

ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 681.2

**ПЬЕЗОКЕРАМИЧЕСКИЙ ДИНАМИЧЕСКИЙ ЭТАЛОН ДЛЯ
КАЛИБРОВКИ АТОМНО–СИЛОВОГО МИКРОСКОПА**

**©2026 г. Д. И. Яминский, А. И. Ахметова*, А. Д. Терентьев,
Т. О. Советников, И. В. Яминский**

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, физический факультет
Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, 1, строение 2*

**E-mail: akhmetovaai@my.msu.ru*

Поступила в редакцию 07.05.2026

После доработки 03.06.2026

Принята к публикации 28.07.2026

Продemonстрировано применение динамического пьезокерамического эталона для калибровки сканирующего зондового микроскопа. Принцип работы динамического эталона построен на модуляции горизонтального смещения измеряемого образца периодическим сигналом, которую можно осуществлять во время основного измерения топографических характеристик. Динамический эталон представляет собой управляющую плату, генерирующую модулирующий сигнал, и подключенную к ней пьезокерамическую пластинку с известным пьезомодулем. Цель работы – развитие методов метрологического обеспечения для сканирующей зондовой микроскопии на основе предложенного пьезокерамического эталона для динамической калибровки зондового микроскопа. Полученные с помощью пьезокерамического эталона трехмерные изображения позволяют калибровать Z-перемещение сканера с точностью 1.06 ± 0.04 нм с доверительной вероятностью 95%.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, атомно-силовая микроскопия, субнанометровая калибровка, пьезоэффект, эталон нанометра

1. ВВЕДЕНИЕ

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) позволяет получить трехмерное изображение поверхности. Для этого микроскоп сканирует выбранный участок поверхности очень острым зондом. Для отслеживания перемещения зонда в микроскопе используется система обратной связи, которая позволяет поддерживать постоянное расстояние между зондом и поверхностью: Z-сканер постоянно поднимает и опускает образец, повторяя рельеф образца. Траектория движений Z-сканера интерпретируется как рельеф поверхности наблюдаемого объекта.

Схема, основанная на использовании обратной связи, имеет важное достоинство: она позволяет при сканировании поддерживать постоянной силу взаимодействия между зондом и

образцом. В то же время это приводит к тому, что любые механические колебания все равно запечатлеются на топографическом изображении, создавая дополнительный шум. Этот шум снижает точность измерений: становится сложно правильно определить истинные размеры наноструктур и величину шероховатости поверхности. Чем больше шум, тем меньше достоверность количественных результатов, полученных с помощью АСМ [1].

Для определения уровня шума и точности работы микроскопа необходимо систематически проводить калибровку. При калибровке сканирующего зондового микроскопа необходимо учитывать несколько видов возможных погрешностей [2]. Ряд искажений связан с нелинейностью пьезоэлементов, их можно нивелировать по классической методике с использованием калибровочных решеток – статических калибровочных образцов с периодическими структурами известной геометрии. На основе известных расстояний в калибровочных изображениях формируется корректирующая карта. Пиксели искаженного изображения смещаются в соответствии с верным отображением (геометрическим перемещением), что позволяет на этапе постобработки скорректировать нелинейные искажения в плоскости и по вертикали образца. Данный метод не требует дополнительного оборудования или сложной постобработки, но у статических нанометровых эталонов есть свои недостатки: они нестабильны, со временем подвержены деградации и имеют относительно высокую стоимость.

Также для компенсации нелинейностей можно использовать емкостные, пьезорезистивные или оптические датчики. Система непрерывно корректирует положение сканера через обратную связь, компенсируя крип, гистерезис и дрейф пьезокерамики. Этот метод обладает высокой эффективностью, однако требует сложных аппаратных решений, связанных с интеграцией дополнительных систем в установку.

Искажения, вызванные дрейфом и крипом, можно скорректировать с помощью программных алгоритмов. Методы обработки могут применяться постфактум для удаления теплового дрейфа и медленных нелинейностей [3, 4].

