



ЭТАЛОН НАНОМЕТРА

NANOMETER STANDARD

УДК 531.711, ВАК 05.02.23, DOI: 10.22184/1993-8578.2017.76.5.52.57

И.Пылев¹, И.Яминский^{1,2} / yaminsky@nanoscopy.ru
I.Pylev¹, I.Yaminsky^{1,2}

Одна из проблем нанометрологии заключается в создании простого и доступного эталона длины в нанометровом диапазоне [1]. На данный момент не существует малогабаритного эталона длиной ровно в 1 нм, с помощью которого можно было бы проводить калибровку сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) непосредственно в процессе сканирования [2]. Его создание значительно упрощает процесс калибровки микроскопа, а сам эталон служит прочным метрологическим фундаментом для развития перспективных нанотехнологий.

One of the problems of nanometrology is to create simple and affordable standard of length in the nanometer range [1]. At the moment there is no small-sized standard with a length of exactly 1 nm, with which it would be possible to carry out the calibration of the scanning probe microscope (SPM) directly in the scanning process [2]. Its creation greatly simplifies the calibration of the microscope, and the standard itself is a solid metrological basis for the development of promising nanotechnologies.

В 2012 году при поддержке Метрологического центра РОСНАНО был разработан эталон высоты для СЗМ на основе вируса табачной мозаики, расположенного на поверхности высокоориентированного пиролитического графита (рис.1). Вирус табачной мозаики служит эталоном

высоты в 17 нм. Эта величина меньше, чем известное значение диаметра вируса (18 нм), полученное по данным просвечивающей электронной микроскопии. Разница в наблюдаемых значениях может быть обусловлена тем, что при адсорбции вируса на графите происходит уплотнение частицы,

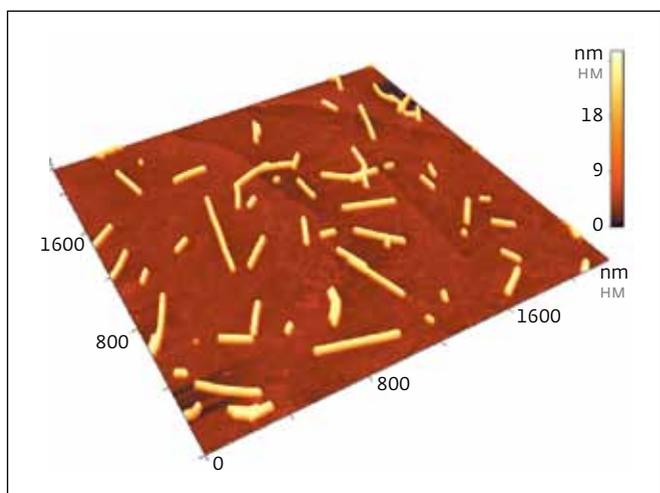


Рис.1. Изображение вируса табачной мозаики, полученное на сканирующем зондовом микроскопе "ФемтоСкан"

Fig.1. Image of tobacco mosaic virus obtained using FemtoScan SPM

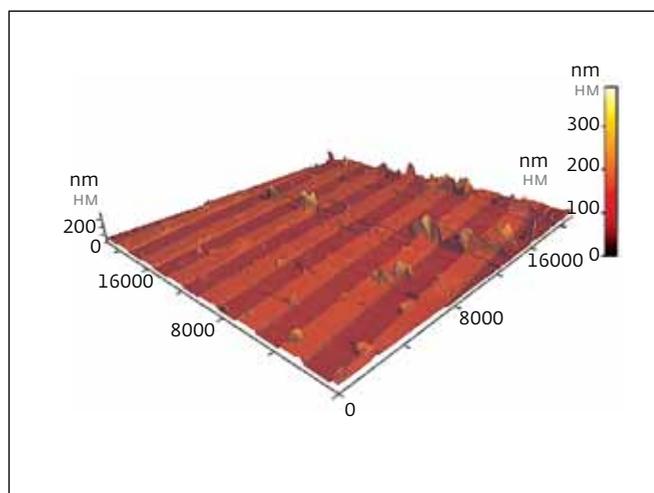


Рис.2. Статическая решетка с загрязненной поверхностью

Fig.2. Static grid with dirty surface

¹ МГУ им. М.В.Ломоносова / Lomonosov Moscow State University.

