СТАНДАРТЫ НАНО- И ПИКОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНОВ НА ОСНОВЕ МЕР ПЕРЕМЕЩЕНИЯ

STANDARDS FOR NANO- AND PICOMETER RANGES ON THE BASIS OF DISPLACEMENT GAUGES

Д-р А.Потемкин*, П.Лускинович*, В.Жаботинский* / info@nanoattometria.com
A.Potemkin*, D.Sc., P.Luskinovich*, V.Zhabotinskiy*

На основе монокристаллических материалов с обратным пьезоэффектом разработаны меры перемещения нано- и пикометрового диапазонов, которые могут применяться для калибровки сканирующих зондовых и электронных микроскопов. Измерения величин перемещений мер производилось оптическими интерферометрами на основе лазеров со стабилизацией частоты излучения брэгговской и цезиевой ячейками. Меры перемещения и интерферометры могут использоваться в качестве манипуляторов и сенсоров в технологическом оборудовании и измерительных приборах, а также при проведении лабораторных работ по наноматериалам, наномеханике и нанометрологии.

On the basis of single crystal materials with inverse piezoelectric effect the displacement gauges of nano- and picometer ranges are developed, which can be used for calibration of scanning probe and electron microscopes. The displacement of the gauges was measured by optical interferometers based on the lasers with the Bragg and cesium cells frequency stabilization. The displacement gauges and interferometers can be used as manipulators and sensors in process equipment and measuring devices, as well in labs on nanomaterials, nanomechanics and nano-metrology.

Форма поверхности материалов в нано- и пикометровом диапазонах нестабильна вследствие физико-химических процессов: адсорбции, окисления, диффузии, миграции, а также осаждения микро- и наночастиц. В результате, метрологическое требование обеспечения более высокой точности стандартов, по сравнению с точностью, необходимой для измерения изделий, становится невыполнимым.

МЕРЫ ПЕРЕМЕЩЕНИЯ НА ОСНОВЕ ОБРАТНОГО ПЬЕЗОЭФФЕКТА

Решение проблем изготовления и применения стандартов нано- и пикометрового диапазонов возможно на основе применения мер перемещения. Меры перемещения, изменяющие свои размеры прямо пропорционально величине управляющего напряжения, изготавливаются из монокристаллического материала с обратным пьезоэффектом (типа ниобата лития). Вертикальное или горизонтальное перемещение поверхности мер зависит от направления управляющего электрического поля и ориентации

кристаллографических осей применяемого монокристалла.

Меры перемещения выпускаются в корпусе или в более компактном варианте без корпуса. Одна сторона монокристалла меры фиксируется на основании корпуса меры или на предметном столе калибруемой установки. На противоположной стороне располагается перемещаемая монокристаллом относительно основания отсчетная поверхность. Отсчетная поверхность меры вертикального перемещения изготавливается зеркальной, а для меры горизонтального перемещения – в виде дифракционной решетки или других локальных неоднородностей. Направления перемещения (относительно основания) отсчетной поверхности мер горизонтального и вертикального типов показан на рис.1.

Для увеличения диапазона перемещения применяются сборки из последовательно соединенных монокристаллов. Измерения величин перемещения отсчетных поверхностей мер производились оптическим интерферометром. При проведении измерений на монокристаллы пода-

* ООО "НАНО-АТТО Метрия" / Nano-Atto Metria Ltd.

Рис.1. Направления перемещения отсчетных поверхностей мер горизонтального и вертикального типов под воздействием управляющего напряжения: а – перемещения по горизонтали; б – перемещения по вертикали

Fig.1. The directions of displacement of the reference surfaces of lateral and vertical gauges under the influence of the control voltage: a – lateral displacements; b – vertical displacements

вались импульсы положительной и отрицательной полярности.

На рис.2 приведены фотографии мер перемещения вертикального и горизонтального типов, а также зависимости перемещения их отсчетных поверхностей от управляющего напряжения. Результаты измерений подтвердили, что линейность перемещения мер из монокристаллов под воздействием управляющего напряже-

ния в десятки раз выше линейности аналогичных образцов из традиционной полидоменной пьезокерамики.

На рис.3 приведена форма трапецеидального импульса управляющего напряжения и соответствующего импульса перемещения отсчетной поверхности меры вертикального типа.

