

# CHIMICA DELLE SUPERFICI ED INTERFASI

DOTT. GIULIA FIORAVANTI

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DELL'AQUILA  
LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA CHIMICA  
LAUREA MAGISTRALE IN SCIENZE CHIMICHE

# MICROSCOPIE A SCANSIONE DI SONDA

MICROSCOPIA A SCANSIONE AD EFFETTO TUNNEL (STM)

MICROSCOPIA A FORZA ATOMICA (AFM)

MA QUANTI NOBEL...

**Nobel Prizes and Laureates**

Physics Prizes < 1986 >

▼ About the Nobel Prize in Physics 1986

- Summary
- Press Release
- Perspectives
- Speed Read
- Award Ceremony Speech

- ▶ Ernst Ruska
- ▶ Gerd Binnig
- ▶ Heinrich Rohrer

[All Nobel Prizes in Physics](#)  
[All Nobel Prizes in 1986](#)

 **The Nobel Prize in Physics 1986**  
 Ernst Ruska, Gerd Binnig, Heinrich Rohrer

## The Nobel Prize in Physics 1986



Ernst Ruska



Gerd Binnig



Heinrich Rohrer

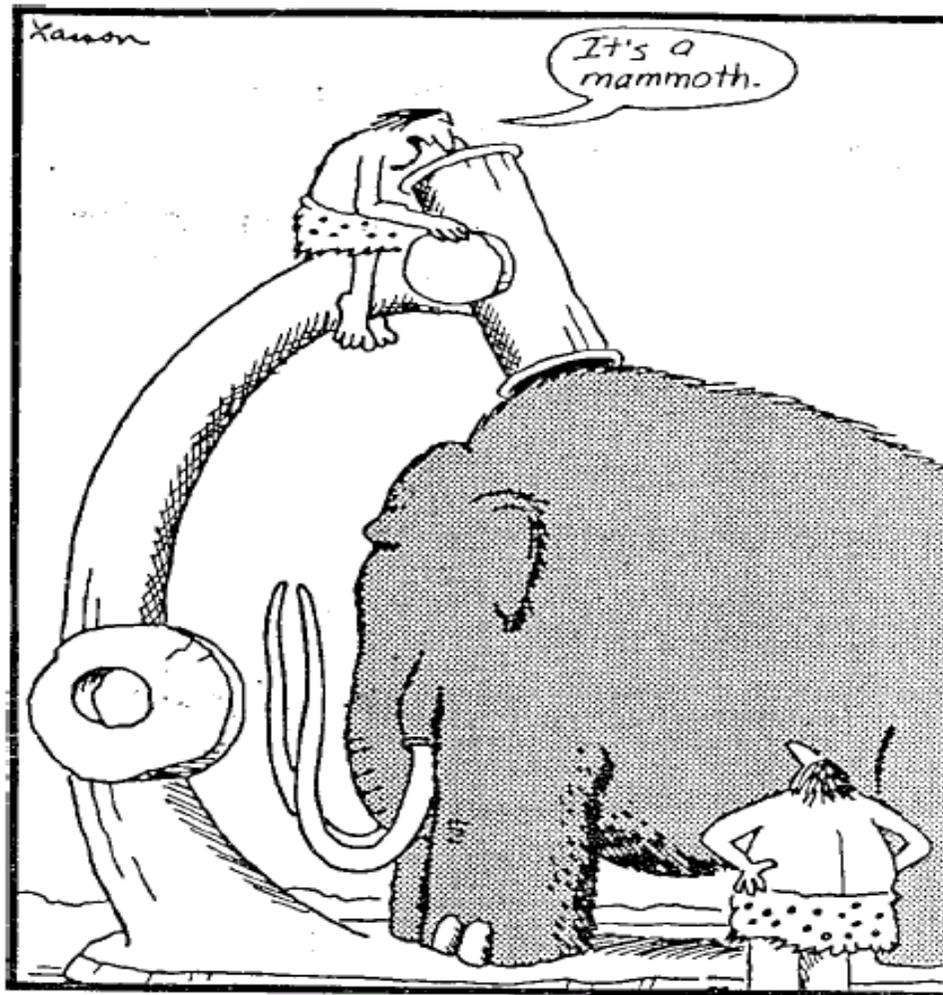
The Nobel Prize in Physics 1986 was divided, one half awarded to Ernst Ruska *"for his fundamental work in electron optics, and for the design of the first electron microscope"*, the other half jointly to Gerd Binnig and Heinrich Rohrer *"for their design of the scanning tunneling microscope"*.

Photos: Copyright © The Nobel Foundation

[+](#) Share | 
 [✉](#) Tell a Friend | 
 [💬](#) Comments

To cite this page  
 MLA style: "The Nobel Prize in Physics 1986". *Nobelprize.org*. Nobel Media AB 2013. Web. 20 Nov 2013. <[http://www.nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/1986/](http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986/)>

Anno	Risoluzione (nm)	Abbreviazione	Nome Microscopia
1981	0.2	STM	Scanning Tunneling
1987	1-5	AFM	Atomic Force

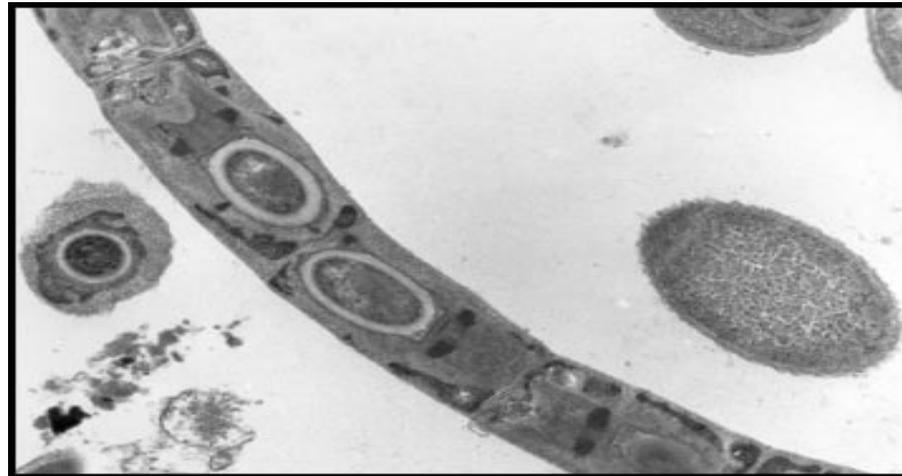


Early microscope

# ALL'INIZIO ERA IL TEM...

COME È FATTO E COSA POSSIAMO VEDERE

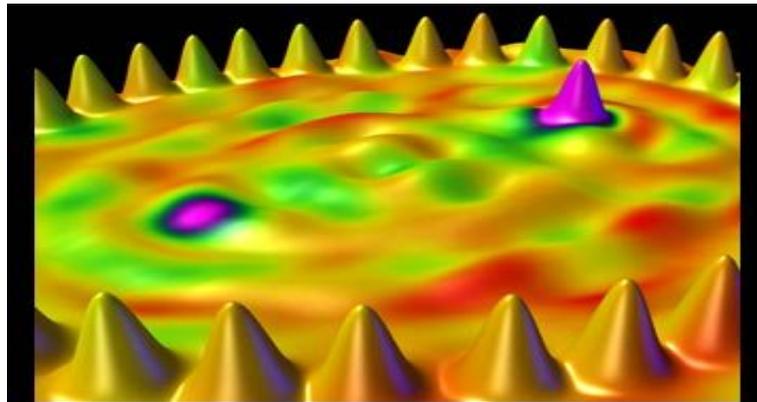
BACTERIUM



- [http://nobelprize.org/educational\\_games/physics/microscopes/tem/index.html](http://nobelprize.org/educational_games/physics/microscopes/tem/index.html)
- [http://nobelprize.org/educational\\_games/physics/imaginglife/index.html](http://nobelprize.org/educational_games/physics/imaginglife/index.html)

## ...POI VENNE L'STM...

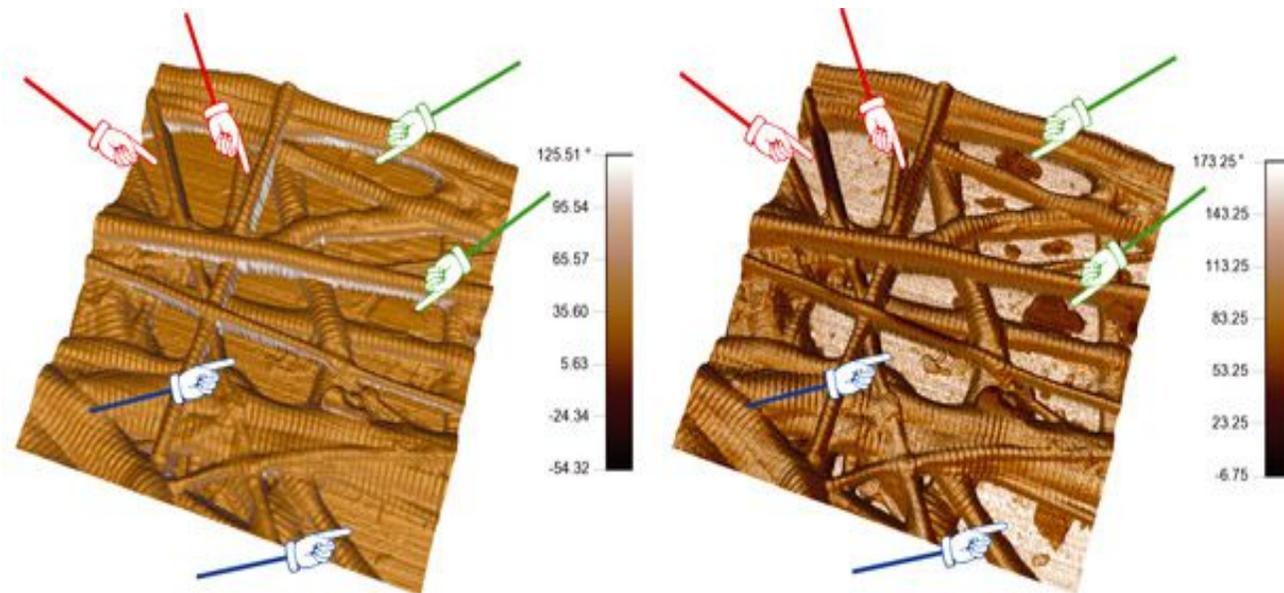
IMMAGINE DEI "QUANTUM CORRALS" (RECINTI QUANTISTICI) , CIOÈ DISPOSIZIONI CIRCOLARI O ELLITTICHE DI ATOMI SU UNA SUPERFICIE: ALL'INTERNO DELL'ELLISSE APPAIONO LE "ONDE" DEGLI ELETTRONI.



MIRAGGIO QUANTISTICO

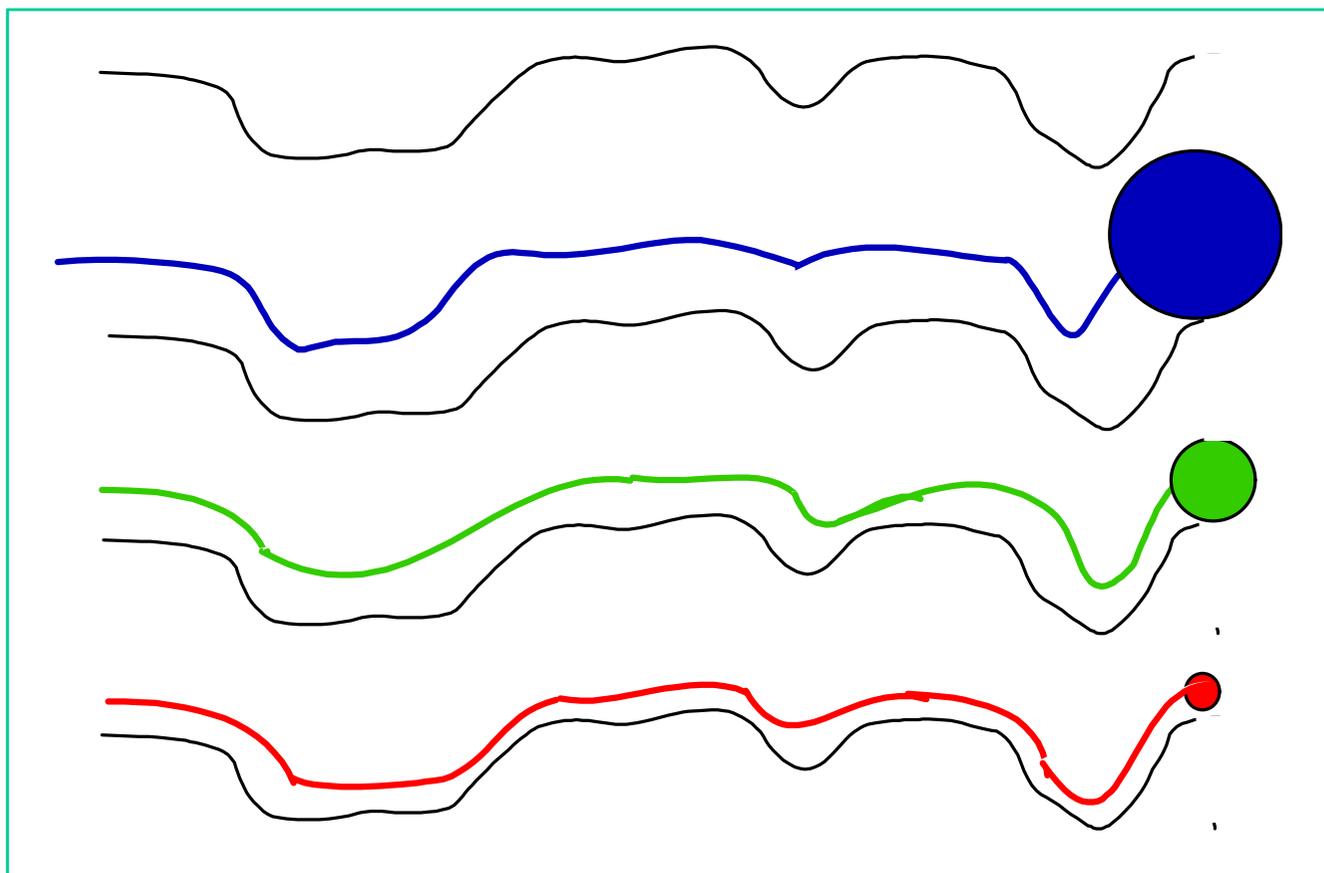
- [http://nobelprize.org/educational\\_games/physics/imaginglife/index.html](http://nobelprize.org/educational_games/physics/imaginglife/index.html)
- [http://nobelprize.org/educational\\_games/physics/microscopes/scanning/index.html](http://nobelprize.org/educational_games/physics/microscopes/scanning/index.html)

