	12,032	1,226	(1 0 3)	77,959	10,738
2,108	(1 0 -2)	42,913	9,16	1,218	(1 2 -3)	78,558	5,166
2,005	(0 1 2)	45,229	63,869	1,217	(0 2 3)	78,58	3,502
1,951	(0 2 0)	46,55	72,512	1,204	(1 0 -4)	79,624	9,509
1,888	(1 1 1)	48,2	82,735	1,193	(2 1 1)	80,545	10
1,854	(1 1 -2)	49,132	71,552	1,180	(1 3 0)	81,563	8,453
1,8	(0 2 1)	50,706	4,093	1,177	(1 3 -1)	81,799	10,289
1,602	(1 2 0)	57,515	4,125	1,170	(2 1 -3)	82,433	9,589
1,595	(1 2 -1)	57,791	4,088	1,170	(2 2 -1)	82,449	23,428
1,592	(1 0 2)	57,925	5,246	1,169	(1 1 3)	82,499	3,979
1,559	(1 0 -3)	59,292	6,274	1,151	(1 1 -4)	84,143	3,874
1,558	(0 0 3)	59,317	4,232	1,140	(2 2 0)	85,115	1,592
1,498	(0 2 2)	61,961	29,468	1,136	(0 3 2)	85,428	8,724
1,474	(1 1 2)	63,067	63,067	1,130	(2 2 -2)	86,052	0,292
1,462	(2 0 -1)	63,66	25,936	1,119	(0 1 4)	87,058	14,38
1,447	(1 2 1)	64,385	5,879	1,114	(1 3 1)	87,594	12,994
1,447	(0 1 3)	64,392	3,772	1,107	(1 3 -2)	88,295	11,741
1,432	(1 2 -2)	65,159	4,622				

A2. tabula: Martnesīta B19' pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.

d (Å)	hkl	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)	d (Å)	hkl	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
5,344	(0 0 0 1)	16,589	1,773	1,372	(5 -2 -3 1)	68,366	0,232
4,045	(1 0 -1 1)	21,976	4,465	1,350	(5 -1 -4 0)	69,622	0,068
2,970	(2 -1 -1 1)	30,087	4,871	1,348	(3 0 -3 3)	69,754	0,094
2,453	(1 0 -1 2)	36,634	5,298	1,339	(4 0 -4 2)	70,311	0,183
2,339	(3 -1 -2 0)	38,488	4,584	1,336	(0 0 0 4)	70,487	2,422
2,140	(2 -1 -1 2)	42,235	94,015	1,309	(5 -1 -4 1)	72,146	0,497
2,063	(3 0 -3 0)	43,891	100	1,306	(1 0 -1 4)	72,363	1,894
2,022	(2 0 -2 2)	44,817	12,814	1,261	(4 -2 -2 3)	75,349	0,836
1,924	(3 0 -3 1)	47,231	0,409	1,254	(5 -2 -3 2)	75,889	7,283
1,760	(3 -1 -2 2)	51,958	8,303	1,251	(2 -1 -1 4)	76,06	5,731
1,716	(4 -1 -3 0)	53,379	1,775	1,236	(4 -1 -3 3)	77,179	1,282
1,712	(1 0 -1 3)	53,534	1,102	1,227	(2 0 -2 4)	77,885	1,277
1,694	(4 -2 -2 1)	54,131	0,774	1,205	(5 -1 -4 2)	79,53	20,86
1,634	(4 -1 -3 1)	56,297	1,803	1,191	(6 -3 -3 0)	80,677	12,472
1,633	(3 0 -3 2)	56,346	0,848	1,170	(6 -2 -4 0)	82,475	1,598
1,594	(2 -1 -1 3)	57,841	2,387	1,168	(4 0 -4 3)	82,6	0,528
1,486	(4 0 -4 1)	62,498	0,556	1,160	(3 -1 -2 4)	83,295	2,731
1,485	(4 -2 -2 2)	62,545	24,357	1,142	(6 -2 -4 1)	84,875	0,717
1,444	(4 -1 -3 2)	64,531	0,748	1,123	(5 0 -5 2)	86,699	3,759
1,420	(5 -2 -3 0)	65,777	0,704	1,121	(3 0 -3 4)	86,865	7,129
1,417	(3 -1 -2 3)	65,913	0,94	1,111	(6 -1 -5 0)	87,831	1,167

A3. tabula: Martensīta R-fāzes pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.

d (Å)	hkl	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
6,51	(1 1 1)	13,603	13,535
3,255	(2 2 2)	27,402	7,226
2,819	(4 0 0)	31,745	1,756
2,587	(3 3 1)	34,68	3,457
2,301	(4 2 2)	39,141	25,889
2,17	(3 3 3)	41,622	100
1,993	(4 4 0)	45,509	24,313
1,906	(5 3 1)	47,721	5,164
1,879	(4 4 2)	48,441	10,984
1,719	(5 3 3)	53,277	1,005
1,7	(6 2 2)	53,943	0,958
1,627	(4 4 4)	56,551	2,342
1,579	(5 5 1)	58,457	3,616
1,507	(6 4 2)	61,55	2,21
1,468	(7 3 1)	63,363	5,524
1,409	(8 0 0)	66,322	0,603
1,377	(7 3 3)	68,066	0,693
1,329	(8 2 2)	70,926	24,446
1,302	(7 5 1)	72,618	6,828
1,293	(6 6 2)	73,179	0,913
1,238	(9 1 1)	77,059	3,731
1,23	(8 4 2)	77,609	7,17
1,182	(9 3 1)	81,423	1,335
1,133	(9 3 3)	85,737	15,261
1,106	(10 2 0)	88,419	3,093