Перечисленные процедуры в совокупности уменьшают проявления крипа, гистерезиса и дрейфа, обеспечивая точность наномасштабной визуализации, однако до сих пор не разработано оптимального метода, который позволял бы корректировать получаемые топографические значения в процессе измерения. Существующие статические эталоны (калибровочные решетки TGZ, TDG01 и др.) обладают существенными недостатками: дискретностью диапазона, деградацией поверхности при многократном использовании, отсутствием возможности калибровки в процессе исследования образца, а также высокой стоимостью. В настоящей работе представлено одно из возможных решений озвученной

проблемы. Преимущество предлагаемого эталона заключается в том, что калибровку можно проводить непосредственно в процессе исследования образца.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

2.1. Изготовление меры

Динамическая мера состоит из трех частей – механики, электроники и управляющего программного обеспечения. Основу механики представляют собой две симметричные Г-образные эбонитовые конструкции. Эбонит был выбран из-за его низкого коэффициента теплового расширения (около $7 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) и высокого удельного сопротивления, что минимизирует тепловой дрейф и исключает электростатическое влияние на измерительную цепь. Конструкция имеет вертикальный паз, в который устанавливается пьезокерамическая пластина из цирконата-титаната свинца (ЦТС-19) с припаянными медными электродами (рис. 1). При подаче напряжения пластина расширяется, смещая верхнюю несущую часть относительно нижней в горизонтальной плоскости. На верхнюю часть эбонитовой конструкции приклеивается образец высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ, ООО “Атомграф”). Для уменьшения шумов к пластине припаяны гибкие медные провода с низким отношением массы к длине. Это снижает вероятность возбуждения паразитных механических резонансов в подводящих линиях.

Рис.1. Слева – симметричные несущие конструкции из эбонита. Справа – экспериментальный образец динамической меры в плоскости сканирования...

Изменение толщины пьезоэлемента ΔD прямо пропорционально приложенному напряжению ΔU :

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

где d_{33} – пьезоэлектрический модуль (коэффициент пропорциональности).

Коэффициентом пропорциональности служит пьезоэлектрический модуль d_{33} . Индексы i и j в обозначении модуля d_{ij} указывают на кристаллографические оси, вдоль которых прикладывается напряжение и регистрируется механическая деформация соответственно. В качестве источника управляемого переменного напряжения использовалась плата Arduino MKR ZERO на базе 32-битного ARM-процессора ATSAMD21G18 компании Microchip с вычислительным ядром Cortex M0+. Данная плата имеет встроенный 10-битный цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП) и 32-битный аппаратный таймер.

2.2. Сканирующая зондовая микроскопия

Исследование выполнялось на сканирующем зондовом микроскопе ФемтоСкан (Центр перспективных технологий, Россия) (рис. 2).

Рис. 2. Слева – изображение механической системы сканирующего зондового микроскопа...

Для управления платой был разработан пользовательский интерфейс, в котором можно управлять следующими параметрами: частотой модулирующего сигнала (Гц), амплитудой (В) и кратностью – числом, на которое домножается частота подачи сигнала (рис. 3). Также в программе можно выбрать форму модулирующего сигнала: синус, меандр, пила, треугольник.

Рис. 3. Окно верхней программы для управления сигналом, подаваемым от платы Arduino на динамическую меру...

3. РЕЗУЛЬТАТЫ

Для количественной оценки погрешности калибровки АСМ в латеральной плоскости с использованием динамической меры перемещений в качестве тестовых объектов были выбраны образцы с наиболее крутыми перепадами рельефа – угол наклона склонов составляет величину в 90° . Примерами таких структур служат ступени скола графита, слюды и других кристаллических поверхностей.

Ключевым фактором, влияющим на точность латеральных измерений в АСМ, является конечный радиус кривизны острия зонда, что приводит к эффекту геометрического уширения исследуемых объектов. Для снижения этой погрешности целесообразно применять объекты малой высоты, например ступени скола. При сканировании такой ступени зондом конечных размеров форма рельефа в сечении представляет собой две горизонтальные террасы, расположенные на разных уровнях и соединенные наклонным участком. Угол наклона изображения этого участка тем ближе к значению 90° , чем острее зонд.

Эталон представляет собой электромеханическую систему, способную задавать образцу эталонное горизонтальное смещение в 1 нм по команде от управляющей электроники.

Калибровка основана на сравнении двух последовательных строк сканирования АСМ.

На поверхность эталона приклеивается графит. На его поверхности с помощью клейкой ленты скалывается верхний слой, – таким образом формируется свежесколотая поверхность с атомными ступенями высотой 0.34 нм и протяженностью десятки и сотни нанометров. АСМ сканирует выбранную область в резонансном режиме, при этом отключается развертка по медленной оси (y). В результате формируется изображение, состоящее из многократно повторяющегося профиля одной и той же строки (рис. 4 слева).

Управляющая электроника подает на пьезокерамику меандр, частота которого синхронизирована с частотой сканирования вдоль быстрой оси АСМ. Четные строки сканируются при выключенном состоянии эталона (нулевое смещение), нечетные – при

включенном, когда эталон смещает образец на 1 нм в горизонтальной плоскости (рис. 4 справа).