На рис.4 показано управляемое электрическим напряжением многоступенчатое нарастающее и спадающее перемещение отсчетной поверхности меры вертикального типа. Измерения начального и конечного положения отсчетной поверхности показали практическое отсутствие гистерезиса и крипа.

При проведении экспериментальных измерений перемещения мер использовались электронные системы, управляемые от компьютера (рис.5). Величина генерируемого напряжения измерялась вольтметром Fluke884.

Меры вертикального перемещения с резонансной частотой более 10 кГц позволяют измерять время реакции следящих систем сканирующих зондовых микроскопов.

КАЛИБРОВКА СКАНИРУЮЩИХ ЗОНДОВЫХ И ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ

Мера перемещения вертикального типа может применяться для калибровки сканирующих зондовых микроскопов (атомно-силовых, туннельных, ближнепольных и т.д.). При калибровке она располагается на предметном столике, и к отсчетной поверхности подводится зонд на расстояние, которое далее удерживается постоянным следящей системой микроскопа. На меру подается управляющее напряжение, под воздействием которого ее отсчетная поверхность перемещается на калиброванную величину. Следящая система микроскопа, в свою

The shape of the surface of materials in nano- and picometer ranges is unstable due to physicochemical processes: adsorption, oxidation, diffusion, migration, and deposition of micro- and nanoparticles. As a result, the metrological requirement to provide higher accuracy of standards, in comparison with the accuracy of measurement of products, becomes impossible.

DISPLACEMENT GAUGES BASED ON THE INVERSE PIEZOELECTRIC EFFECT

The solution to the problems of manufacture and application of standards of nano- and picometer ranges is possible on the basis of application of displacement gauges. Displacement gauges, which change their size directly proportional to the magnitude of the control voltage, are

made of a monocrystalline material with an inverse piezoelectric effect (lithium niobate). Vertical or horizontal displacement of the gauge's surface depends on the direction of the control electric field and the orientation of the crystallographic axes of the single crystal used.

Displacement gauges are produced in the cases or in a more compact version without housing.

Рис.2. Фотографии мер перемещения в корпусах с отсчетными поверхностями и расположенными рядом защитными цилиндрами, а также графики зависимостей перемещения отсчетных поверхностей мер под воздействием управляющего напряжения: а – мера вертикального перемещения по оси Z; б – мера горизонтального перемещения по оси X

Fig.2. Photos of displacement gauges in the cases with a reference surfaces and with protective cylinders, as well as the dependences of the displacement of the reference surfaces of the gauges under the influence of the control voltage: a – vertical displacement gauge (along the Z-axis); b – lateral displacement gauge (along the X-axis)

очередь, перемещает зонд на то же расстояние. Определенную микроскопом величину перемещения приравнивают к значению калиброванного вертикального перемещения отсчетной поверхности меры.

Калибровка мерой перемещения вертикального типа, в отличие от калибровки по статическим образцам, не требует набора острых зондов и образцов с высокоточными углублениями. Кроме того, при подаче различных управляющих

напряжений возможно одной мерой перемещения произвести калибровку в любой из областей нано- и пикометрового диапазона. Величина перемещения отсчетной поверхности не зависит от ее формы, что позволяет эксплуатировать меры вне вакуумных установок и "чистых зон". Малое время измерений вертикальных перемещений (менее секунды) многократно уменьшает влияние температурного дрейфа и механической релаксации.

One side of the single crystal of the gauge is attached to the base of the case or to the specimen stage of the calibrated device. On the opposite side is reference surface, which is moved by the single crystal relative to the base. Reference surface of the vertical gauge of the mirror is smooth, and reference surface of the lateral gauge is made in the form of a diffraction grating or other local inhomogeneities. The directions of the displacement (relative to the base) of the reference surfaces of lateral and vertical gauges is shown in fig.1.

To increase the range of motion an assembly of series-connected

single crystals are used. The displacement of the reference surface of the gauge is measured by the optical interferometer. For measurements the single crystals are influenced by pulses of positive and negative polarity.

Fig.2 shows photos of displacement gauges of vertical and lateral types, as well as the dependences of the movement of reference surfaces under the influence of the control voltage. The measurements confirmed that the linearity of the displacement of single crystals under the influence of the control voltage is ten times higher than the

linearity of similar specimens of the traditional poly-domain piezoceramics.