^{1,2} НПП "Центр перспективных технологий" / Advanced Technologies Center.

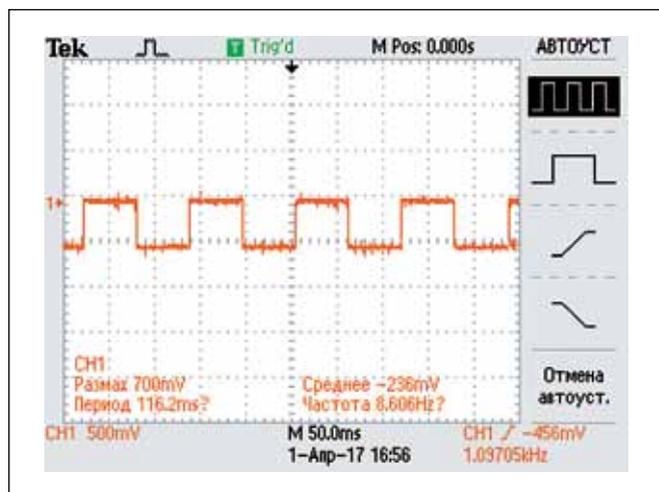


Рис.3. Вид выходного сигнала платы Arduino, полученный с помощью осциллографа с делителем 1/10 на входе

Fig.3. Output signal of Arduino board, obtained by oscilloscope with 1/10 divider at input

приводящее к уменьшению наблюдаемой в АСМ высоты [3].

В качестве измерительной меры также могут быть использованы статические решетки, представляющие собой искусственно созданные на поверхности структуры с заданным профилем. Такие решетки, изготовленные из кремния и других материалов, подвержены деградации, загрязнению



Рис.4. Эталон нанометра в металлическом корпусе для использования в СЗМ

Fig.4. Nanometer standard in metal casing for use in scanning probe microscope

поверхности, износу (рис.2). Кроме того, они достаточно дороги и, что очень существенно, не позволяют калибровать СЗМ непосредственно в процессе измерения, например, биологических объектов.

Хорошей альтернативой природным объектам и статическим решеткам являются измерительные меры на основе пьезокерамической пластины.

In 2012, with the support of the RUSNANO's Metrological Center, a height gauge for SPM was developed, which was based on a tobacco mosaic virus located on the surface of highly oriented pyrolytic graphite (Fig.1). Tobacco mosaic virus is used as a height gauge of 17 nm. This value is less than the known value of the diameter of the virus (18 nm) obtained from transmission electron microscopy. The difference in the observed values may be caused by the fact that the particle flattens when the virus is adsorbed on graphite, leading to a decrease in the height observed in the AFM [3].

Static grids, which are structures with a given profile that are artificially created on the surface,

can also be used as a measuring gauge. Such grids, made of silicon and other materials, are subject to degradation, surface contamination, wear (Fig.2). In addition, they are quite expensive and, very significantly, do not allow to calibrate the SPM directly during measuring, for example, biological objects.

A good alternative to natural objects and static grids are measuring gauges based on a piezoceramic plate.

MATERIALS AND METHODS

If a voltage (U) is applied to the piezoelectric plate in the form of a step signal (Fig.3), then its thickness will change by virtue of the inverse piezoelectric effect. SPM allows to register a change in

thickness (Z), which is determined by the formula:

$$Z = d_{33} U,$$

where d_{33} is the piezoelectric modulus. Using software, we can select the value of the voltage amplitude, so that the change in plate thickness is exactly 1 nm.

As a material for the measuring gauge it is convenient to use a piezoceramic plate in the form of a round tablet with a thickness of 0.5–2.0 mm and a radius of 5–15 mm. The connecting wires are attached to the electrodes located at the ends of the plate (Fig. 4). If the piezoelectric module of the CTS-19 piezoceramics, which we use in our work, is $d_{33} = 200 \cdot 10^{-12}$ C/N, then after application of the voltage