## ...ED INFINE L'AFM

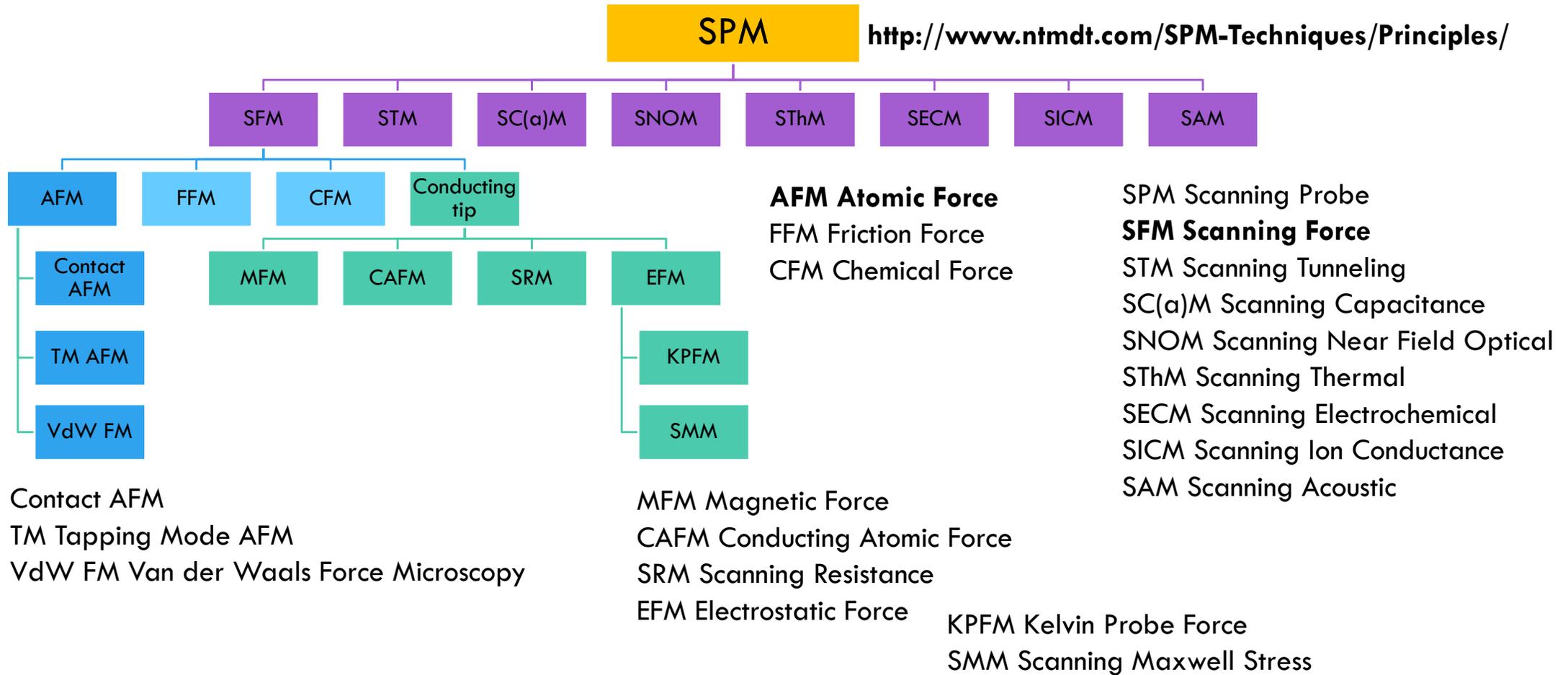


- [http://prola.aps.org/abstract/PRL/v56/i9/p930\\_1](http://prola.aps.org/abstract/PRL/v56/i9/p930_1)

# USARE IL TATTO PER “VEDERE” UNA SUPERFICIE (COME UN NON VEDENTE)



# MICROSCOPIE A SCANSIONE DI SONDA

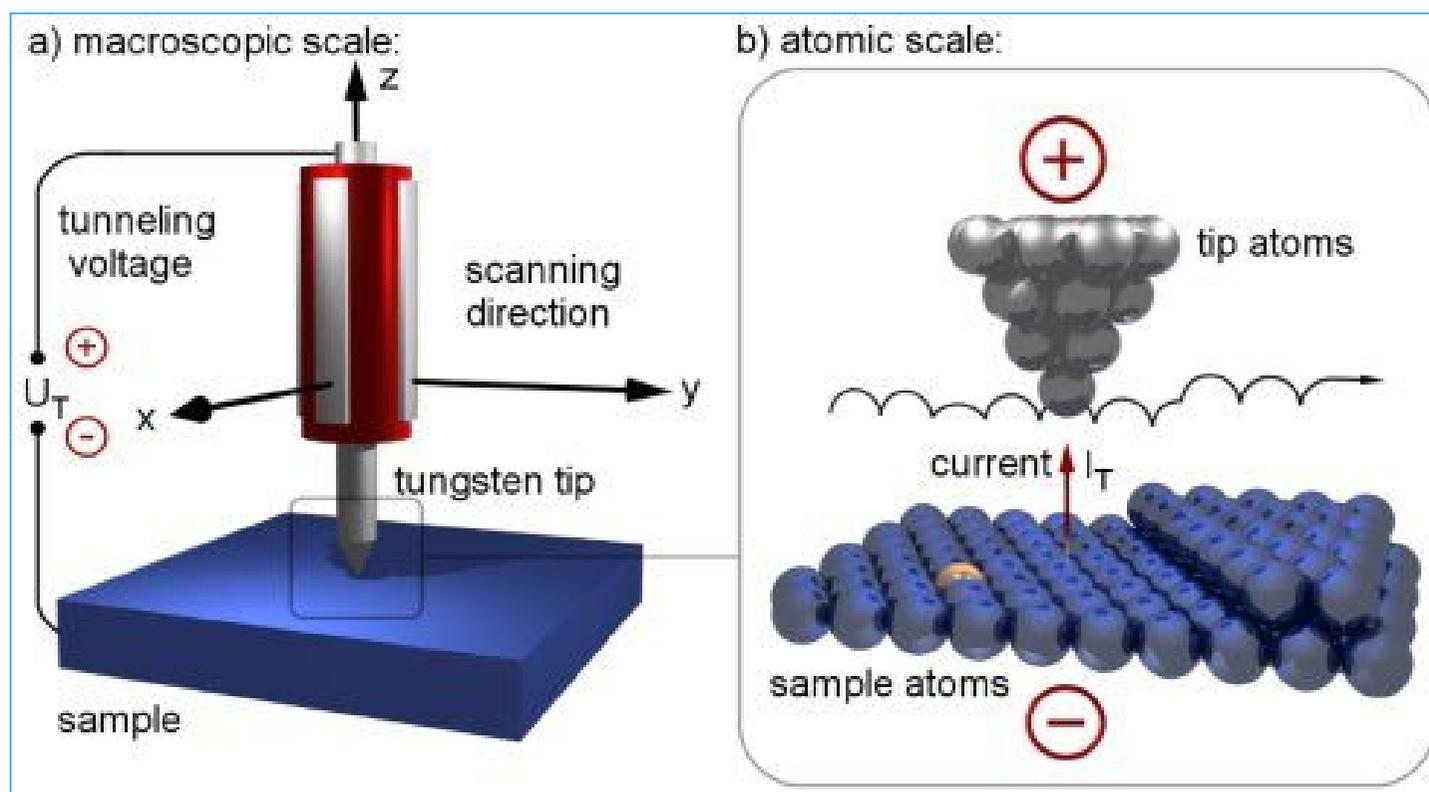


# MICROSCOPIE A SCANSIONE DI SONDA

CARATTERISTICHE COMUNI:

1. UNA **SONDA** (PROBE) **APPUNTITA** CHE INTERAGISCE CON LA SUPERFICIE
2. UNA **INTERAZIONE SONDA-SUPERFICIE** CON UNA FORTE VARIAZIONE CON LA DISTANZA PUNTA-CAMPIONE. LA NATURA DELL'INTERAZIONE RENDE CIASCUNA TECNICA SENSIBILE A DIVERSE PROPRIETÀ FISICHE LOCALI DEL CAMPIONE
3. **POSIZIONATORE PIEZOELETTRICO** (SCANNER) CHE PERMETTE DI POSIZIONARE LA SONDA RISPETTO AL CAMPIONE CON ACCURATEZZA DI FRAZIONI DI ÅNGSTRÖM
4. CICLO DI RETROAZIONE (**FEEDBACK**) CHE REGOLA LA DISTANZA PUNTA - CAMPIONE
5. **ELEVATA RISOLUZIONE VERTICALE** ( $< 1 \text{ \AA}$ )
6. **ELEVATA RISOLUZIONE LATERALE** ( $\sim 1 \text{ \AA}$  PER AFM E STM)

# MICROSCOPIA A SCANSIONE AD EFFETTO TUNNEL (STM)



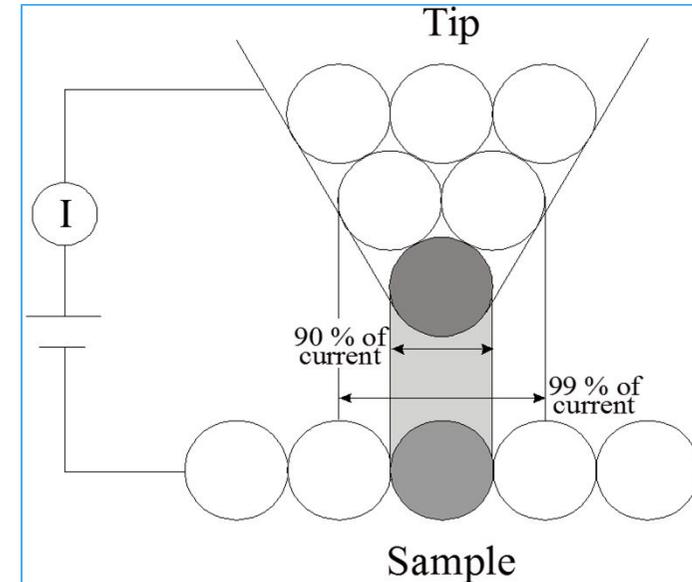
# MICROSCOPIA A SCANSIONE AD EFFETTO TUNNEL (STM)

LA **MICROSCOPIA STM** SFRUTTA L'**EFFETTO QUANTO-MECCANICO** DEL **TUNNELING DI ELETTRONI**.

ESSA FORNISCE IN PRIMA APPROSSIMAZIONE LA STRUTTURA LOCALE DI SUPERFICI DI METALLI E SEMICONDUTTORI. PIÙ CHE UNA MISURA DI TOPOGRAFIA L'STM FORNISCE UNA MISURA DI UNA SUPERFICIE DI **PROBABILITÀ COSTANTE DI TUNNELING**.

INVECE DI SFRUTTARE UN FASCIO DI ELETTRONI ESTERNO SI UTILIZZANO GLI STESSI ELETTRONI DEL MATERIALE COME SONDA.

L'STM MISURA LA **CORRENTE DI TUNNELING** CHE SI STABILISCE TRA UNA PUNTA METALLICA E LA SUPERFICIE CONDUTTRICE DI UN MATERIALE (NON IN CONTATTO) QUANDO SI APPLICA UNA DIFFERENZA DI POTENZIALE.

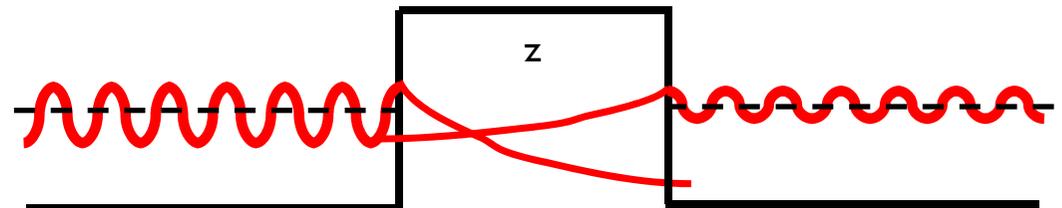
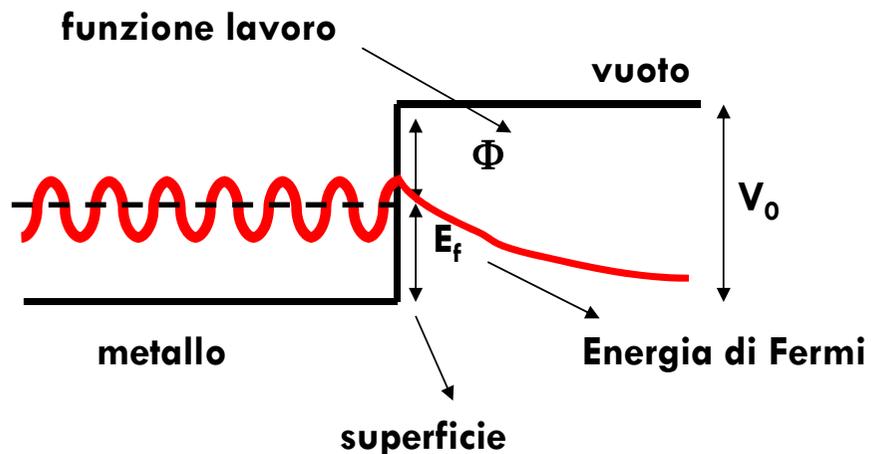


# EFFETTO TUNNEL (EFFETTO QUANTISTICO)

L'**ELETTRONE** NEL METALLO È ASSIMILATO AD UNA **PARTICELLA LIBERA** (FUNZIONE D'ONDA SINUSOIDALE).