Данные сканирования обрабатываются онлайн в программном обеспечении ФемтоСкан. Для каждого профиля определяется положение точки на полувысоте ступени по сечению. Расположение этой точки не зависит ни от радиуса закругления зонда, ни от его формы. Разность горизонтальных координат этой точки в соседних строках с включенным эталоном и без него дает величину перемещения пьезосканера в плоскости x . Усреднение по 10–20 измерениям (четные и нечетные строки, прямой и обратный ходы зонда) позволяет подавить случайную составляющую погрешности.

Рис. 4. Слева – пример топографического изображения, отсканированного с отключенной...

На рис. 5 представлены два последовательных профиля ступени скола на графите. Левый профиль записан при включенном эталоне, правый – при выключенном. Горизонтальное смещение точки на полувысоте ступени (пунктирная линия на рис. 5) составило 1.06 ± 0.04 нм. Незначительное отклонение от номинального значения 1 нм объясняется погрешностью предварительной калибровки эталона и может быть компенсировано масштабным коэффициентом.

Рис. 5. Пример двух последовательных строк сканирования, по которым ...

Суммарная стандартная неопределенность составляет 0.02 нм, расширенная неопределенность ($k = 2$) равна 0.04 нм. Таким образом, эталон обеспечивает задание горизонтального смещения с погрешностью около 4%.

4. ОБСУЖДЕНИЕ

Калибровка АСМ в плоскости сканирования представляет собой не менее важную задачу, чем калибровка по вертикали. Традиционные методы калибровки по осям x и y основаны на использовании статических решеток с известным периодом (например, TGZ, TDG01). Как было отмечено ранее, такие эталоны обладают рядом недостатков: дискретностью периода (обычно не менее 100–300 нм), деградацией поверхности при многократном сканировании, невозможностью калибровки непосредственно в процессе исследования образца, а также высокой стоимостью.

Разработанный латеральный динамический эталон позволяет проводить калибровку АСМ в плоскости сканирования с погрешностью менее 0.04 нм. Эталонное смещение может быть задано в любой момент сканирования без остановки процесса измерения. Динамическая мера может быть изготовлена из доступных материалов, она не требует специального сервисного обслуживания. Предложенная методика калибровки применима не только для АСМ, но и для других видов зондовых и оптических профилометров.

Важно, что при использовании латеральной динамической меры эффект уширения, вносимый зондом, может быть практически полностью исключен, если в качестве рабочей точки выбрать среднюю точку наклонной линии и измерять ее горизонтальное смещение. Тем самым, влияние геометрии острия на результаты измерений сводится к минимуму.

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложенный в работе латеральный динамический эталон существенно отличается от традиционных статических решеток по ряду ключевых параметров. Латеральный динамический эталон обеспечивает эталонное смещение величиной 1 нм, что на два порядка меньше размера, предоставляемого статическими решетками, и соответствует типичным размерам исследуемых нанообъектов. Для работы со статической решеткой необходимо прерывать исследование образца, заменять его на калибровочную меру, проводить сканирование и затем возвращать образец. Такой подход исключает калибровку в процессе измерений и не позволяет контролировать дрейф измерительной системы в реальном времени. При наличии существенного крипа, гистерезиса, дрейфа и ползучести на изображении пиролитического графита будут наблюдаться существенные изменения в периоде решетки, что делает неясным, какой из наблюдаемых параметров следует принять за корректное расстояние.

Статические решетки постепенно изнашиваются и загрязняются при многократном контакте с зондом. Кантилевер АСМ истирает выступы решетки, что приводит к изменению ее аттестованных параметров. В случае динамического эталона его поверхность не деградирует и эталон сохраняет метрологические свойства, требуется только перекалибровка раз в 10 лет из-за эффекта старения пьезокерамики на 1–5% за несколько лет.

Изготовление статических кремниевых решеток требует применения сложных литографических процессов высокого разрешения, что обуславливает их высокую стоимость. Динамический эталон изготавливается из доступных материалов (эбонит, пьезокерамика ЦТС-19, медные провода) с помощью простых механических операций. Это делает его легко воспроизводимым и недорогим. Динамический эталон можно интегрировать непосредственно в ходе измерения образца без его замены. Таким образом, латеральный динамический эталон выгодно отличается от статических аналогов по таким параметрам, как диапазон калибруемых перемещений, возможность калибровки в процессе измерения и долговечность. Определенным ограничением является необходимость использования дополнительного генератора управляющих сигналов, что, однако, не критично для метрологических лабораторий в виду небольшой стоимости и доступности.

