

УДК 535.417

С.А. Ермолаев, Р.В. Ромашко, Т.А. Ефимов, А.В. Непомнящий, М.Н. Безрук

Способы детерминированного изменения массы микроосцилляторов

В процессе создания и эксплуатации систем для измерения сверхмалых масс нередко возникает необходимость в проведении калибровки. В этом случае необходимо использовать специальные методы детерминированного изменения массы микроосциллятора. Настоящая статья посвящена разработке и практической реализации способов детерминированного изменения массы, присоединенной к микроосциллятору. Данные способы могут быть использованы для калибровки систем для измерения сверхмалых масс, основанных на применении микроосцилляторов.

Ключевые слова: микроосциллятор, измерение массы, детерминированное изменение массы, сенсор массы.

В процессе создания и эксплуатации систем для измерения сверхмалых масс нередко возникает необходимость в проведении калибровки. В этом случае необходимо использовать специальные методы детерминированного изменения массы микроосциллятора. В последнее время много научных работ посвящено созданию сенсоров сверхмалых масс [1–4]. Большинство из этих сенсоров основывается на методе микровзвешивания [2, 3]. В данном методе объект, масса которого подлежит измерению, прикрепляется к микроосциллятору (кантилеверу). Масса объекта рассчитывается по изменению частоты собственных колебаний микроосциллятора. Принцип калибровки сенсора заключается в присоединении к микроосциллятору объекта с известной массой, после чего измеряется сдвиг резонансной частоты микроосциллятора. Таким образом, проблема детерминированного изменения массы является актуальной. В данной статье представлены практические способы детерминированного изменения массы, присоединенной к микроосциллятору.

Наиболее часто используемые математические модели, описывающие собственные колебания микроосцилляторов, предполагают, что расположение массы на поверхности микроосциллятора известно. В данной статье рассмотрен случай, когда масса располагается на конце микроосциллятора или близко к нему.

Присоединение кристаллов. В качестве присоединенной массы используются кристаллы соли, которые формируются из раствора в процессе понижения температуры. Раствор NaCl нагревался до температуры 97 °С. На поверхность раствора опускался под небольшим углом кантилевер. Затем температура раствора медленно понижалась. Вследствие зависимости предельной концентрации раствора от температуры начинался процесс кристаллизации. Так как температура кантилевера меньше температуры жидкости, наиболее вероятно то, что кристаллы начнут образовываться на его поверхности. Снимок кантилевера с сформированным кристаллом показан на рис. 1. Измерив геометрические размеры кристалла и зная плотность соли, можно рассчитать массу кристалла, которая составила $27 \pm 0,8$ нг. Главное достоинство данного метода в его простоте, достаточно точной оценке массы кристалла соли и в том, что данный способ не требует использования дорогостоящего оборудования. Очевидным недостатком данного метода является невозможность контролировать форму кристалла, место и его расположение.



Рис. 1. Снимок микроосциллятора с кристаллом соли

Напыление металлических пленок. Другой метод изменения массы микроосциллятора заключался в напылении тонкой металлической пленки (палладий) на кантилевер. При напылении должна создаваться сосредоточенная масса, поэтому напыление тонкой пленки на кантилевер не производилось на всю поверхность, а только на его свободный конец. При напылении только части кантилевера необходимо другую его часть временно закрыть экраном.

Один из вариантов закрытия экраном основной части кантилевера включал в себя использование тонкой парафиновой пленки. Пленка поме-

шалась на нужное место на поверхности микроосциллятора с помощью трехкоординатного нанотранслятора с установленной на него тонкой кварцевой иглой. Использование дополнительного охлаждения установки решало проблему преждевременного прилипания парафина.

После того как пленка была помещена на нужное место, температура повышалась до тех пор, пока пленка не начинала расплавляться. Таким образом, парафин плотно закреплялся на кантилере (рис. 2). Затем на кантилевер напылялась тонкая металлическая пленка толщиной 90 ± 5 нм. Кантилевер помещался в воду, нагретую до 75°C , для удаления парафиновой пленки. Парафиновая пленка удалялась с закрытой части кантилевера вместе с напыленной на нее металлической пленкой. Таким образом, платиновая пленка оставалась только на незакрытой части кантилевера.