QUANDO ARRIVA IN SUPERFICIE, QUESTA SI COMPORTA COME UNA BARRIERA DI POTENZIALE (DISCONTINUITÀ), CHE IMPEDISCE IL PASSAGGIO DI ELETTRONI. SE L'ENERGIA CINETICA È MINORE DELLA **FUNZIONE LAVORO NECESSARIA AD ESTRARRE L'ELETTRONE** LA FUNZIONE D'ONDA DECADRÀ ESPONENZIALMENTE ( $E_k < \Phi$ ).

**CONSIDERO UNA SECONDA SUPERFICIE METALLICA A DISTANZA  $z$  DALLA PRIMA.**



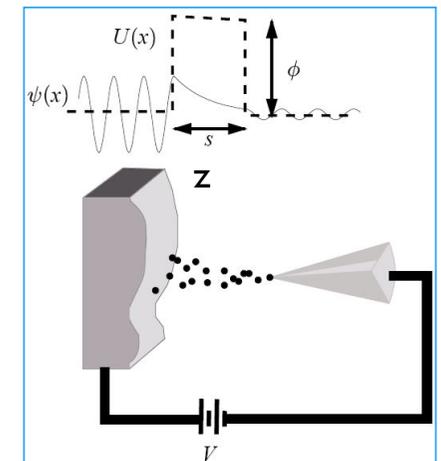
# CORRENTE DI TUNNELLING

QUANDO APPLICO UNA **DIFFERENZA DI POTENZIALE** (DAI mV AI V) TRA LA PUNTA E LA SUPERFICIE MISURO UNA **CORRENTE DI TUNNELING DI 0.1-10 nA** (PER  $z = 3-10 \text{ \AA}$ )

SI PARLA DI PROBABILITÀ CHE L'ELETTRONE SIA TRASMESSO DALLA PUNTA ALLA SUPERFICIE, E QUESTA SARÀ FUNZIONE DEL POTENZIALE APPLICATO (BIAS) E DELLA FUNZIONE D'ONDA ( $\Psi^2$ ).

$$I = k V \exp(-2 \beta z) = V/R$$

Dove  $\beta$  è la costante di decadimento della funzione d'onda,  $V$  il potenziale applicato e  $z$  la distanza punta-superficie.

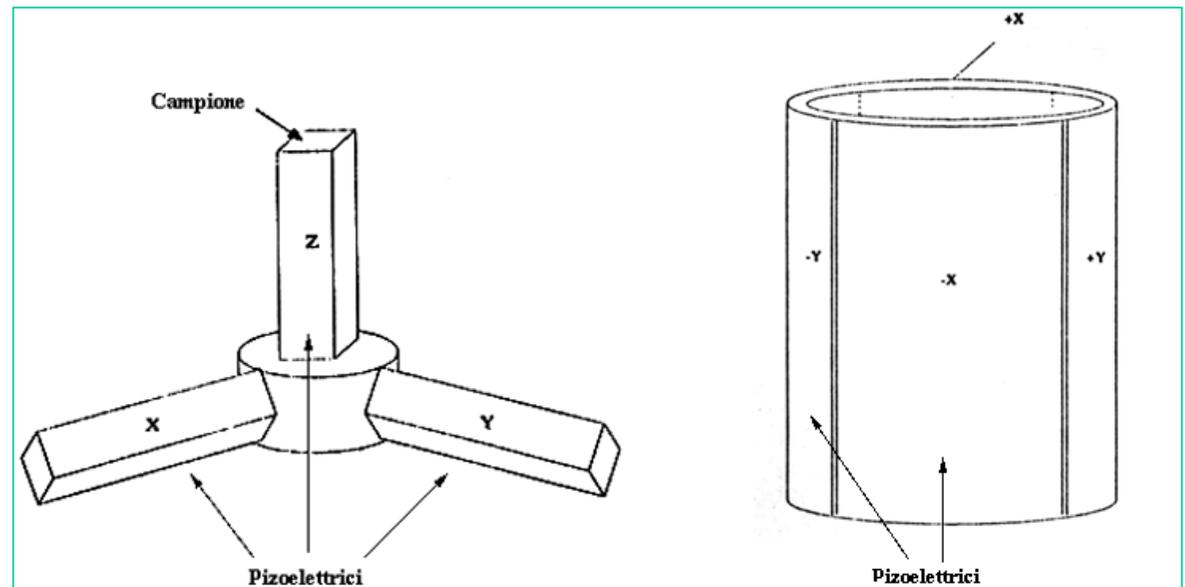


**IL SEGNALE DI CORRENTE REGISTRATO È CONFINATO SOLO SOTTO L'APICE DELLA PUNTA** (PROBE - 90% DELLA CORRENTE), IL CHE PERMETTE LA POSSIBILITÀ DI AVERE UNA RISOLUZIONE LATERALE DELL'ORDINE DI POCHI ANGSTROM (**RISOLUZIONE ATOMICA**).

# SCANNER PIEZOELETTRICO

IN TUTTE LE TECNICHE SPM UN POSIZIONATORE PIEZOELETTRICO (SCANNER) PERMETTE DI **POSIZIONARE LA SONDA RISPETTO AL CAMPIONE CON ACCURATEZZA** DI FRAZIONI DI ANGSTROM.

LO SCANNER È COSTITUITO DA TRE CRISTALLI PIEZOELETTRICI O DA UN TUBO DI SEGMENTI CAPACE DI MUOVERE IL CAMPIONE O LA PUNTA NELLE TRE DIREZIONI DELLO SPAZIO.

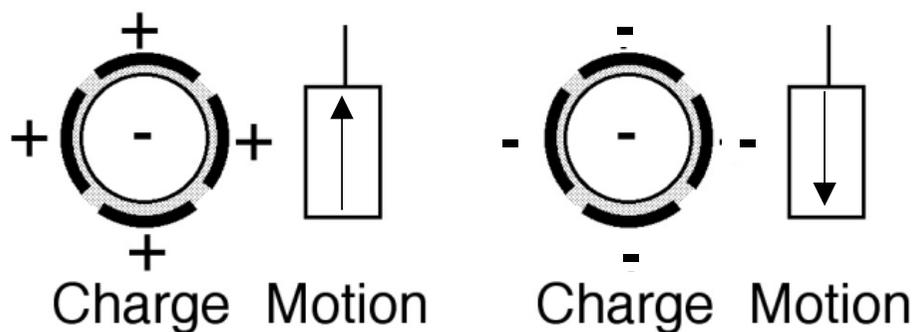


# SCANNER PIEZOELETTRICO

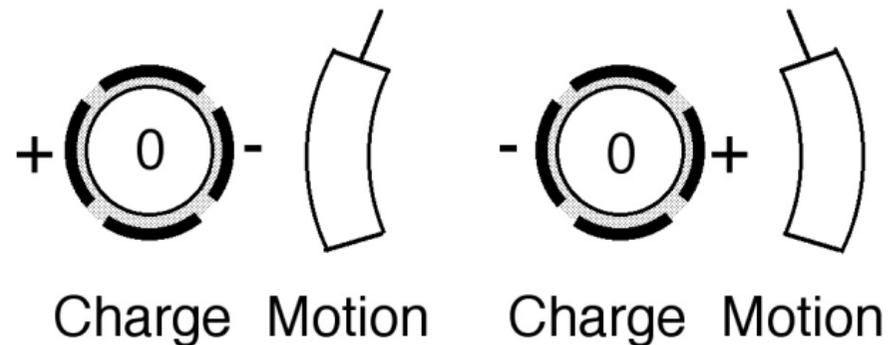
LA **PIEZOELETRICITÀ** È LA CAPACITÀ DI ALCUNI MATERIALI (SOPRATTUTTO CRISTALLI E MATERIALI CERAMICI) DI GENERARE UN POTENZIALE ELETTRICO IN RISPOSTA AD UNO STRESS MECCANICO.

ESISTE ANCHE L'**EFFETTO PIEZOELETTRICO INVERSO**: PRODUZIONE DI UNO STRESS E/O TENSIONE QUANDO VIENE APPLICATO UN CAMPO ELETTRICO.

IN QUESTO CASO SI HA LO **SPOSTAMENTO DELL'ORDINE DEI NANOMETRI**.



**si allunga o si accorcia**



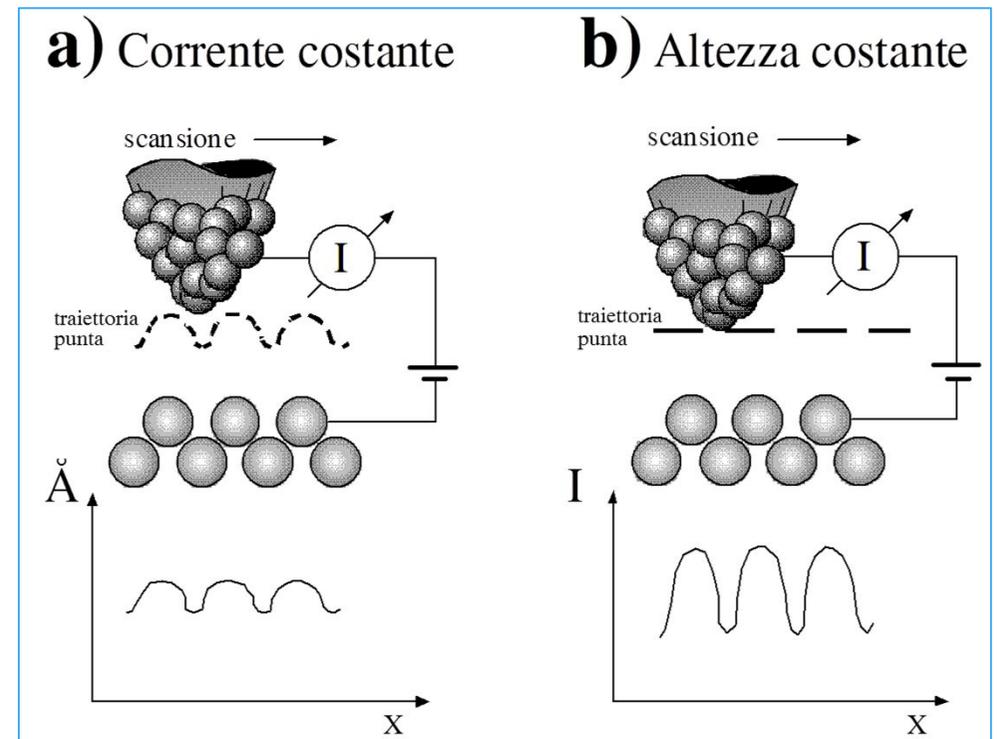
**si deforma a destra o sinistra**

# MODI DI OPERAZIONE DI UN STM

MANTENENDO LA CORRENTE DI TUNNELING COSTANTE OTTENGO UN **IMMAGINE TOPOGRAFICA** DELLA SUPERFICIE, MANTENENDO INVECE COSTANTE LA DISTANZA PUNTA-SUPERFICIE HO UNA MISURA SULLE **VARIAZIONI DI CORRENTE**.

