

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ ТРИГЛИЦИНСУЛЬФАТА ДЛЯ КАЛИБРОВКИ ПЬЕЗОСКАНЕРА АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

Гайнутдинов Р.В., Белугина Н.В., Толстихина А.Л.

Институт кристаллографии РАН, 117333, Москва, Ленинский пр. 59.
E-mail: alla@ns.crys.ras.ru; тел. (095) 135-11-00; факс (095)135-10-11

Принцип работы атомно-силового микроскопа (АСМ) основан на сканировании поверхности образца зондом, изменение положения которого по трем взаимно перпендикулярным осям X, Y, Z осуществляется при помощи пьезосканера. В виду не идеальности пьезокерамики сканер микроскопа дает нелинейную зависимость по высоте, что приводит к искажению получаемых изображений. Таким образом, для обеспечения достоверности результатов периодически возникает необходимость калибровки сканера.

Калибровка АСМ по Z обычно выполняется с помощью тестового объекта известной высоты. Поскольку невозможно существование единого эталона при измерении высот, различающихся в нанометровом диапазоне размеров на 5 порядков, для калибровки необходимо использовать набор эталонных структур. Такие структуры можно разделить на естественные и специально изготовленные эталоны высоты. К первым относятся кристаллы – природные эталоны, ко вторым — структуры с известной высотой, изготовленные по специальным технологиям (коллоидные частицы золота, ряды полистироновых сфер, калибровочные решетки и т.п.).

Для калибровки в диапазоне высот 0,1-10 нм могут быть использованы атомные ступени в кристаллах. Кристаллы, имеющие плоскость спайности, при расколе часто образуют ступени высотой, кратной параметру элементарной ячейки. Однако, множитель кратности – величина непостоянная, что затрудняет получение стабильных эталонов. В работе [1] предложен стандарт в виде ступенчатой поверхности Si (111), полученной сколом в сверхвысоком вакууме, и специальная процедура определения высоты ступеньки для калибровки пьезосканера. Поскольку абсолютная величина ступеньки не может быть определена другими методами, авторы предположили, что моноатомная ступенька, наблюдаемая на поверхности Si (111), точно соответствует двойному слою и имеет высоту 0,318 нм. Калибровка выполняется с помощью построения гистограммы высот и математической обработки, учитывающей дрейф и искажения. В результате проведенной обработки среднее стандартное отклонение высоты ступеней уменьшается на 50%, точность измерения высоты ступеней оценивается в 5%.

Для калибровки пьезосканера АСМ при измерениях в диапазоне высот до ~ 10 нм нами предложен новый эталон. Эталонный образец представляет собой кристалл триглицинсульфата (ТГС), сколотый по плоскости спайности (010), нормальной к оси поляризации. В результате раскола на поверхности образуются островки и впадины, латеральные размеры которых могут быть различны, а высота и глубина одинакова и составляет $b/2$ (где b - параметр моноклинной элементарной ячейки ТГС, $a = 0,91$ нм, $b = 1,27$ нм, $c = 0,57$ нм, $\beta = 105^\circ$). Постоянство высоты (глубины) островков (ямок) на полярной плоскости скола обеспечивает выполнение основного условия калибровки пьезосканера (стабильность параметров тестовой структуры эталонного образца).

Образование круглых выступов и ямок субмикронных латеральных размеров с одинаковой высотой (глубиной), составляющей $\frac{1}{2} b$ на полярной поверхности скола мы наблюдали [2, 3] при работе в контактном и полуконтактном режимах АСМ. Они обнаруживаются на поверхности кристаллов ТГС различной предыстории (состаренных, отоженных и облученных), и генетически связаны со слоистой структурой. Многочисленные наблюдения за островками и ямками на различных участках поверхности в процессе нагрева и охлаждения образцов показали, что высота (глубина) островков (ямок) остается неизменной во времени и при изменении температуры. Данный факт свидетельствует, что предложенная эталонная структура устойчива к ряду внешних воздействий. Кристалл ТГС легко доступен, прост в обработке, и характерные округлые элементы эталона легко распознаются на АСМ изображениях.