Для точного определения толщины металлической пленки, напыленной на микроосциллятор, в напылительную камеру была помещена кремниевая пластина 10×10 мм толщиной 0,3 мм. Кремниевая пластина предварительно была помещена на 5 мин в 40% раствор фтористоводородной кислоты для удаления оксидов с поверхности кремния, а затем промыта деионизированной дистиллированной водой. Чтобы свести к минимуму разницу в толщине осажденного слоя металла, микроосциллятор и кремниевая пластина располагались близко друг к другу и на одной высоте.

Для создания резкого перепада высоты (ступеньки) полученную пленку на кремниевой пластине скрабировали (процарапывали) острым скальпелем в нескольких местах. Подготовленная таким образом пластинка помещалась в атомно-силовой микроскоп (АСМ). Затем острие зонда наводилось на край полученной ступеньки и производилось сканирование области вблизи данной ступеньки. С использованием полученного изображения строился профиль поверхности, из которого получена величина перепада высот, а следовательно и толщины металлической пленки, напыленной в вакуумной камере. Как видно из рис. 3, высота перепада, следовательно и толщины пленки, составила $30,5 \pm 0,6$ нм, что хорошо соотносится со скоростью напыления $0,3$ нм/с и временем напыления 90 с.

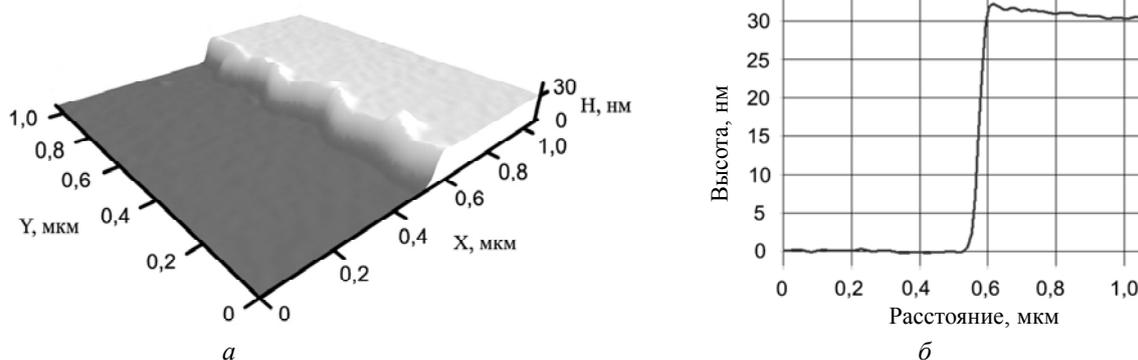
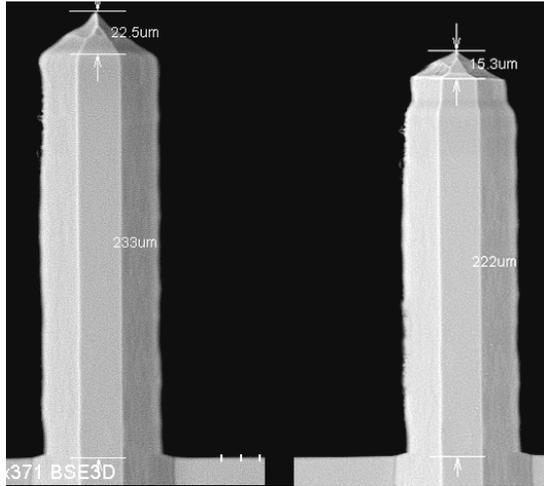


Рис. 3. Экспериментальные данные сканирования кремниевой пластины в АСМ: *a* – 3D-тображение, *б* – профиль поверхности (вдоль оси *X*)

Таким образом, данный способ изменения массы, присоединенной к микроосциллятору, позволяет достаточно точно контролировать величину присоединенной массы и ее расположение. Однако для его реализации необходима вакуумная камера с возможностью магнетронного напыления металлов с кварцевыми весами для контроля толщины пленки либо АСМ.