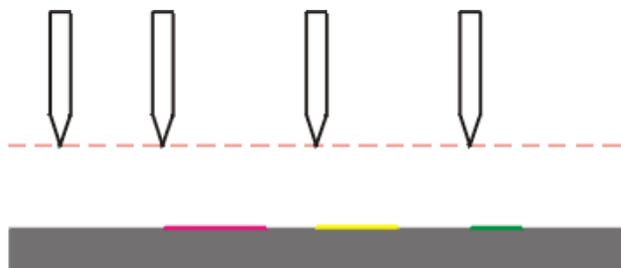
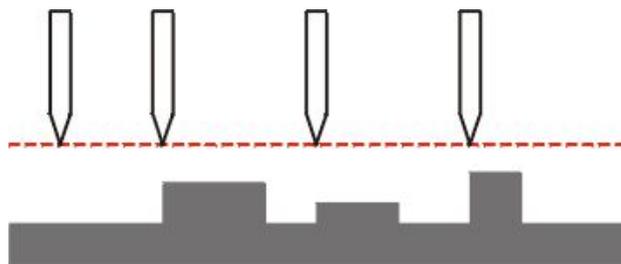
- **$I = \text{cost.}$**       **Topografia  $z(x, y, V)_I$**
- **$z = \text{cost.}$**        **$I(x, y, V)_z$**
- **$0.952 [\text{dln}(I/nA)/(\text{dz}/\text{Å})]$  **Funzione Lavoro locale ( $\Phi$ )****

Se considero la variazione di intensità di corrente in funzione del potenziale ottengo informazioni sulla **conduttanza locale** (LDOS - densità degli stati), tipo **SPETTROSCOPIA DI TUNNELING** (STS).  $\text{d}I(x, y; V)_z / \text{d}V$



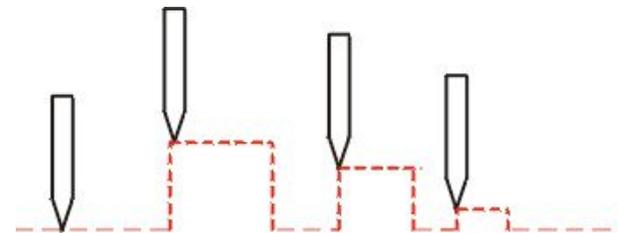
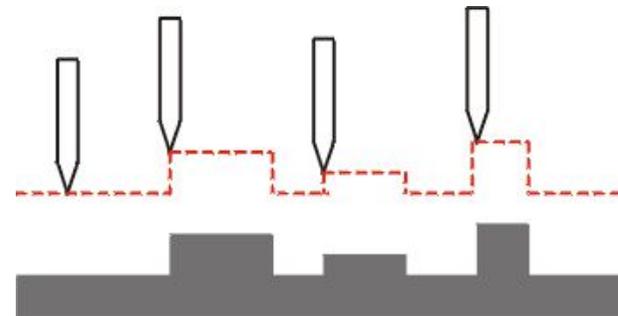
# SENSIBILITÀ TOPOGRAFICA E CHIMICA DEL STM

- **MODO AD ALTEZZA COSTANTE**



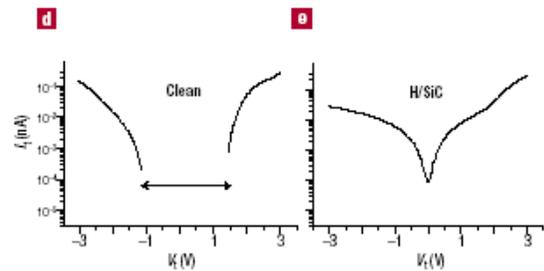
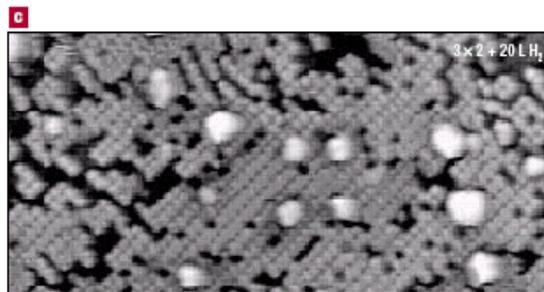
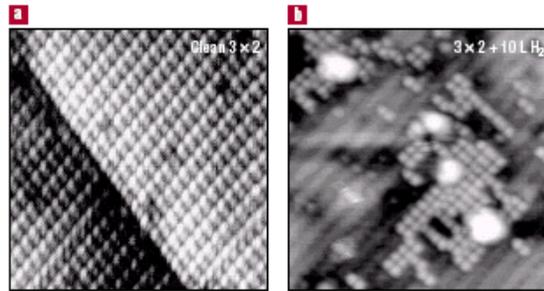
Corrente di Tunneling

- **MODO A CORRENTE COSTANTE**



Movimento del piezo lungo z

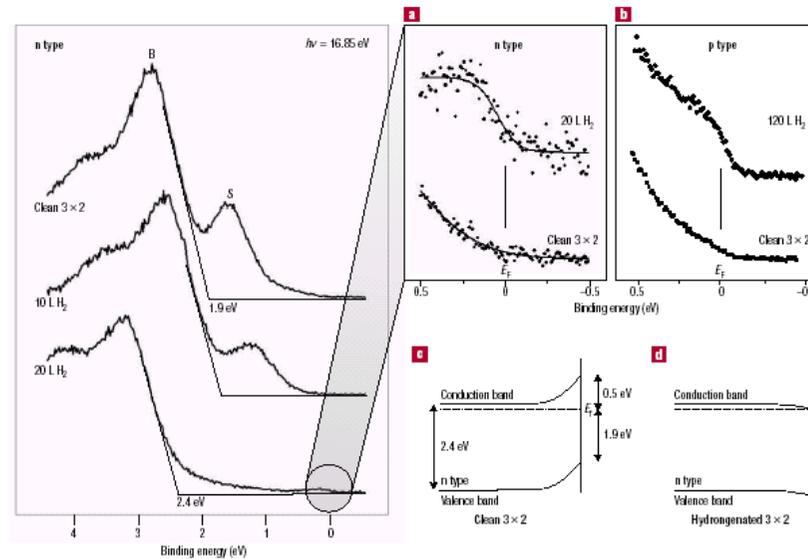
# SPETTROSCOPIA DI TUNNELING (STS)



IDROGENO SU UNA SUPERFICIE DI SiC.

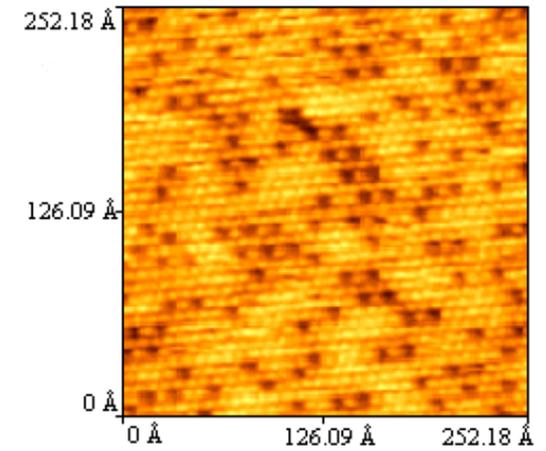
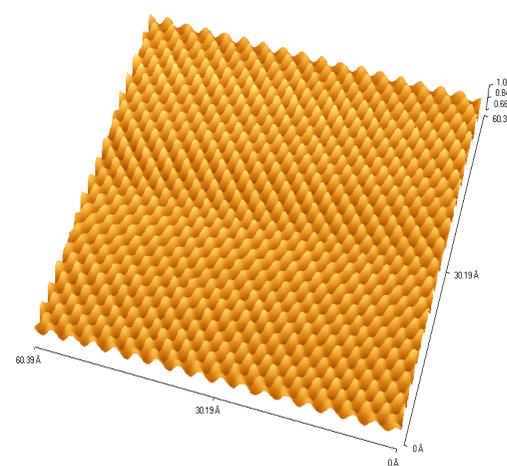
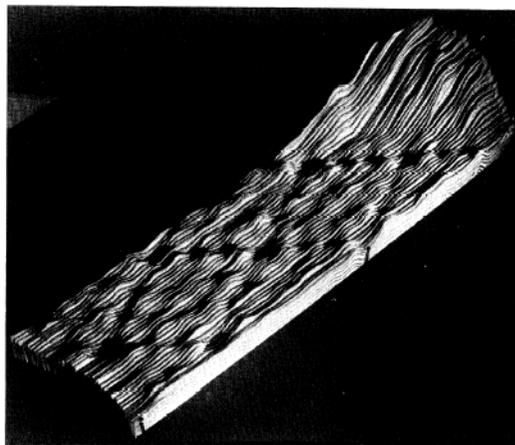
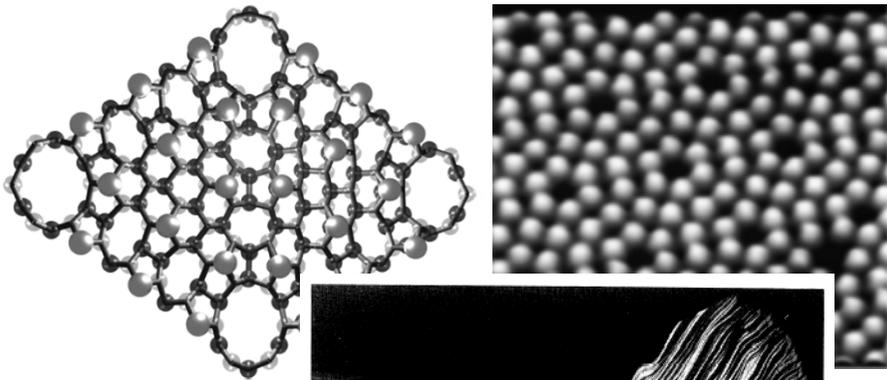
SI PASSA DA UN MATERIALE ISOLANTE AD UN MATERIALE CONDUTTORE.

DERYCKE ET AL., NATURE MATER. 2, 253 (2003)



# IMMAGINI STM

IDENTIFICAZIONE DELLA RICOSTRUZIONE SUPERFICIALE DEL **Si (111)**: RICOSTRUZIONE 7 X 7



Binnig et al. 1982, PRL

Fe/Cu(111)

## STM: QUANTUM CORRAL

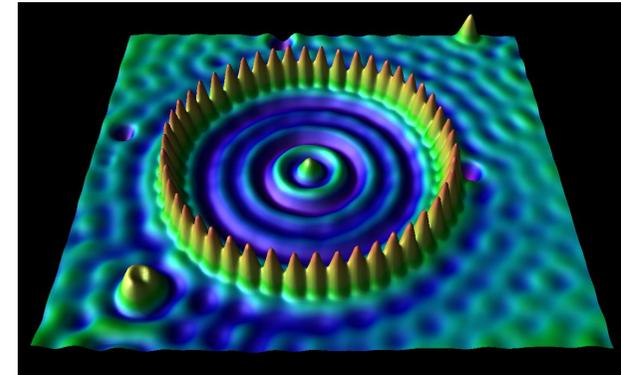
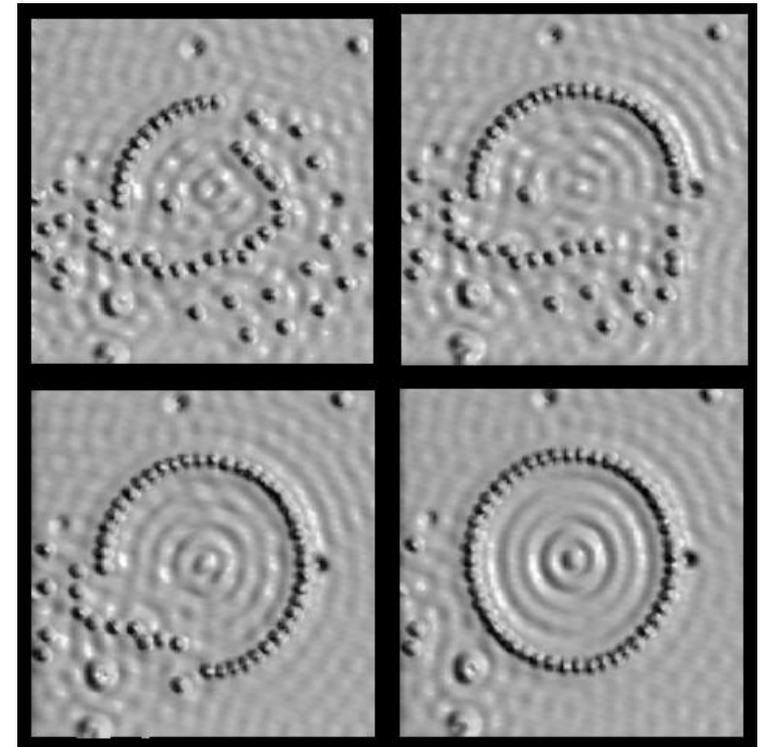


IMMAGINE STM DI UN «**QUANTUM CORRAL**» PER ELETTRONI:  
REALIZZATO CON 48 ATOMI DI Fe SU UNA SUPERFICIE DI CU  
A BASSA TEMPERATURA.

LA STESSA PUNTA DEL MICROSCOPIO È UTILIZZATA PER  
POSIZIONARE GLI ATOMI DI Fe IN UNA ANELLO DI 12.4 nm.

NOTARE LA STRUTTURA ONDULATORIA DENTRO IL RECINTO  
DETERMINATA DAL CONFINAMENTO DEGLI STATI ELETTRONICI  
SUPERFICIALI DI Cu.

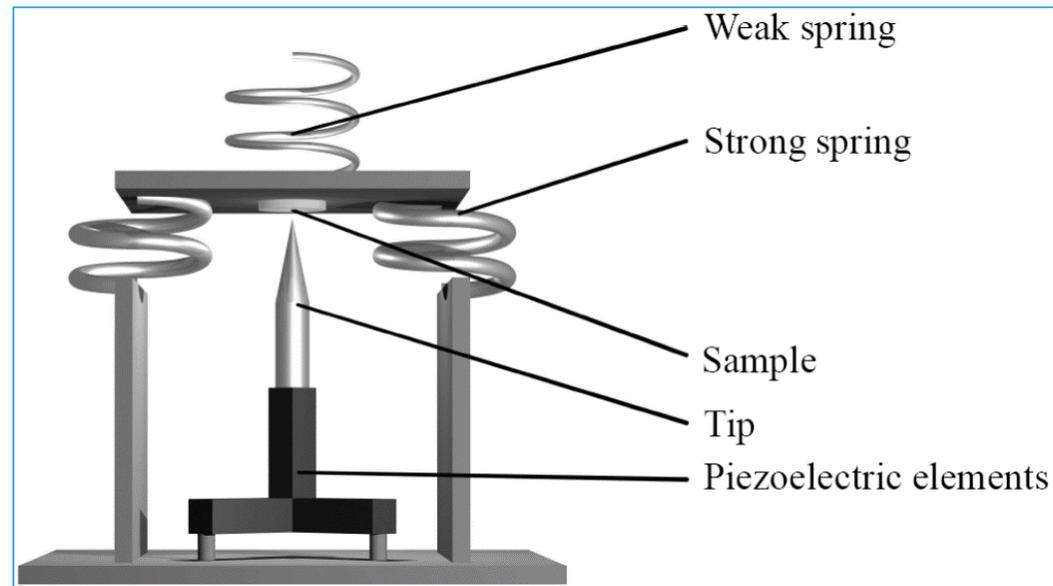
NANOMANIPOLAZIONE!!! MA SERVE L'UHV!!!