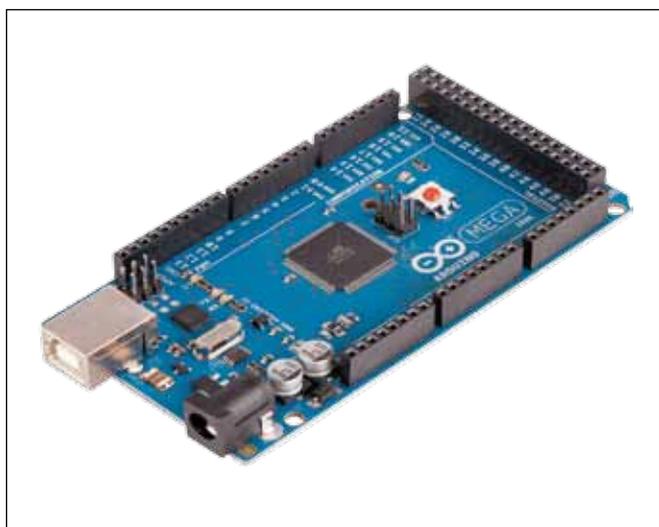


Рис.5. Аппаратная платформа Arduino Mega 2560
Fig.5. Arduino Mega 2560 hardware platform



Рис.6. СЗМ "ФемтоСкан" с оптическим микроскопом
Fig.6. FemtoScan SPM with optical microscope

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Если на пьезопластину подать напряжение U в виде ступенчатого сигнала (рис.3), то в силу обратного пьезоэффекта изменится ее толщина. СЗМ позволяет зарегистрировать изменение толщины Z , которое определяется формулой:

$$Z = d_{33} U,$$

где d_{33} - пьезоэлектрический модуль. Далее можно программно подобрать такое значение амплитуды напряжения, чтобы изменение толщины пластины составило ровно 1 нм.

В качестве материала для измерительной меры удобно использовать пьезокерамическую пластину в виде круглой таблетки толщиной 0,5–2,0 мм и радиусом 5–15 мм. К находящимся на торцах пластины электродам прикрепляются соединительные провода (рис.4). Если пьезоэлектрический модуль пьезокерамики ЦТС-19, которую мы используем в работе, равен $d_{33} = 200 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, то после подачи напряжения $U = 5$ В изменение толщины пластины Z составит ровно 1 нм.

В качестве источника напряжения хорошо подходит аппаратная платформа Arduino mega 2560

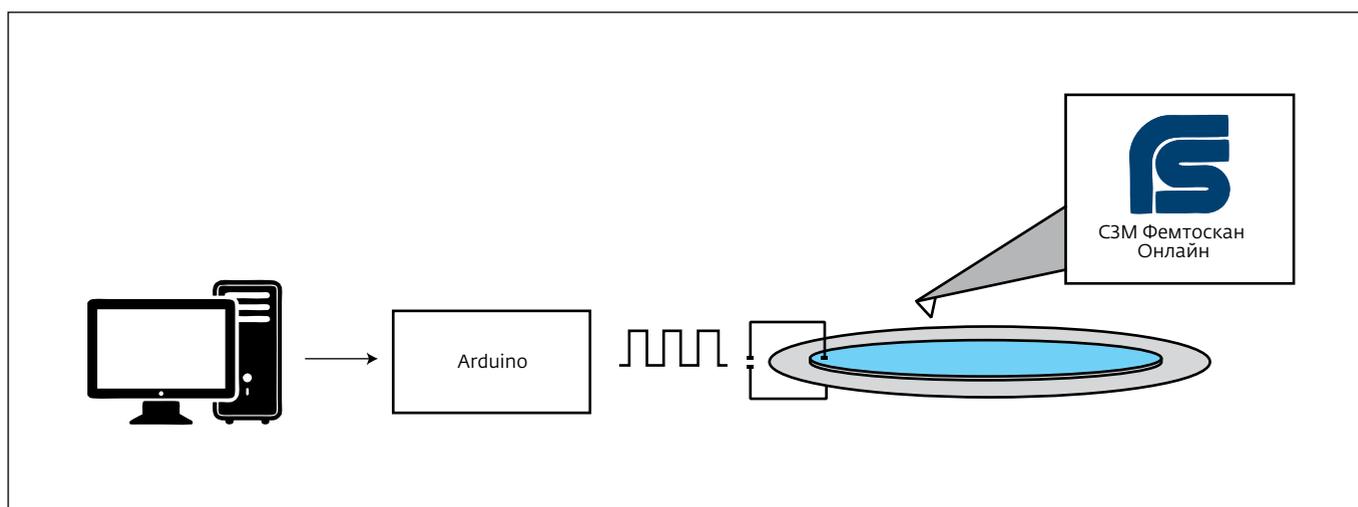


Рис.7. Общая схема экспериментальной установки, включающая компьютер с установленным программным обеспечением, плату Arduino, эталон нанометра и СЗМ "ФемтоСкан"

Fig.7. General scheme of experimental system that includes computer with software, Arduino board, nanometer standard and FemtoScan scanning probe microscope

(рис.5) с широтно-импульсной модуляцией (Pulse Width Modulation) выходного напряжения [4]. Для использования платы Arduino требуется бесплатная программная оболочка Arduino Software.