Fig.3 shows the trapezoidal shape of the control voltage pulse and a corresponding pulse of displacement of the reference surface in a gauge of vertical type.

Fig.4 shows the multi-stage shape of controlled voltage rising and falling displacement of the reference surface of vertical gauge. Measure the initial and final position of the reference surface showed the virtual absence of hysteresis and creep.

For experimental measurements of the displacements

Мера перемещения горизонтального типа с реперными фрагментами (типа дифракционной решетки, наночастиц и т.д.) может применяться для калибровки сканирующих зондовых и электронных микроскопов. При калибровке она располагается на предметном столике, и поверхность с реперными фрагментами сканируется зондом или сфокусированным электронным лучом микроскопа. В результате сканирования фиксируется положение реперных фрагментов. От электронной системы управления на меру подается управляющее напряжение, под воздействием которого ее отсчетная поверхность с реперными фрагментами калиброванно перемещается. Сканирующая система микроскопа измеряет величину перемещения реперного фрагмента относительно первоначального положения, и это значение приравнивается к величине калиброванного перемещения отсчетной поверхности меры.

Использование меры перемещения горизонтального типа, в отличие от калибровки по статическим образцам, не требует применения симметричных зондов или набора образцов с реперными фрагментами, расположенными на расстоянии в несколько нанометров, а также позволяет одной мерой перемещения произвести калибровку в любой области нано- и пикометрового диапазона [1].

Высокая линейность и повторяемость перемещения мер делают возможным использование их в качестве стандартов при передаче размеров

Рис.3. Трапецидальная форма импульса управляющего напряжения (а) и повторяющая ее форма импульса перемещения отсчетной поверхности меры вертикального перемещения (б)

Fig.3. Trapezoidal pulse shape of the control voltage (a) and the corresponding pulse shape of the reference surface displacement of vertical displacement gauge (b)

от первичного эталона к измерительным установкам. Также меры перемещения могут применяться как встроенные высокоточные линейные манипуляторы, обеспечивающие возможность совместного использования результатов прямого и обратного сканирования, что в два раза сокращает время измерения кадра. При этом, замена в нанолитографах растрового сканирования на

of gauges the computer-controlled electronic systems were used (fig.5). The generated voltage was measured by a voltmeter Fluke884.

Vertical displacement gauges with a resonant frequency of over 10 kHz allow to measure the response time of servo systems of scanning probe microscopes.

CALIBRATION OF SCANNING PROBE AND ELECTRON MICROSCOPES

The vertical displacement gauges may be used for calibration of scanning probe microscopes (atomic force, tunnel, near-field,

etc.). During calibration it is placed on the microscope stage, and the probe comes to the reference surface to a distance, which is then held constant by servo system of the microscope. The control voltage is supplied to the gauge and the reference surface moves on a calibrated value. Servo system of the microscope, in turn, moves the probe on the same distance. The measured amount of movement is compared with the calibrated value of vertical displacement of the reference surface of the gauge.

The calibration with use of the vertical gauge, in contrast

to the static calibration gauges, does not requires a set of sharp probes and samples with high-precision indentations. In addition, when applying different control voltages the same gauge may be used to calibrate in any of the fields of nano- and picometer range. The displacement of the reference surface does not depend on its shape that allows to operate outside the vacuum systems and "clean areas". Rapidity of measurement of vertical displacements (less than a second) greatly reduces the influence of temperature drift and mechanical relaxation.

Рис.4. Многоступенчатая форма серии импульсов перемещения с шагом в 1 нанометр и возврат на начальный уровень позиционирования после окончания воздействия управляющих импульсов напряжения

Fig.4. Multi-stage shape of a series of displacement pulses in steps of 1 nm and return to the initial position after turning off the control voltage

векторное в десятки раз повышает скорость технологических процессов.