# REQUISITI STM

- a) CONTROLLARE LE **VIBRAZIONI** (PIANO ADATTO, ANTI VIBRAZIONE)
- b) AVVICINARE LA PUNTA A POCHI Å DAL CAMPIONE E CORSA  $\sim 1$  mm
- c) SCANSIONE NEL PIANO CON RISOLUZIONE ATOMICA
- d) REALIZZARE UNA PUNTA CAPACE DI RISOLUZIONE ATOMICA
- e) ELETTRONICA DI ACQUISIZIONE SEGNALE E CONTROLLO MOVIMENTI

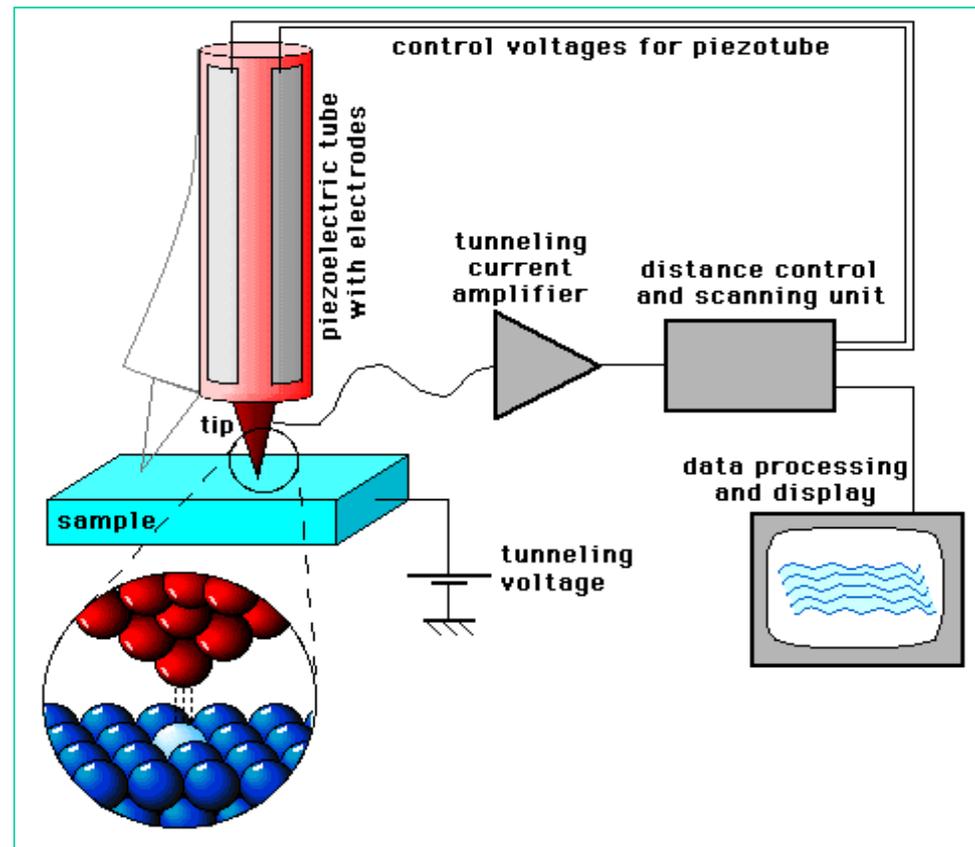
Nota: soluzione b) e c): elementi piezoelettrici  $4/10^8$  parti per Volt (V).  
Es.: 2 cm, 1000 V implica una sensibilità di  $8\text{Å}/\text{V}$ .



# SCHEMA STRUMENTO STM

COMPONENTI:

1. PUNTA METALLICA
2. SCANNER PIEZOELETTRICO
3. AMPLIFICATORE DI CORRENTE (nA),
4. BIPOTENZIOSTATO (BIAS)
5. FEEDBACK LOOP (CORRENTE).



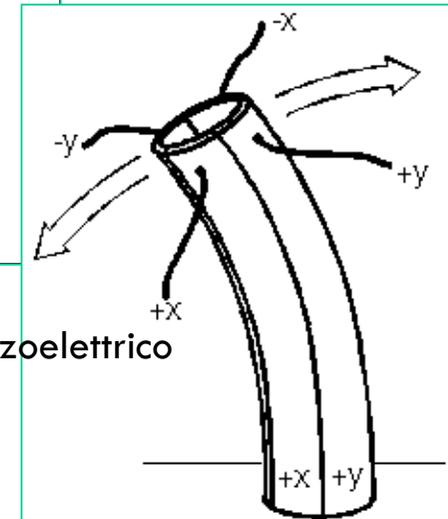
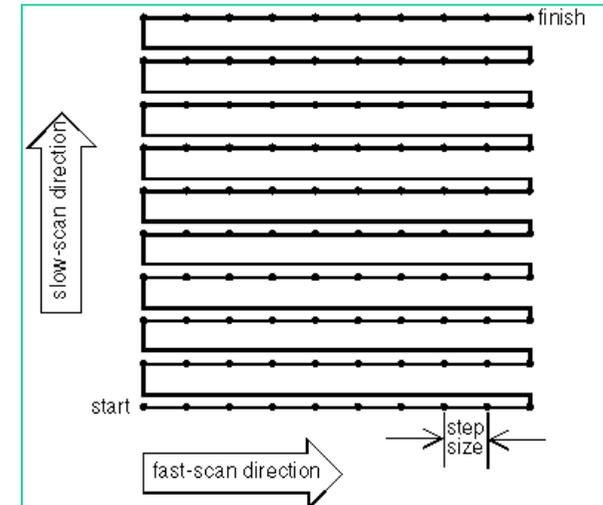
# PIEZOELETTRICO

**DIREZIONE DI SCANSIONE RAPIDA x** LUNGO LA QUALE LA PUNTA PASSA SULLA SUPERFICIE REGISTRANDONE LA TOPOGRAFIA.

PER OGNI CICLO SI AUMENTA IL VOLTAGGIO APPLICATO AL COMPONENTE PIEZOELETTRICO PERPENDICOLARE AL PRIMO, IN MODO CHE OGNI SUCCESSIVA SCANSIONE VELOCE SIA EFFETTUATA LUNGO UNA LINEA PARALLELA LEGGERMENTE TRASLATA RISPETTO ALLA PRECEDENTE: QUESTA È LA **DIREZIONE DI SCANSIONE LENTA y**.

QUESTI DUE MOVIMENTI PERMETTONO DI COMPIERE UNA SCANSIONE SU UN'**AREA QUADRATA**.

IL TERZO CRISTALLO PIEZOELETTRICO CONTROLLA INVECE LA **POSIZIONE VERTICALE**.

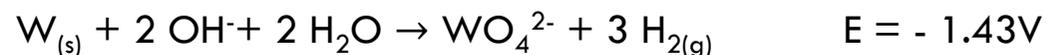
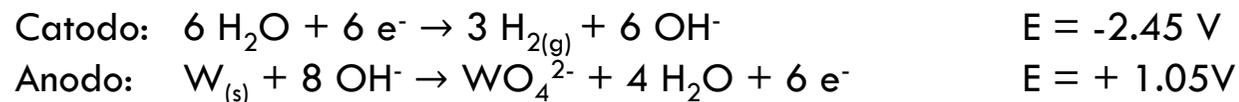


# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA

LA PUNTA NON È ALTRO CHE LA **PARTE FINALE MOLTO ASSOTTIGLIATA DI UN FILO DI PLATINO-IRIDIO** (Pt-Ir), **DI PLATINO-RODIO** (Pt-Ro) O DI **TUNGSTENO** (W).

ESISTONO DUE DIVERSE TECNICHE PER REALIZZARE UNA PUNTA STM:

- SI PUÒ **TAGLIARLA** SEMPLICEMENTE CON DELLE FORBICI (Pt-Ir; Pt-Ro)
- OPPURE POSSONO ESSERE REALIZZATE PER **ETCHING ELETTROCHIMICO** (W; Pt; Pt-Ir; Pt-Ro)



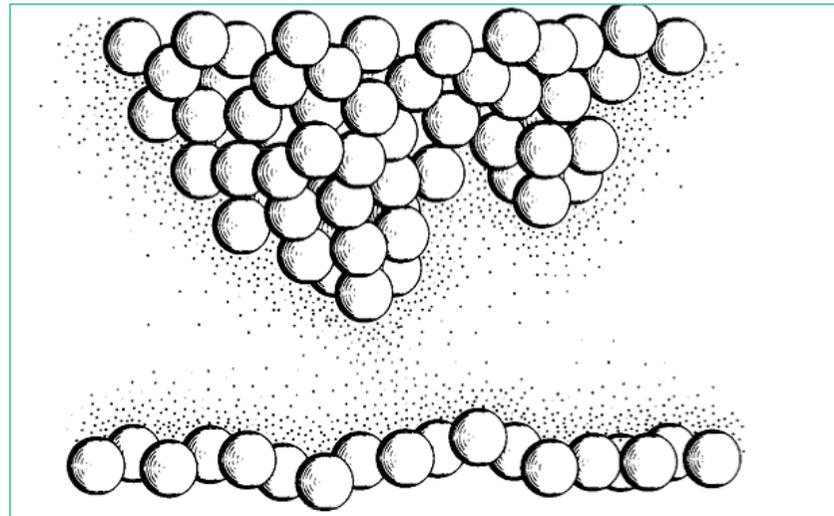
CON LE FORBICI SI OTTENGONO PUNTE CON UN RAGGIO DI CURVATURA INFERIORE A 10 nm.

LA GEOMETRIA DELLA PUNTA PUÒ FACILMENTE INDURRE **ARTEFATTI TOPOGRAFICI**.

# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA

LA SECONDA PUNTA È PIÙ CORTA DI CIRCA DUE ATOMI E QUESTO PORTA AD UNA RIDUZIONE DELLA CORRENTE DI MILIONI DI VOLTE.

UNA PUNTA SOTTILE, ATOMICA, SE SI RIUSCISSE AD OTTENERE, PORTEREBBE ALLA MASSIMA TRASMISSIONE DELLA CORRENTE, OTTENENDO UNA RISOLUZIONE ATOMICA.

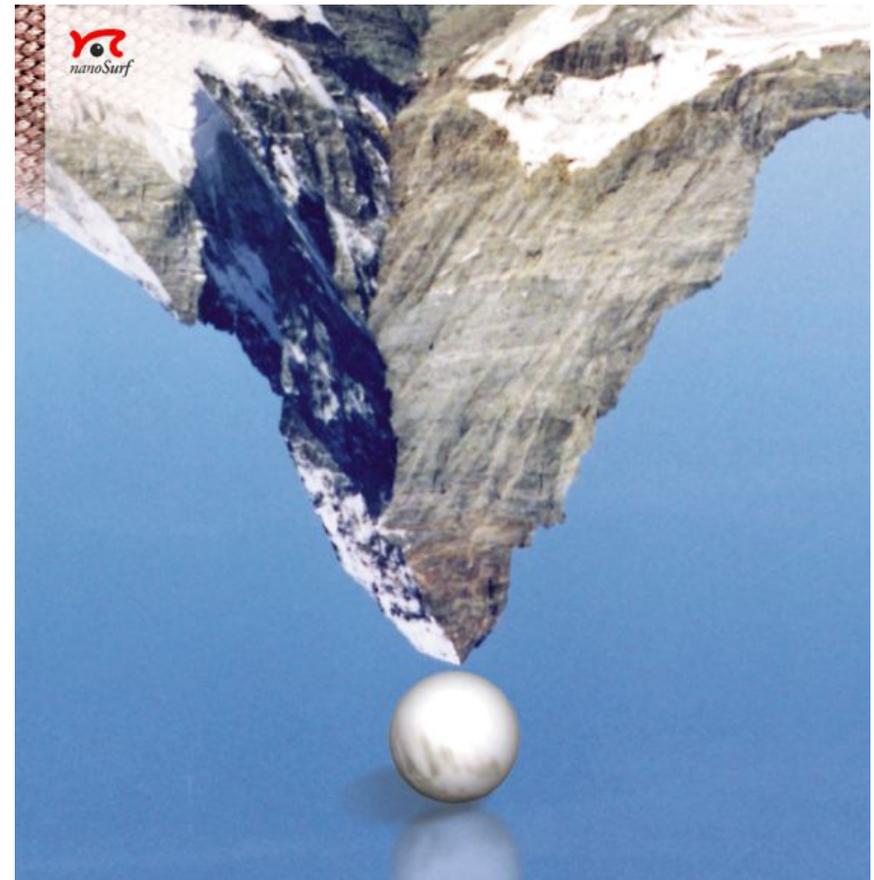
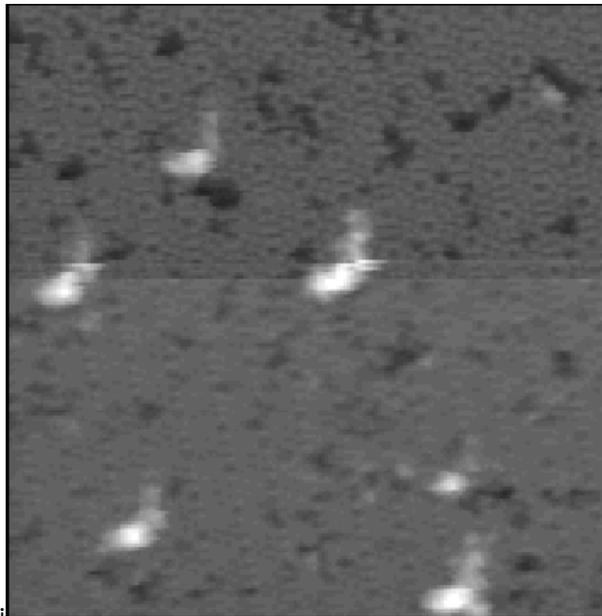


In realtà non si ha una misura diretta dei nuclei, ma della densità elettronica.

# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA

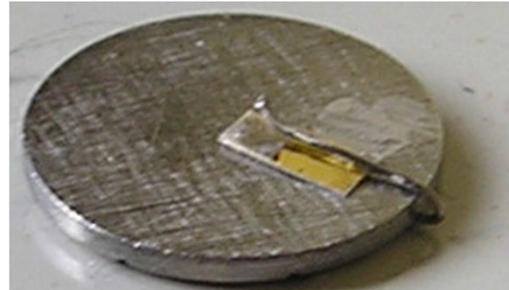
IL SINGOLO ATOMO ALLA FINE DELLA PUNTA PUÒ ESSERE PARAGONATO AD UNA PALLINA DI PING PONG IN CIMA AL MATTERHORN (L'STM È STATO INVENTATO IN SVIZZERA!!!)

La forma della punta può influenzare la bontà dell'immagine (punta doppia o superficie non planare)

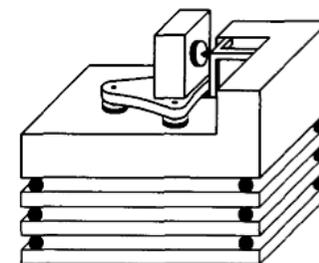


# PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

IL **PORTA-CAMPIONE** PUÒ ESSERE COSTITUITO DA UN **DISCO METALLICO** CORREDATO DA UN'APPOSITA MOLLETTA CHE HA LA DUPLICE FUNZIONE DI TENERE FERMO IL CAMPIONE E DI CREARE UN **CONTATTO ELETTRICO** TRA IL CAMPIONE E IL DISCO.



IL CAMPIONE VIENE INSERITO TRA LA MOLLETTA E IL DISCO METALLICO UTILIZZANDO DELLE APPOSITE PINZETTE. UNA VOLTA INSERITO IL CAMPIONE, SI VERIFICA LA BONTÀ DEL CONTATTO ELETTRICO CON L'AIUTO DI UN TESTER.



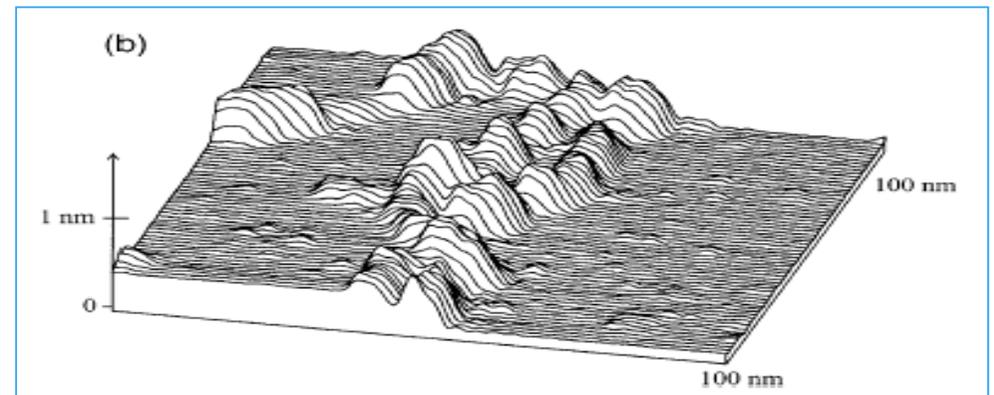
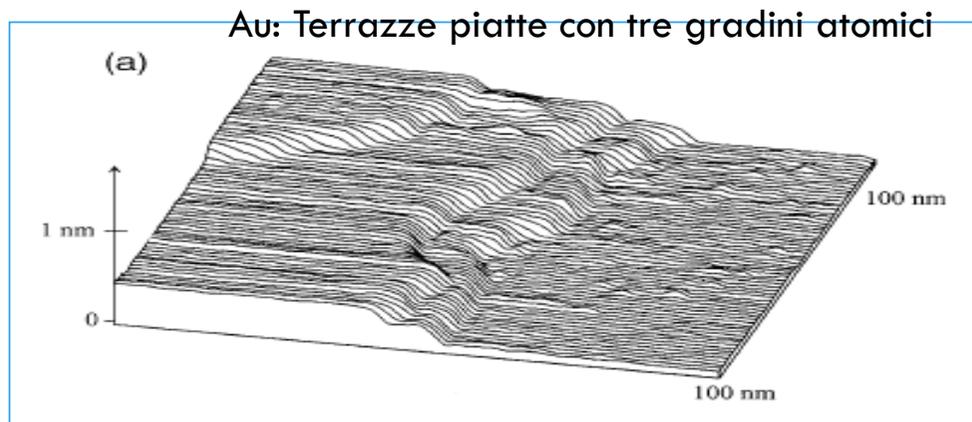
## VANTAGGI E LIMITAZIONI DEL STM

- POSSIBILITÀ DI RISOLVERE SPAZIALMENTE LA DISTRIBUZIONE ELETTRONICA LEGATA A DIFFERENTI ATOMI, CIOÈ DI **“VEDERE” GLI ATOMI**
- VIRTUALMENTE, NESSUNA NECESSITÀ DI PREPARAZIONE CAMPIONI
- STM È ADATTO PER OPERARE SU SUPERFICI "IDEALI" MA IN AMBIENTE LIMITATO (POSSIBILITÀ DI OPERARE IN ARIA MA PER LO PIÙ UHV).
- È MOLTO SENSIBILE ALLE VIBRAZIONI E DEVO USARE **SISTEMI ANTI-VIBRANTI** (A SOSPENSIONE)
- NON SI APPLICA FACILMENTE A MATERIALI CON SCARSE PROPRIETÀ DI CONDUZIONE
- STM RICHIEDE **CAMPIONI CONDUTTIVI**, E LA METODOLOGIA RISULTA INADATTA PER LO STUDIO IN CAMPO BIOLOGICO O DI *SOFT MATTER* IN GENERALE.
- STM È UNO STRUMENTO POTENTE PER LA STRUTTURA IN 2D E PER LA VISUALIZZAZIONE DI DIFETTI DI MAPPATURA, MA LA TERZA DIMENSIONE A VOLTE NON È AFFIDABILE.

# DEPOSIZIONE DI METALLI

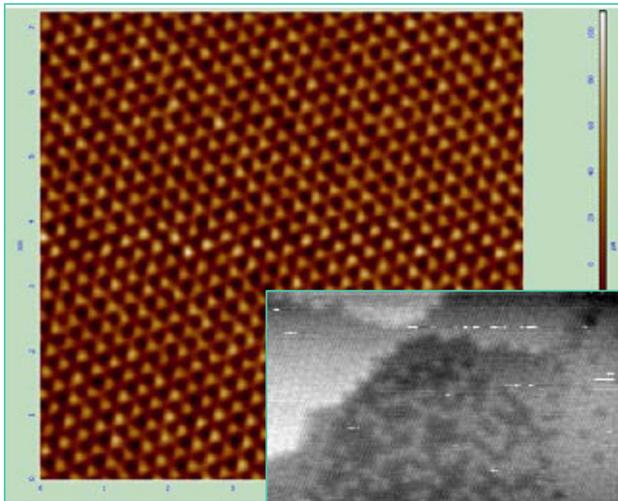
APPLICANDO UN POTENZIALE NEGATIVO AL CATODO SI PUÒ OTTENERE LA DEPOSIZIONE DI ATOMI METALLICI, CHE PUÒ PORTARE ALLA FORMAZIONE DI DIFETTI DI SUPERFICIE, COME GRADINI O DISLOCAZIONI.

IMMAGINI STM DI SUPERFICI DI ORO Au(111) IN 5 mM  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 0.05 mM  $\text{CuSO}_4$  PRIMA (a) E DURANTE (b) LA DEPOSIZIONE DI RAME.



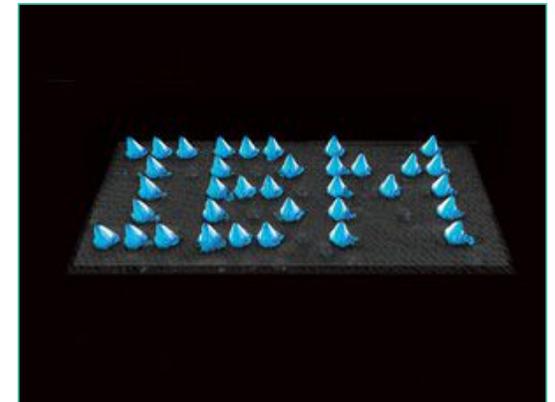
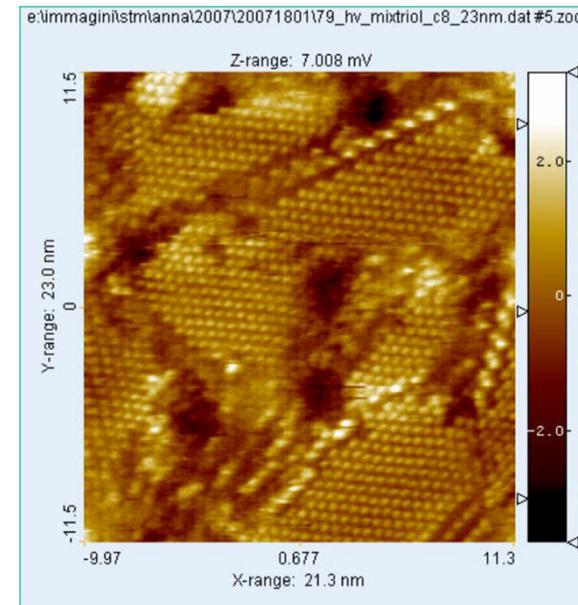
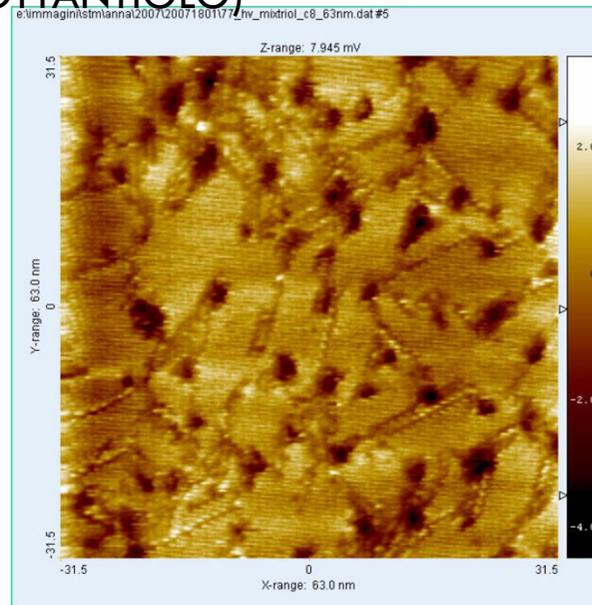
# ALTRE IMMAGINI STM

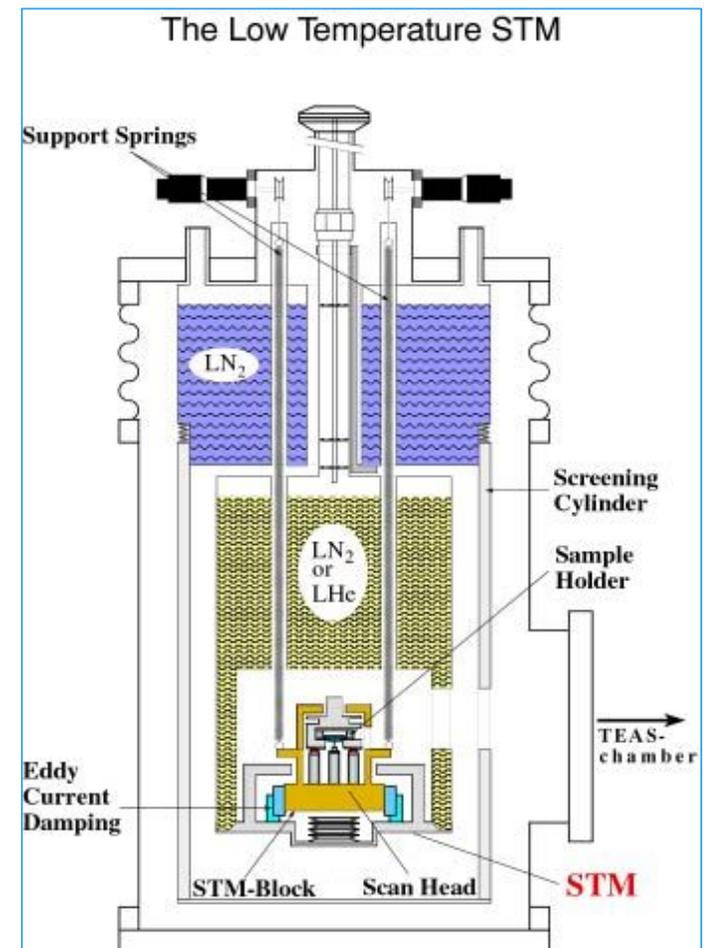
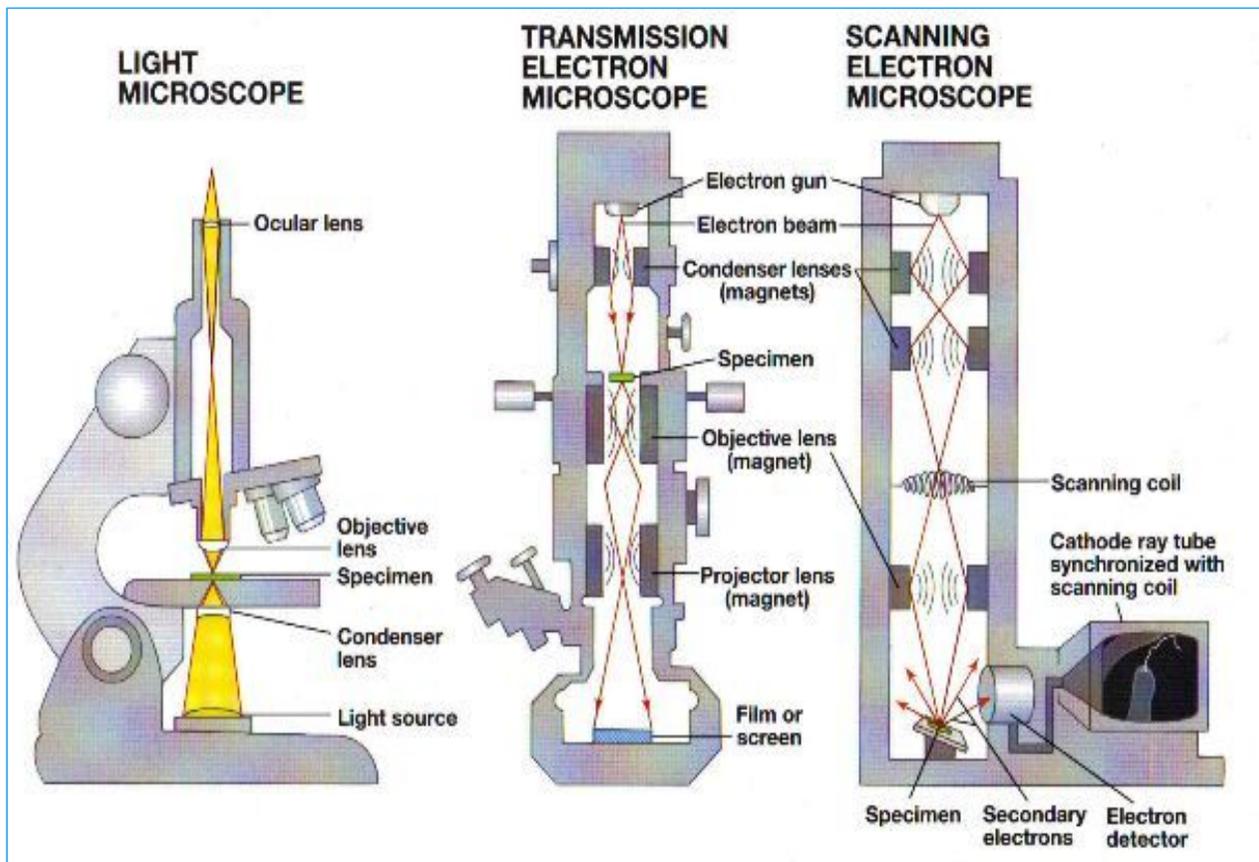
- SUPERFICIE DI GRAFITE