Динамические меры представляют собой перспективную платформу для субнанометровой калибровки с возможностью применения *in situ* и прослеживаемостью к первичному эталону длины. Развитие динамических мер и стандартизация методик их применения открывают путь к созданию единой метрологической инфраструктуры для нанотехнологий, обеспечивающей воспроизводимость и сопоставимость результатов исследований на наномасштабе.

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Исследование выполнено в рамках государственного задания МГУ им. М.В. Ломоносова. ПО ФемтоСкан предоставлено ООО НПП “Центр перспективных технологий” (www.femtoscanner.ru). Исследование одного из соавторов (С.Т.О) выполнено при поддержке фонда “Базис” (договор 24-2-10-9-1).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Dongmo L.S., Villarrubia J.S., Jones S.N., Renegar T.B., Postek M.T., Song J.F. Ultramicrosc. 2000. V. 85. № 3. P. 141. [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(00\)00051-6](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(00)00051-6)
2. Villarrubia J.S. J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 1997. V. 102. № 4. P. 425. <https://doi.org/10.6028/jres.102.030>
3. Matsunaga Y., Fuchigami S., Ogane T., Takada S. Sci. Rep. 2023. V. 13. № 1. P. 129. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-27057-2>
4. Villarrubia J.S. Surf. Sci. 1994. V. 321. № 3. P. 287. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(94\)90194-5](https://doi.org/10.1016/0039-6028(94)90194-5)

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

- Рис.1.** Слева – симметричные несущие конструкции из эбонита. В область вертикального паза между конструкциями закрепляется пьезокерамическая пластина, обеспечивающая горизонтальное перемещение верхней конструкции относительно нижней на 1 нм. Справа – экспериментальный образец динамической меры в плоскости сканирования с медными проводами и образцом графита на поверхности
- Рис. 2.** Слева – изображение механической системы сканирующего зондового микроскопа ФемтоСкан с установленной динамической мерой, подключенной к управляющей плате Arduino. Справа – блок-схема динамической меры, установленной в микроскоп
- Рис. 3.** Окно пользовательского интерфейса программы для управления сигналом, подаваемым от платы Arduino на динамическую меру. Основные параметры: частота, амплитуда сигнала и кратность.
- Рис. 4.** Слева – пример топографического изображения, отсканированного с отключенной быстрой разверткой, по оси x отображается топография одной строки сканирования, по y – время сканирования. Справа – укрупненное отображение, как смещается ступенька на графите в зависимости от включения и выключения динамической меры.
- Рис. 5.** Сечение двух последовательных строк сканирования, по которым измеряется горизонтальная координата точки, находящейся на половине высоты ступени. Два последовательных профиля ступени скола графита: **а** – со смещением на 1.06 нм (эталон включен), **б** – без смещения. Пунктирными линиями показаны уровни половинной высоты ступени.

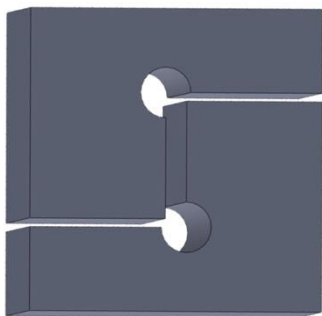


Рис.1.

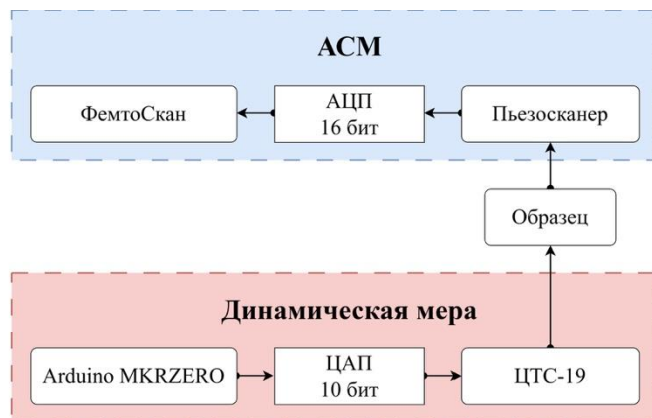
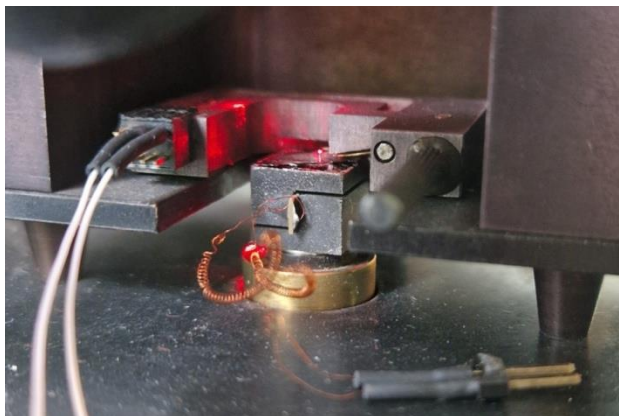


Рис. 2.