ИНТЕРФЕРОМЕТРЫ

Для проведения измерений в нанометровом и пикометровом диапазонах разработаны интерферометры различных типов:

- со стабилизацией лазерного излучения брэгговской и цезиевой ячейками с нестабильностью частоты менее 10^{-5} , которые выпускаются в виде моноблока с интегрированными

лазером, оптической системой стабилизации частоты излучения и интерферометром (рис.6a);

- со стабилизацией частоты лазерного излучения брэгговской ячейкой (рис.6b). Относительная нестабильность частоты излучения такого лазера – не более 10^{-3} ;
- компактный встраиваемый интерферометр со стабилизированной цезиевой ячейкой излучением, передаваемым по одномодовому световоду от отдельного лазерного блока.

The lateral displacement gauge with reference fragments (diffraction grating, nanoparticles, etc.) can be applied for calibration of scanning probe and electron microscopes. During calibration it is placed on the microscope stage, and the surface with the reference fragments is scanned by a probe or a focused electron beam of the microscope. As a result of the scan the position of the reference fragments is fixed. The electronic control system supply the control voltage and the reference surface with the reference fragments moves. Servo system of the microscope measures the amount

of movement of the reference fragment relative to the initial position, and this value is set equal to the magnitude of the calibrated displacement of the reference surface of the gauge.

The use of a horizontal displacement gauge, in contrast to the static calibration gauges, does not requires the use of a symmetric probes or set of samples with reference fragments that are located at a distance of a few nanometers, and also provides the calibration by a single gauge in any field of nano- and picometer range [1].

High linearity and repeatability of the displacement gauges make it

possible to use them as standards in transferring from the primary standard to the measuring units. Also the displacement gauges can be used as built-in high-precision linear handlers, providing the sharing of the results of forward and reverse scan, which twice reduces the time of frame measurement. Thus, the use in the scanning nanolithography of a vector scanning instead of raster one in dozens of times increases the speed of technological processes.

INTERFEROMETERS

For measurements in the nano- and picometer ranges the

Рис.5. Электронная система управления на основе сигнального процессора и высоковольтных генераторов напряжения, формирующая электрические импульсы по программе от компьютера

Fig.5. The electronic control system on the basis of a DSP and high-voltage generators, ensuring the formation of electrical impulses according to the computer program

Рис.6. Интерферометры различных конструкций для измерений с субнанометровой неопределенностью: а – со стабилизацией частоты цезиевой и брэгговской ячейками; б – со стабилизацией частоты лазерного излучения брэгговской ячейкой; с – компактный с излучением от удаленно расположенного лазера

Fig.6. Interferometers of different designs for sub-nanometer measurements: a – with the Bragg and cesium cells frequency stabilization; b – with the cesium cell laser frequency stabilization; c – compact with radiation from the remotely located laser

При подаче на меру перемещения регулярных импульсов напряжения возможно измерение оптическим интерферометром соответствующих импульсов перемещения. Усреднение полученных результатов позволяет улучшить отношение сигнал/шум и произвести измерения в пикометровом диапазоне [2].

На рис.7 для меры вертикального типа приведены результаты измерения методом накопления и усреднения импульсов перемещения с амплитудой в несколько пикометров, что эксперимен-

тально подтверждает возможность применения мер перемещения в нано- и пикометровом диапазонах. Следует отметить, что при дальнейшем понижении управляющего напряжения будет уменьшаться и величина перемещения отсчетной поверхности, поэтому меры перемещения можно использовать также в фемто- и аттометровом диапазонах.

Разработанные стандарты и интерферометры могут применяться при калибровке микроскопов, встраиваться в нанотехнологические уста-

different types of interferometers are developed:

- with the Bragg and cesium cells stabilization of laser radiation with a frequency instability of less than 10^{-5} , which is produced as a block with integrated laser, an optical system for frequency stabilization and interferometer (fig.6a);
- with the Bragg cell stabilization of frequency of laser radiation (fig.6b). The relative instability of frequency of radiation of such a laser is not more than 10^{-3} ;
- compact interferometer with cesium cells stabilization of radiation that is transmitted over

single-mode optical fiber from the remotely located laser unit.

The displacement of gauge under the influence of the control voltage pulses can be measured by the optical interferometer. The averaging of the obtained results allows to improve the signal-to-noise and to make measurements in the picometer range [2].

Fig.7 shows the results of the measurement by the method of accumulation and averaging of pulses of vertical displacement with amplitude of some picometers that experimentally confirms the possibility of use of displacement gauges in the nano- and

picometer ranges. It should be noted that with the further decrease of the control voltage will decrease the magnitude of the displacement of the reference surface, therefore, the displacement gauges can also be used in femto- and attometer ranges.