[http://researcher.watson.ibm.com/researcher/view\\_group.php?id=4245](http://researcher.watson.ibm.com/researcher/view_group.php?id=4245)

- SUPERFICIE DI ORO RICOPERTA DA UN MONOSTRATO DI TIOLI (OTTANTIOLO)





# CONFRONTO VARIE TECNICHE

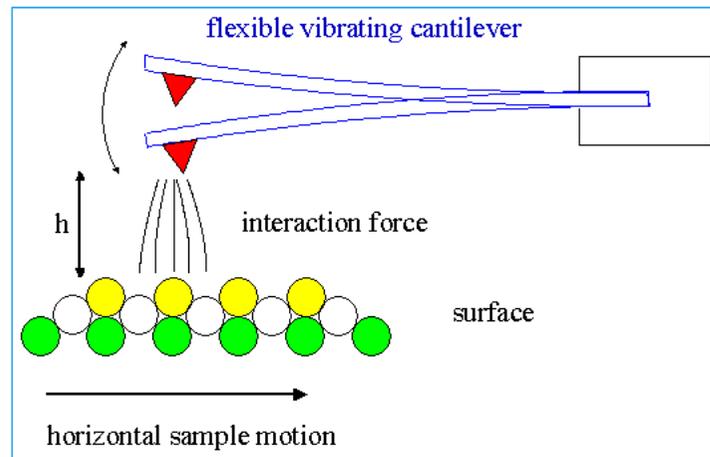
	TEM/SEM	STM
Campioni	conduttori	conduttori
Magnificazione	2D	2D (3D)
Ambiente	UHV	UHV
Tempo/immagine	1 min	5 min
Risoluzione	TEM: 0.2 nm; SEM: 5 nm	0.1 nm
Risoluzione z	-	0.01 nm
Area analizzata	TEM: 100 nm; SEM: 1 mm	50-100 $\mu\text{m}$

# ATOMIC FORCE MICROSCOPY (AFM)

# MICROSCOPIA A FORZA ATOMICA

L'AFM **SONDA LA SUPERFICIE CON UNA PUNTA DI DIMENSIONI NANOMETRICHE**, MONTATA SU UN **CANTILEVER** (LEVA ELASTICA). REGISTRANDO LE DEFLESSIONI DEL CANTILEVER, DOVUTE ALLE **FORZE DI VAN DER WAALS A CORTO RAGGIO** CHE SI INSTAURANO TRA LA PUNTA E LA SUPERFICIE DEL CAMPIONE, OTTENGONO INFORMAZIONI SULLA NATURA E MORFOLOGIA DELLA SUPERFICIE.

LA FORZA ESERCITATA SULLA PUNTA DALLA SUPERFICIE PRODUCE UNA FLESSIONE DELLA LEVA, E MISURANDO TALE FLESSIONE SI PUÒ VALUTARE LA FORZA DI INTERAZIONE PUNTA-CAMPIONE.



# AFM = MISURA INTERAZIONI

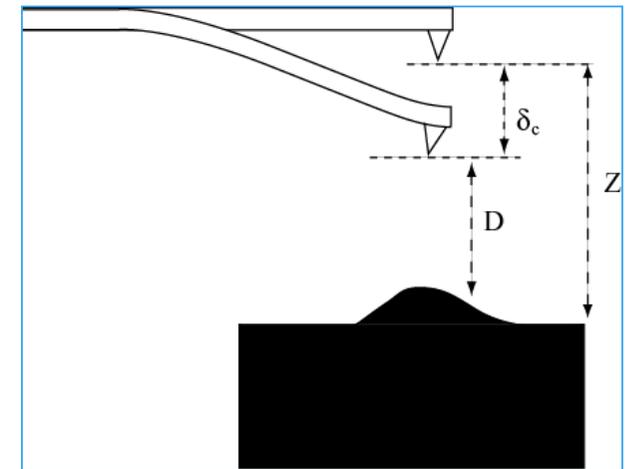
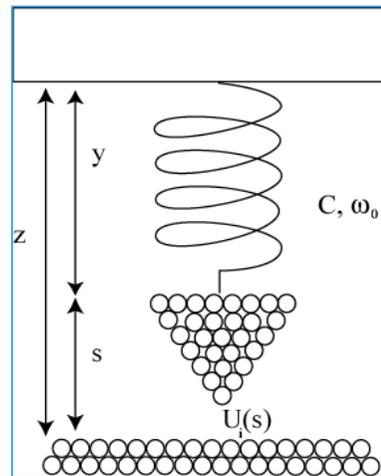
L'AFM **NON È SOLO UNA TECNICA DI IMAGING**, MA ANCHE DI MISURA DELLE FORZE DI INTERAZIONE TRA PUNTA E CAMPIONE.

LA SONDA MORBIDA È UN POTENTE STRUMENTO PER **MISURARE FORZE DI INTERAZIONE LOCALI**.

Fisica generale: Il dinamometro  
Secondo la legge di **Hooke**, la **deformazione elastica di una molla è proporzionale alla forza applicata**.

Una misura dell'allungamento  $x$  fornisce indirettamente una misura della forza  $F$ .

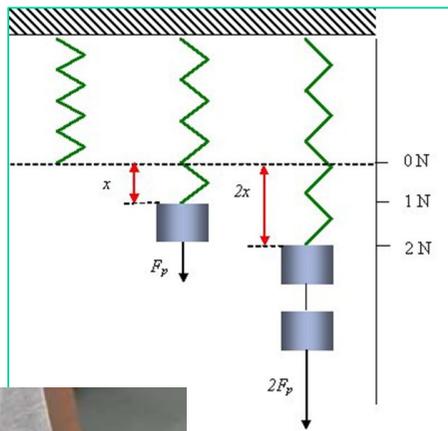
$$\mathbf{F} = -k \mathbf{x}$$



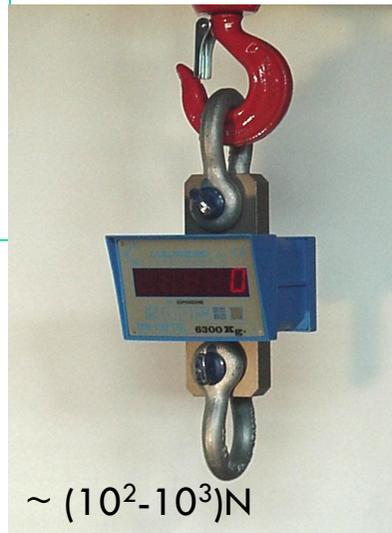
# MISURA DI FORZE

IN FISICA, LA FORZA È UN'AZIONE CHE DETERMINA L'ACCELERAZIONE DI UNA CORPO DI MASSA  $m$ .

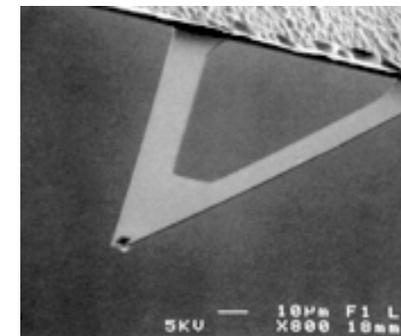
Forza (o Peso)	SI	Newton ( $\text{kg} \cdot \text{m}/\text{s}^2$ )	N	1 N = 0.102 kgf 1 kgf = 9.81 N
	Tec.	kilogrammo	kg	



$\sim (1-10) \text{ N}$



$\sim (10^2-10^3) \text{ N}$



$\sim (10^{-9}-10^{-10}) \text{ N}$

# FORZE IN GIOCO TRA PUNTA E CAMPIONE

LA MICROSCOPIA A FORZA ATOMICA SFRUTTA **FORZE DI NATURA ELETTROMAGNETICA**. IN PARTICOLARE I TIPI DI FORZE IN GIOCO SI POSSONO DIVIDERE IN DUE CATEGORIE A SECONDO DEL LORO RAGGIO DI AZIONE:

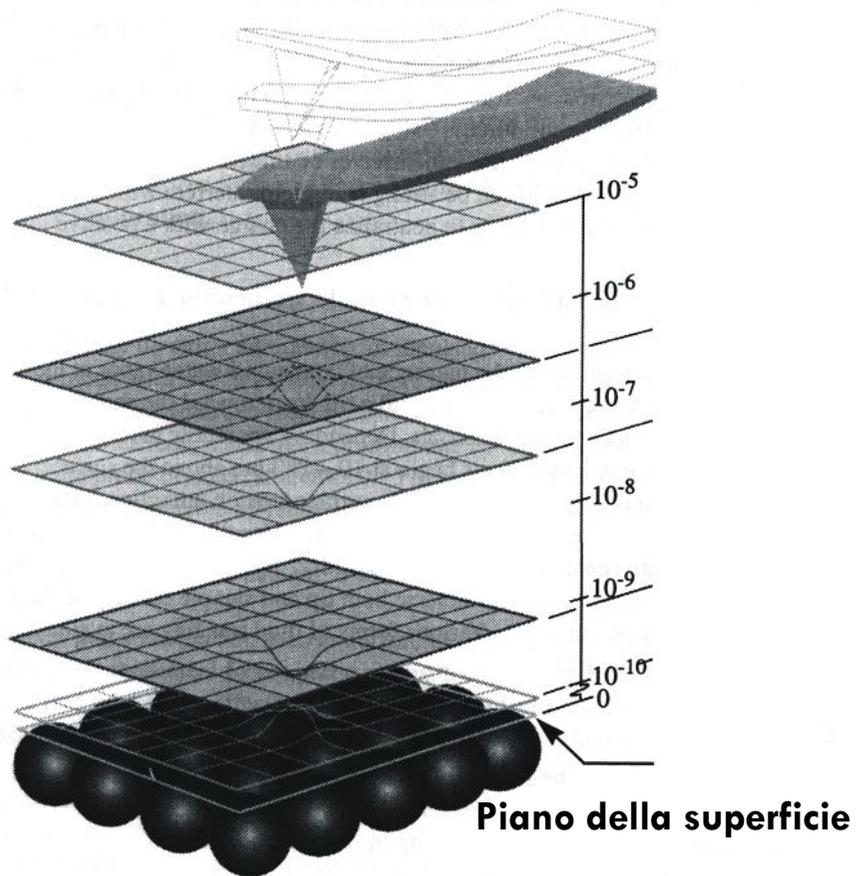
## 1. FORZE A LUNGO RAGGIO

- **FORZE DI VAN DER WAALS (DIPOLO-DIPOLO, DIPOLO-DIPOLO INDOTTO, DIPOLO-INDOTTO - DIPOLO INDOTTO)**
- FORZE ELETTROSTATICHE (COULOMBIANE)
- FORZE MAGNETICHE (FERROMAGNETISMO)
- FORZE DI CAPILLARITÀ ( $> 1 \mu\text{m}$ )

## 2. FORZE A CORTO RAGGIO ( $< 1 \mu\text{m}$ )

- **FORZE REPULSIVE (REPULSIONE TRA NUCLEI, REPULSIONE DI PAULI)** ( $< 0.3 \text{ NM}$ )
- FORZE DI LEGAME COVALENTI
- ADSORBIMENTO FISICO E CHIMICO
- ADESIONE METALLICA
- FRIZIONE