COM3 : Silicon Labs CP210x USB to UART Bridge

☐ On/off

Waveform ☐ Sin ☐ Sqr ☐ Tri ☐ Saw

Frequency 0,1000 Hz

Amplitude 0,000 V

Multiplicity 1

Рис. 3.

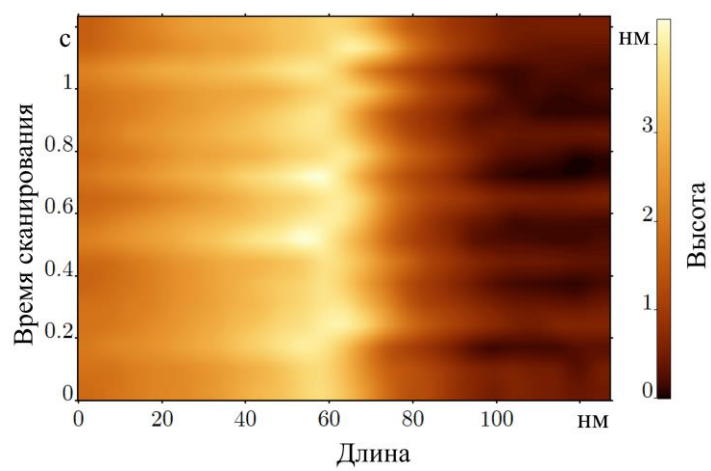
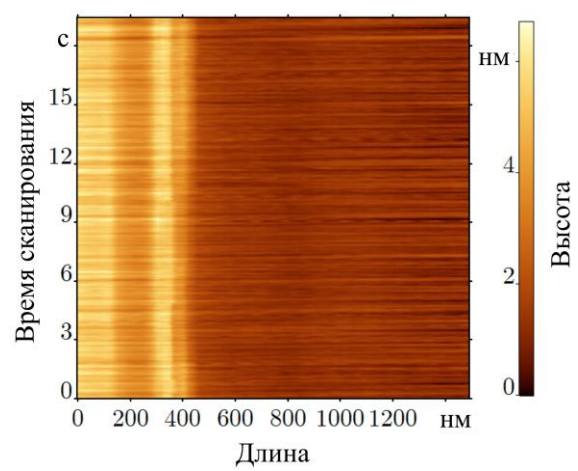
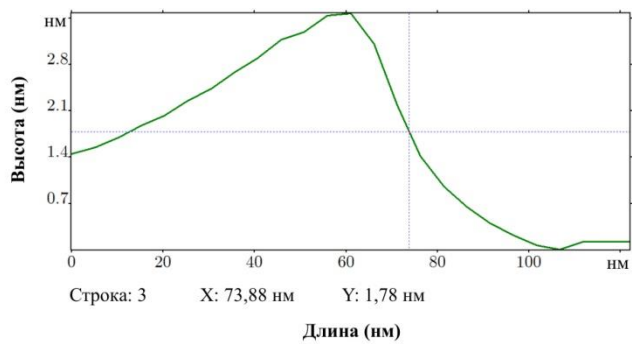


Рис. 4.

(а)



(б)

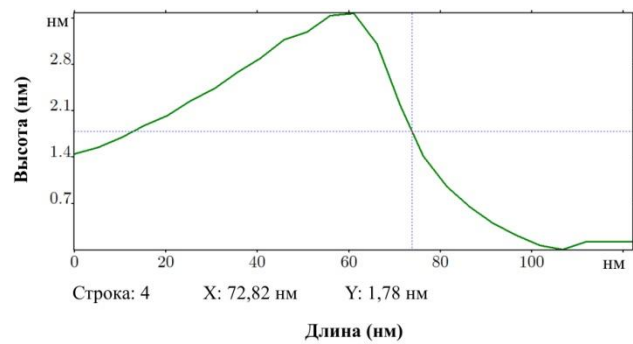


Рис. 5.