Предлагаемый способ калибровки пьезосканера позволяет повысить точность АСМ – измерений и снизить трудоемкость изготовления эталонных образцов, а также обеспечить высокую воспроизводимость тестовых структур.

АСМ исследование проводилось на микроскопе Solver P-47-SPM-MDT (фирма NT-MDT г. Москва) в контактном и полуконтактном (tapping) режимах с помощью кантилеверов NSC11 (фирма MikroMasch г. Таллинн, Эстония).

Работа выполнялась при поддержке гранта РФФИ (проект № 00-02-17506).

1. Suzuki M., Aoyama S, Futatsuki T., Kelly A.J., Osada T., Nakano A., Sakakibara Y., Suzuki Y., Takami H., Takenobu T., Yasutake M. Standardised procedure for calibrating height scales in atomic force microscopy on the order of 1 nm. // J.Vac.Sci.Technol. 1996. V.A14. №3. P.1228-1232
2. Белугина Н.В., Толстихина А.Л. Исследование влияния внешних воздействий на поверхность кристаллов триглицинсульфата методом атомно-силовой микроскопии. // Поверхность. 2000. №6. С.72-78.
3. Толстихина А.Л., Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. О природе двумерных образований на полярной поверхности скола кристаллов ТГС. // Поверхность. 2000. №12. С.19-22.



USING OF TRIGLYCINSULFATE CRYSTALS FOR CALIBRATION OF PIEZOSCANNER OF ATOMIC FORCE MICROSCOPE

Gaynutdinov R., Belugina N., Tolstikhina A.

A.V. Shubnikov Institute of crystallography RAS, 117333, Moscow, Leninsky pr., 59.
E-mail: alla@ns.crys.ras.ru; tel. (7095) 135-11-00, fax (7095) 135-10-11

A principle of a atomic force microscope work (AFM) is based on scanning of a sample surface with a probe. A Probe or a sample change position along three one-to-one perpendicular axis X, Y, Z with a help of a piezoscanner. In view of non ideality of a piezoceramic, a microscope scanner gives a nonlinear dependence of moving from a voltage, that bring about distortions of obtained images. Thus in order to supply a validity of results it is periodically necessary to do a calibration of a scanner.

A calibration of AFM is usually realized with a help of a test object of known height. As far as existence of a uniform standard for calibration in bride height diapason is impossible, it is necessary to use a set of calibration structures. Such structures may be dived on natural and specially made standards of height. To firsts it is refered crystals, to seconds it is refered structures made by special technology (colloid particles of gold, calibration gratings etc).

For the calibration of AFM scanner in height diapason from 3 Å to 10 nm we have offered the new standard. This standard is a triglycinsulfate crystal cleaved along the plane (010), which is perpendicular to the spontaneous polarisation vector. In result of cleave islands and the pits appear on the surface. This formations have different lateral sizes, but height (depth) of them is always $b/2$ (where b being a parameter of the TGS monoclinic unit cell, parallel to the vector of spontaneous polarisation; $a = 0.915$ nm, $b = 1.269$ nm, $c = 0.573$ nm, $\beta = 105^\circ$). The stability of the height (depth) of the islands (pits) supply the completion of the basic condition of a scanner calibration (the stability of the parameters of the standard sample test structure).

We observed the stability of the height (depth) of islands (pits) in a contact and tapping modes of AFM. Many observations of the islands (pits) during heating and cooling have shown that the height (depth) of the islands (pits) leaves the same in time and under changing of the temperature. This fact witnesses that the offered standard structure is firm to the row of the external influences.

The offered method of calibration allows to increase the accuracy of the AFM measurements and to decrease the difficulty of making of the standard samples? And also to supply the high reproduceness of the test structures.

AFM observation was carried out on microscope Solver P-47-SPM-MDT (firm NT-MDT Moscow, Russia) in the contact and tapping modes with the help of the cantilevers NSC11 (firm MikroMasch Tallinn, Estonia).

The work was made under support of Russian fund of Fundamental Researches (project 00-02-17506).