При использовании измерительной меры в СЗМ (рис.6) на изображении появляются вертикальные полосы. Шириной этих полос можно управлять, изменяя частоту напряжения, прикладываемого к электродам измерительной меры. Для использования в микроскопе эталон выполнен в металлическом корпусе, при этом на величину в 1 нм перемещается верхняя крышка корпуса.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Измерительную меру размещают на предметном столике микроскопа. Разъемы измерительной меры подключают к выходам платы Arduino, которая подключается к персональному компьютеру (рис.7) с установленной программной оболочкой. Код программы, позволяющей выдавать постоянное по амплитуде и частоте напряжение, приведен на рис.8.

В программе выбирается значение `input_voltage = 5`, что обеспечивает значение амплитуды напряжения, равное 5 В. Частоту сканирования микроскопа устанавливают равной 0,636 Гц (частота модуляции `frequency = 3 * 0,636`).

В процессе сканирования на экране появляются параллельные полосы (рис.9), которые соответствуют двум значениям толщины пьезопластины - эталона нанометра.

$U = 5 \text{ V}$ the variation of the thickness of the plate (Z) is exactly 1 nm. The Arduino mega 2560 hardware platform (Fig.5) with pulse-width modulation of the output voltage is well suited as a voltage source [4]. To use the Arduino card, you need the free Arduino Software. When using the measuring gauge in the SPM (Fig.6), vertical bands appear on the image. The width of these bands can be controlled by changing the frequency of the voltage applied to the electrodes of the measuring gauge. For use in a microscope, the gauge is made in a metal casing, while the top cover of the casing moves by 1 nm.

CONDUCTING EXPERIMENT

The measuring gauge is placed on a microscope stage. Connections of the measuring gauge are connected to the outputs of the Arduino board, which is connected to a personal computer (Fig.7) with the installed software. The code of the software allowing to produce a voltage that is constant in amplitude and frequency is shown in Fig.8.

The value "input_voltage= 5" in the program provides a voltage amplitude of 5 V. The scanning frequency of the microscope is set to 0.636 Hz (`frequency= 3 * 0.636`).

During scanning, parallel bands appear on the screen (Fig.9), which

```
int voltage=0;
int thisPin=13;
float frequency=0.636*3;
int ddelay=500/frequency;
void setup()
{
  pinMode(thisPin, OUTPUT);
}
void loop()
{
  int input_voltage=1.633;
  int voltage=input_voltage/5*255;
  analogWrite(thisPin, voltage);
  delay(ddelay);
  analogWrite(thisPin, 0);
  delay(ddelay);
}
```

Рис.8. Код программы, используемой в работе

Fig.8. Program code used in work

Важно заметить, что, так как плата Arduino использует для регулирования напряжения широтно-импульсную модуляцию, необходимо применять фильтр низких частот в виде RC-цепи, чтобы толщина пластины не изменялась под влиянием высокочастотной составляющей напряжения.

Для определения изменения высоты пластины построена гистограмма топографического изображения (распределения точек изображения поверхности по высоте), на которой два пика

correspond to two values of the thickness of the piezo plate - the nanometer standard.

It is important to note that, since the Arduino card uses pulse-width modulation for voltage regulation, it is necessary to use a low-pass filter in the form of an RC circuit so that the thickness of the plate does not change under the influence of the high-frequency component of the voltage.