Изменение размера микроосциллятора. Другой подход к детерминированному изменению массы микроосциллятора основывается на изменении размера микроосциллятора. Например, это может быть сделано за счет уменьшения длины. Уменьшение размера кантилевера производилось с использованием системы ионного травления НІТАСНІ ІМ4000.



Исследование микроосциллятора с измененной длиной в электронном микроскопе показало, что место среза имеет сложную форму (рис. 4). Сложная форма среза была вызвана неплотным прилеганием экранирующей титановой пластины во время процесса травления. Изменение массы микроосциллятора определяется изменением его геометрических размеров. Изменение массы микроосциллятора, показанного на рис. 4 составило 5 нг.

Рис. 4. Изображение микроосцилляторов с поперечным срезом

Преимуществом данного способа является возможность изменять массу микроосциллятора с хорошей точностью. К недостаткам можно отнести тот факт, что изменение массы может выполнено только на достаточно большое значение (2–10% от массы микроосциллятора).

Заключение. Таким образом, в данной статье предложены и реализованы на практике различные способы детерминированного изменения массы, такие как прикрепление кристаллов соли, напыление металлической пленки, уменьшение длины с помощью системы ионного травления, которые могут быть использованы для калибровки систем измерения сверхмалых масс на основе микромеханических устройств. Исследование выполнено при поддержке программы «Научный фонд» ДВФУ», а также Президиума ДВО РАН.

Литература

1. Measurement of mechanical resonance and losses in nanometer scale silicon wires / D.W. Carr et al. // Applied Physics Letters. – 1999. – Vol. 75, № 7. – P. 920–922.
2. Gupta S.V. Nano-technology for detection of small mass difference // J. Metrol. Soc. Ind. – 2008. – Vol. 23, № 3. – P. 177–192.
3. Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators / B. Ilic, H.G. Craighead, S. Krylov et al. // J. Appl. Phys. – 2004. – Vol. 95. – P. 3694–3703.
4. Salehi-Khojin A. et al. Nanomechanical cantilever active probes for ultrasmall mass detection // Journal of Applied Physics. – 2009. – Vol. 105, № 1. – P. 013506–013506.

Ермолаев Сергей Александрович

Студент каф. теоретической и экспериментальной физики ДВФУ, г. Владивосток
Тел.: 8-914-320-07-31
Эл. почта: nekker2@gmail.com

Ромашко Роман Владимирович

Вед. науч. сотрудник Института автоматизации и процессов управления
Дальневосточного отделения РАН (ИАПУ ДВО РАН), г. Владивосток
Тел.: 8 (423-2) 231-04-39
Эл. почта: romashko@iacp.dvo.ru

Ефимов Тимофей Александрович

Аспирант Института автоматизации и процессов управления
Дальневосточного отделения РАН (ИАПУ ДВО РАН), г. Владивосток
Тел.: 8 (4232) 2310439
Эл. почта: tim2vl@yandex.ru

Непомнящий Александр Владимирович

Инженер Института автоматике и процессов управления
Дальневосточного отделения РАН (ИАПУ ДВО РАН), г. Владивосток
Тел.: 8-924-135-10-06
Эл. почта: Aleksandr@dvo.ru

Безрук Михаил Николаевич

Мл. науч. сотрудник лаб. прецизионных оптических методов измерений
Института автоматике и процессов управления
Дальневосточного отделения РАН (ИАПУ ДВО РАН), г. Владивосток
Тел.: 8-950-297-74-65
Эл. почта: bezmisha@list.ru

Ermolaev S.A., Romasko R.V., Efimov T.A., Nepomnyshiy A.V., Bezruk M.N.

Methods of deterministic changes in the mass of the oscillator

Development and operation of any mass weighting system requires calibration. To calibrate the system the etalon mass is used. In its turn special approaches for performing calibrations are required for system of ultra-small mass measurement. This paper is devoted to development and realization of approaches for deterministic change mass of micromechanical device. These approaches can be used for calibration of small mass measurement system based on micromechanical device.

Keywords: micro-oscillator, measuring of the small mass, deterministic change in mass, sensor mass.