A4. tabula: Ti<sub>2</sub>Ni pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.

d (Å)	hkl	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
4,413	(1 0 -1 0)	20,121	0,866
3,898	(1 0 -1 1)	22,815	1,902
3,025	(1 0 -1 2)	29,525	1,022
2,548	(2 -1 -1 0)	35,224	1,085
2,346	(1 0 -1 3)	38,361	0,543
2,207	(2 0 -2 0)	40,898	8,355
2,133	(2 0 -2 1)	42,382	44,463
2,078	(0 0 0 4)	43,556	36,607
1,949	(2 0 -2 2)	46,603	100
1,726	(2 0 -2 3)	53,057	21,926
1,610	(2 -1 -1 4)	57,207	0,564
1,548	(3 -1 -2 2)	59,738	1,262
1,513	(2 0 -2 4)	61,277	4,614
1,449	(3 0 -3 1)	64,310	0,163
1,328	(2 0 -2 5)	70,991	8,476
1,322	(1 0 -1 6)	71,364	0,093
1,299	(3 0 -3 3)	72,791	0,11
1,274	(4 -2 -2 0)	74,477	19,416
1,224	(4 -1 -3 0)	78,078	0,047
1,211	(4 -1 -3 1)	79,083	0,102
1,201	(3 0 -3 4)	79,897	0,216
1,173	(2 0 -2 6)	82,157	16,604
1,103	(4 0 -4 0)	88,654	0,789
1,094	(4 0 -4 1)	89,640	4,382

A5. tabula: TiNi<sub>3</sub> pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.

d (Å)	hkil	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)	d (Å)	hkil	2 $\Theta$ (°)	Relatīvā intensitāte (cps)
4,484	(1 0 -1 1)	19,798	0,277	1,436	(6 -1 -5 2)	64,955	2,624
3,502	(2 0 -2 1)	25,433	1,443	1,421	(7 -1 -6 1)	65,693	1,466
3,237	(3 0 -3 0)	27,553	3,232	1,402	(8 -4 -4 0)	66,726	0,155
2,970	(3 -1 -2 1)	30,085	5,131	1,350	(7 -3 -4 2)	69,652	1,441
2,804	(4 -2 -2 0)	31,921	0,523	1,338	(8 -3 -5 1)	70,366	1,471
2,446	(1 0 -1 2)	36,738	2,735	1,319	(5 -1 -4 3)	71,529	1,824
2,377	(4 -1 -3 1)	37,845	10,312	1,286	(8 -1 -7 0)	73,638	1,42
2,242	(2 0 -2 2)	40,220	7,248	1,278	(7 -1 -6 2)	74,210	1,042
2,189	(4 0 -4 1)	41,247	3,375	1,253	(1, 0 -1 4)	75,918	3,28
2,119	(5 -1 -4 0)	42,662	100	1,252	(6 -3 -3 3)	76,042	0,518
2,082	(3 -1 -2 2)	43,467	89,757	1,224	(9 -3 -6 0)	78,106	9,399
2,039	(5 -2 -3 1)	44,433	8,611	1,223	(2 0 -2 4)	78,141	0,926
1,843	(4 -1 -3 2)	49,446	9,649	1,216	(8 -3 -5 2)	78,667	17,522
1,813	(5 0 -5 1)	50,323	0,42	1,208	(9 -4 -5 1)	79,351	4,275
1,751	(4 0 -4 2)	52,240	1,711	1,195	(3 -1 -2 4)	80,345	5,846
1,725	(6 -2 -4 1)	53,083	3,863	1,189	(8 -2 -6 2)	80,869	0,426
1,685	(0 0 0 3)	54,447	0,481	1,180	(8 0 -8 1)	81,547	2,816
1,671	(5 -2 -3 2)	54,932	2,986	1,167	(6 0 -6 3)	82,658	2,673
1,649	(6 -1 -5 1)	55,747	3,198	1,155	(9 -2 -7 1)	83,731	1,341
1,614	(2 -1 -1 3)	57,068	1,241	1,144	(4 -1 -3 4)	84,716	2,561
1,555	(7 -2 -5 0)	59,433	2,002	1,143	(7 -2 -5 3)	84,837	3,76
1,540	(5 0 -5 2)	60,070	0,466	1,121	(4 0 -4 4)	86,888	1,842
1,523	(7 -3 -4 1)	60,841	4,241	1,116	(9 -4 -5 2)	87,404	2,664
1,495	(3 0 -3 3)	62,093	0,463	1,109	(9 -1 -8 1)	88,076	3,085
1,485	(6 -2 -4 2)	62,540	21,236	1,099	(5 -2 -3 4)	89,055	2,971
1,444	(4 -2 -2 3)	64,518	0,941	1,094	(8 0 -8 2)	89,571	1,559

A6. tabula: Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> pulvera parauga simulētie rentgendifrakcijas dati.