To determine the change in plate height, a histogram of the topographic image (the distribution of the points of the surface image in height) is plotted on which two peaks correspond to two

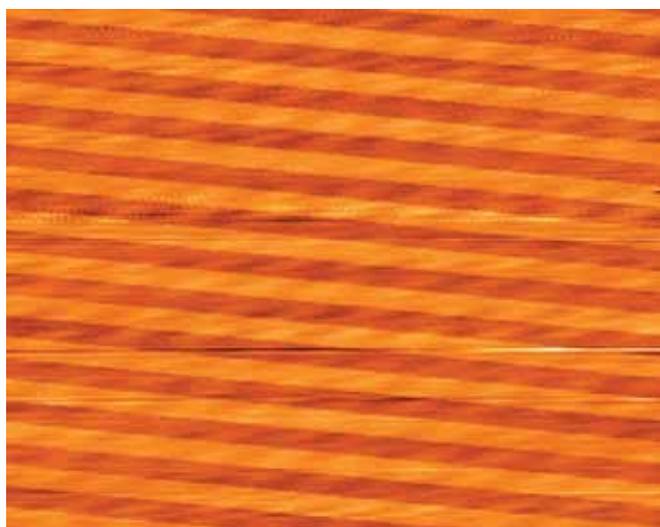


Рис.9. Топографическое изображение перемещения поверхности эталона нанометра по высоте
 Fig.9. Topographical image of vertical moving of surface of nanometer standard

соответствуют двум значениям высоты пьезопластины. Проведя аппроксимацию графика (рис.10), построенного на основе данных гистограммы, можно определить точные значения координат двух пиков. Разность между координатами данных пиков по горизонтальной оси есть среднее изменение высоты пьезопластины.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проделанной работы создан простой и доступный эталон нанометра, конструкция

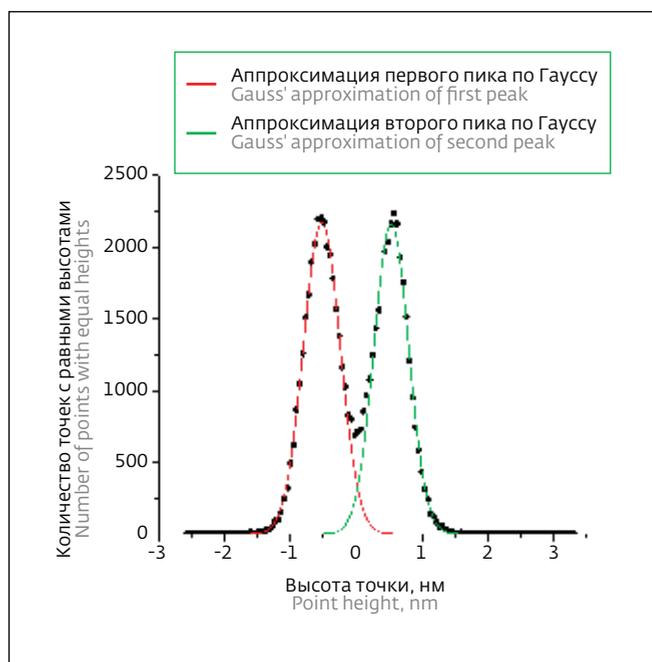


Рис.10. График распределения точек по высоте. Левый и правый пики соответствуют наиболее вероятному расположению поверхности эталона нанометра в нижнем и верхнем положениях
 Fig.10. Graph of distribution of points along height. Left and right peaks correspond to most probable location of surface of nanometer standard in lower and upper positions

которого допускает многократное использование. СЗМ способен достигать точности измерений порядка 0,001 нм, что говорит о высокой точности эталона.

values of the height of the piezoceramic plate. The approximation of the graph (Fig.10) created on the basis of the histogram data, allows to determine the exact values of the coordinates of the two peaks. The difference between the coordinates of these peaks along the horizontal axis is the average change in the height of the piezoceramic plate.

CONCLUSION

As a result, a simple and affordable nanometer standard was created, the design of which allows multiple uses. SPM is able to achieve measurement accuracy of the order of

0.001 nm, which indicates the high accuracy of the gauge.

It should be noted that such disadvantages of ceramics as creep, nonlinearity and hysteresis do not affect the accuracy of measurements, since a constant amplitude, frequency and polarity signal is fed to electrodes of nanometer standard.

The sizes of many objects of the "nano-world" are in the range of 0.1-100 nm. Accurate measurement of these dimensions is important in modern technology, biology and medical diagnostics [5]. This fact confirms the relevance of the proposed version of the length gauge of 1 nm. Manufacturing of the proposed

measuring gauge does not require expensive equipment or materials, which indicates the accessibility of the standard.