Developed standards and interferometers can be used for the calibration of microscopes, can be integrated in nanotechnology facilities and high-sensitive sensors, and also can be used for research and educational activities in the fields of nanomaterials, nanomechanics and nanometrology. ■

Рис.7. Результаты измерения и обработки серии повторяющихся импульсов перемещения пикометрового диапазона
Fig.7. The results of measurement and processing of a series of recurring displacement pulses in picometer range

новки и высокочувствительные сенсоры, а также использоваться при проведении научно-исследовательских и учебных работ по наноматериалам, наномеханике и нанометрологии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Dziomba T., Luskinovich P.N., Zhabotinskiy V.A., Krebs P., Danzebrink H.-U. Characterization of novel active dynamic SPM standards, Nanoscale 2013.
2. Luskinovich P., Zhabotinskiy V. Nanomanipulators with Reduced Hysteresis and Interferometers Build in NanoFabs. Sensors & Transducers, Vol. 159, Issue 11, November 2013. P. 369–373.

В ЗЕЛЕНОГРАДЕ РАЗРАБОТАН РОБОТ-НАНОПОЗИЦИОНЕР

В НИИ Физических проблем имени Ф.В.Лукина (Зеленоград) разработана концепция устройства, способного стабильно перемещаться по поверхности с шагом в несколько десятков нанометров. Согласно замыслу разработчиков, устройство, названное шагающим роботом-нанопозиционером, может перемещать микро- и нанозонды, исследуемые образцы, технологические подложки, микро- и нанодатчики, микро- и наноинструменты и другие объекты. Перспективные области применения разработки: сканирующая зондовая микроскопия, нанотехнология, микромеханика, молекулярная биология и другие.

"Шагающий нанопозиционер назван роботом, потому что в автоматическом режиме определяет место на несущей поверхности, куда следует поместить переносимую опору так, чтобы после ее установки сохранить устойчивость, – рассказывает научный сотрудник института Ростислав Лапшин. – В существующих сейчас устройствах этот процесс случаен. Именно высокая устойчивость опор позволяет исключить неконтролируемые

нанометровые подвижки позиционера во время работы. Кроме того, в отличие от аналогов, наш робот полностью отрывает опору от поверхности во время ее перемещения".

Миниатюрное устройство оценивает рельеф несущей поверхности путем ее сканирования расположенным на опоре зондом так, как это происходит, например, в атомно-силовом микроскопе. При этом шагающий нанопозиционер запоминает характеристики несущей поверхности на пройденном пути, после чего маршрут может быть точно воспроизведен нужное число раз.

Конструкция и способ управления шагающим роботом-нанопозиционером запатентованы. Изобретение признано Федеральным институтом промышленной собственности перспективным и включено в базу данных "Перспективные изобретения" (IMPIN).

и-Маш

НА КРАМЗЕ ВНЕДРИЛИ НАНОТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ЗАЩИТЫ ОТ КОРРОЗИИ

В прессовом производстве Красноярского металлургического завода (КраМЗ) внедрили инновационную разработку – материал Alodine NT-E немецкой фирмы Henkel, который используют на вертикальной линии порошковой покраски профилей SAT. Препарат разработан с использованием нанотехнологий – он создает на поверхности алюминия высокоплотное покрытие из прочных наночастиц.

Благодаря использованию циркония химический раствор прост в использовании, в отличие от предшествующей технологии, в которой применялся материал на титановой основе. Теперь обслуживание линии покраски SAT занимает в разы меньше

времени – раствор меняют раз в четыре месяца, то есть в два раза реже, чем до этого.

До внедрения материал проходил испытания в течение полугода. Первые три дня тесты проводились каждый час, затем – один раз в день. В ходе испытаний были разработаны методики контроля концентрации рабочего раствора и качества обработки, внесены изменения в технологическую инструкцию. Оценки качества защитно-декоративного покрытия показали, что все параметры – класс покрытия, толщина, адгезия, эластичность при изгибе, твердость, прочность при ударе – соответствуют требованиям ГОСТ 22233-2001.

КраМЗ