In conclusion, it should be noted that on the basis of a nanometer standard it is possible to create a picometer standard, reducing the applied voltage by several orders and using a material with a smaller value of the piezoelectric module, for example, crystalline quartz. Thus, the method used to create the standard can be considered as promising. ■

The study was carried out with the financial support of the RFBR within the framework of the scientific project 16-29-06290.



Следует отметить, что такие недостатки керамики как крип (ползучесть), нелинейность и гистерезис не влияют на точность измерений, поскольку при использовании стандарта нанометра на его электроды подается сигнал постоянной амплитуды, частоты и полярности.

Размеры многих объектов наномира находятся в диапазоне 0,1-100 нм. Точное измерение этих размеров имеет важное значение в современных технологиях, биологии и медицинской диагностике [5]. Данный факт подтверждает актуальность предложенного варианта эталона длины в 1 нм. Для создания предложенной измерительной меры не требуется дорогостоящее оборудование или материалы, что говорит о доступности эталона.

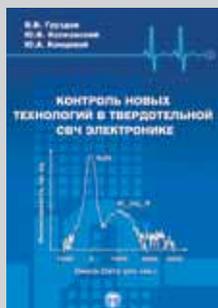
В заключение хотелось бы отметить, что на основе эталона нанометра можно создать эталон пикометра, уменьшая подаваемое напряжение на несколько порядков и используя материал с меньшим значением пьезоэлектрического модуля, например кристаллический кварц. Таким образом, используемый при создании эталона метод можно считать перспективным.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта 16-29-06290.

ЛИТЕРАТУРА

1. Голубев С., Захарьин В., Мешков Г., Токунов Ю., Яминский Д., Яминский И. Калибровка зондовых микроскопов. Динамическая мера "Нанометр" // Наноиндустрия. 2012. № 8(38). С. 42-46.
2. Bolshakova A.V., Kiselyova O.I., Filonov A.S., Frolova O.Yu., Yaminsky I.V. Comparative studies of bacteria with atomic force microscopy operating in different modes // Ultramicroscopy. 2001. № 86(1-2). С. 121-128.
3. Ахметова А., Мешков Г., Сеницына О., Яминский И. Метрологическое обеспечение в бионаноскопии // Наноиндустрия. 2016. № 4 (66). С. 6-39.
4. Michael Barr. Pulse Width Modulation // Embedded Systems Programming. September 2001. P. 103.
5. Dubrovin E.V., Drygin Yu.F., Novikov V.K., Yaminsky I.V. Atomic force microscopy as a tool of inspection of viral infection // Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. 2007. Vol. 3. Issue 2. P. 128-131.

НОВЫЕ КНИГИ ИЗДАТЕЛЬСТВА "ТЕХНОСФЕРА"



Цена 975 руб.

КОНТРОЛЬ НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ В ТВЕРДОТЕЛЬНОЙ СВЧ ЭЛЕКТРОНИКЕ Груздов В.В., Колковский Ю.В., Концевой Ю.А.

В книге представлено обобщение накопленного опыта по созданию методов входного и технологического контроля при разработке и производстве СВЧ транзисторов на основе широкозонных материалов, в частности, транзисторов на гетероструктурах типа AlGaIn/GaN. Рассмотрены системы отечественных и зарубежных стандартов, на основе которых проводятся разработки СВЧ транзисторов. Подробно описаны физические основы гетероструктур, описаны свойства широкозонных полупроводников, методы изготовления СВЧ транзисторов. Детально анализируется технология производства транзисторов с учетом имеющегося опыта их реального изготовления. Рассмотрены электрические, оптические, рентгеновские, электронно-микроскопические и аналитические методы, которые применяются при входном и технологическом методах контроля. Рассмотрен опыт создания в ОАО "НПП "Пульсар" СВЧ транзисторов и СВЧ блоков на их основе.

Книга будет полезна специалистам в области электроники, исследователям, инженерам-практикам и разработчикам радиоэлектронной аппаратуры.

М.: ТЕХНОСФЕРА,
2016. – 328 с.
ISBN 978-5-94836-426-1

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

✉ 125319, Москва, а/я 91; ☎ (495) 234-0110; 📠 (495) 956-3346; knigi@technosphaera.ru, sales@technosphaera.ru