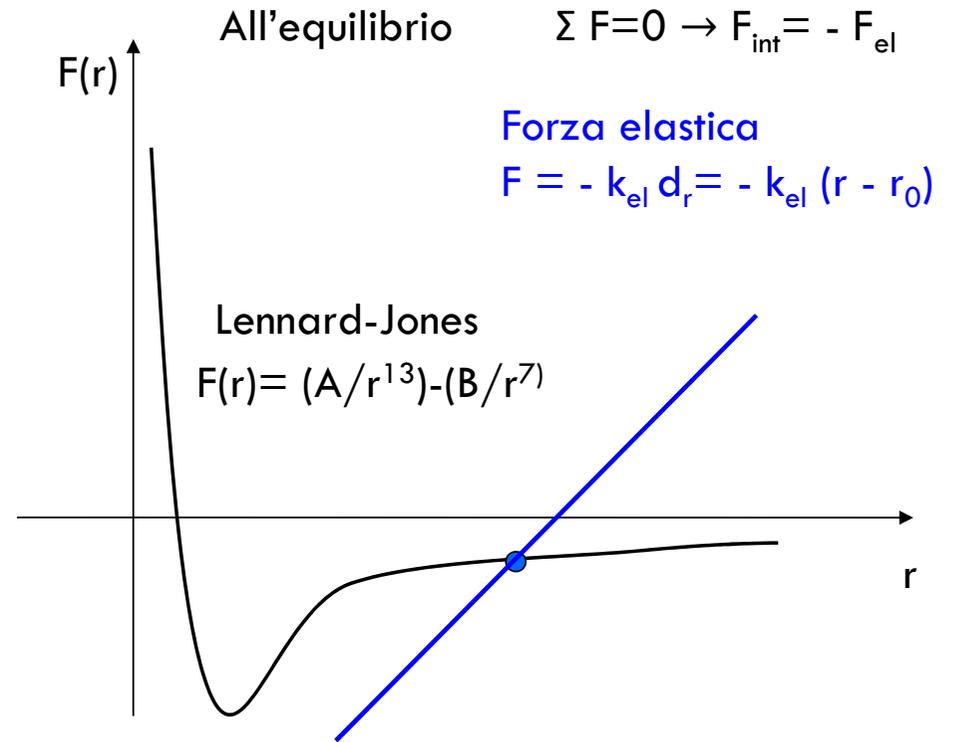
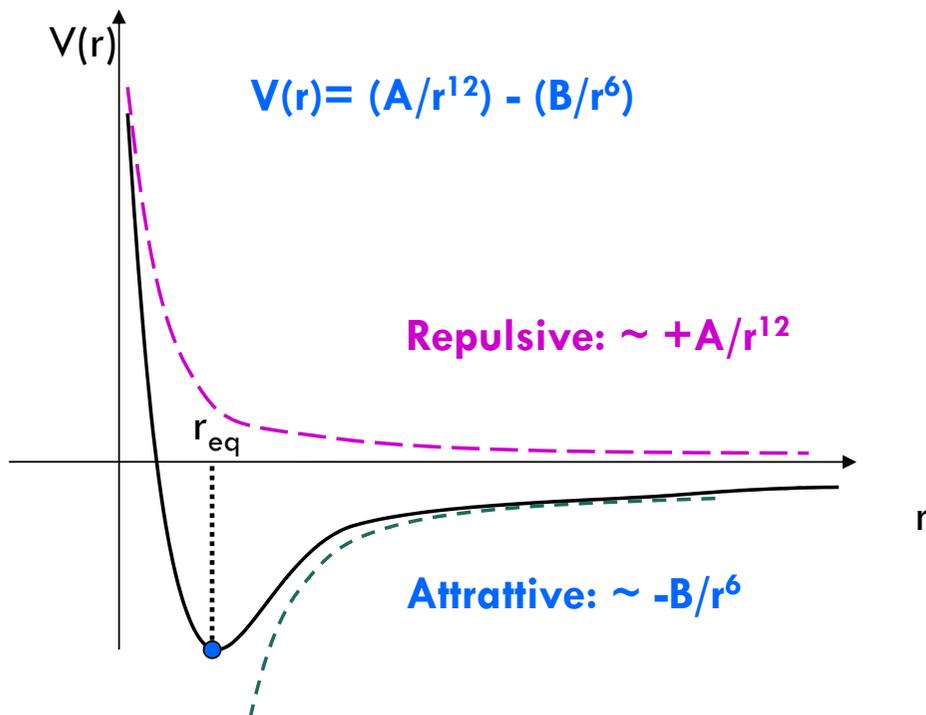
# FORZE IN GIOCO

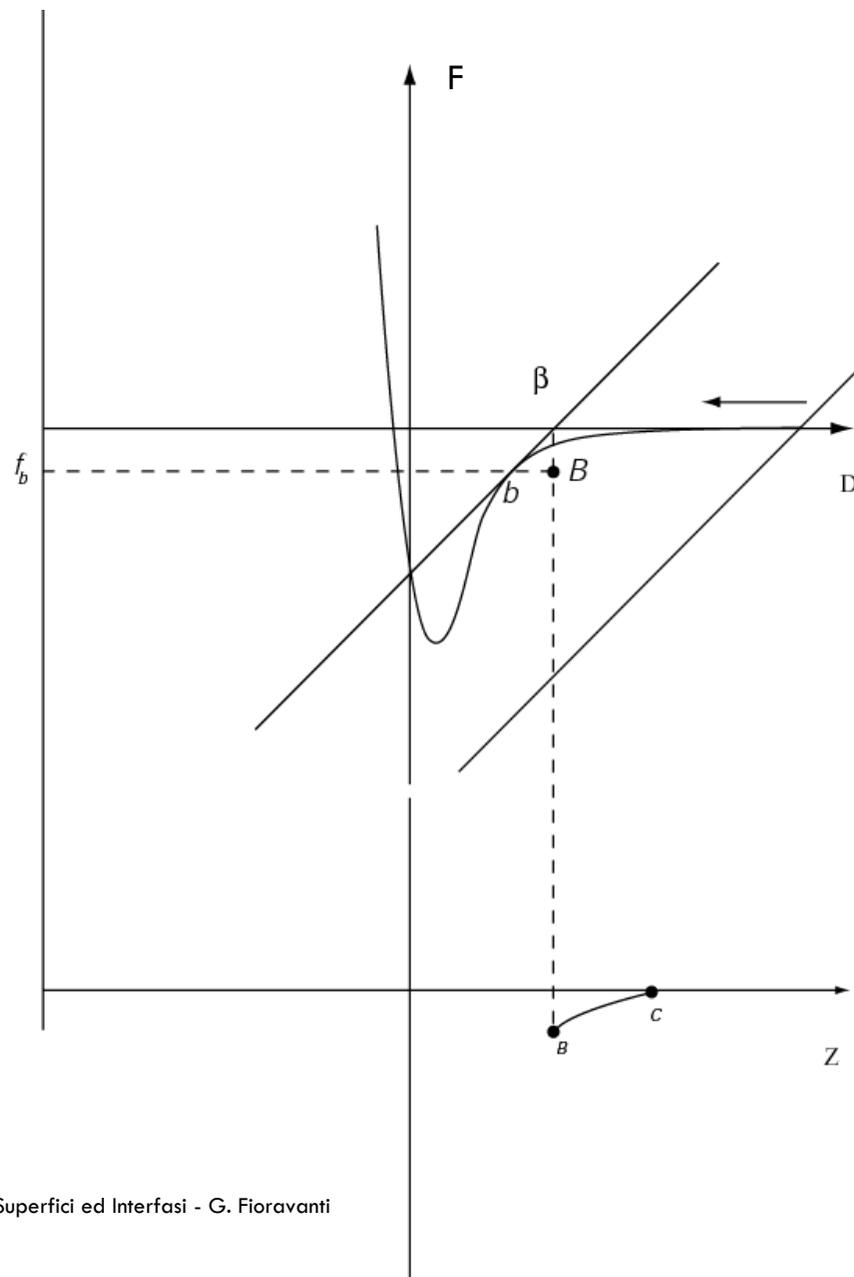


Tipi di forze	Distanza dal piano della superficie (m)
Film Fluido Attenuante	10 $\mu\text{m}$
Forze Elettrostatiche (attrattive o repulsive)	0,1 - 1,0 $\mu\text{m}$
Forze di tensione superficiale fluida (attrattive)	10 - 200 nm
Forze di Van der Waals (attrattive)	0.1 nm ( $\text{\AA}$ )
Forze di Coulomb (repulsive)	0.1 $\text{\AA}$

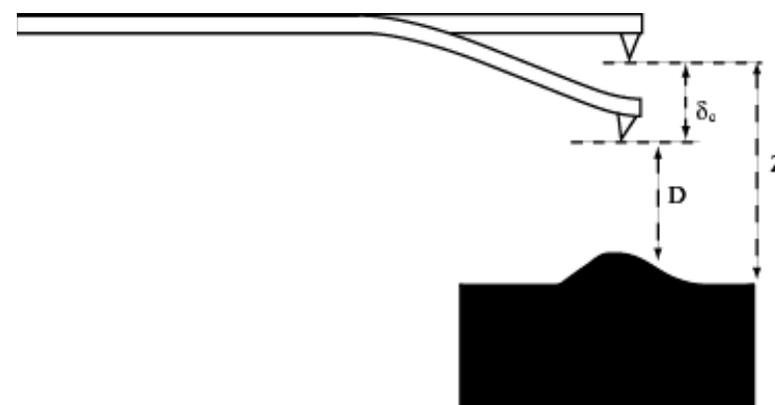
# POTENZIALE DI LENNARD-JONES

MISURIAMO LE VAN FORZE DI VAN DEER WAALS PER MEZZO DI UNA SONDA ELASTICA.





All'inizio avrò una forza nulla, **la leva non è deflessa**.  
 Quando inizio ad avvicinarmi alla superficie la leva  
 inizia a piegarsi.

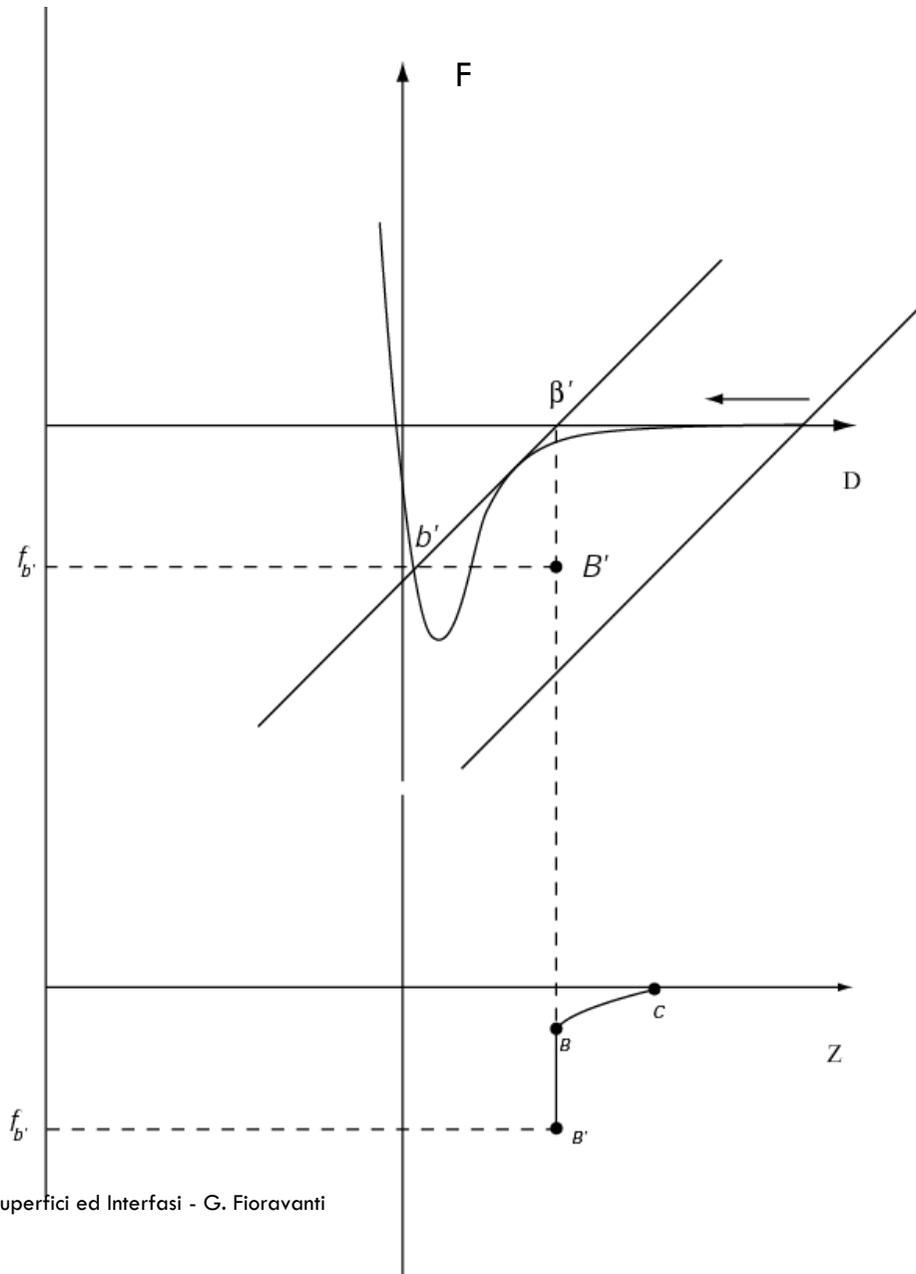


Forza di richiamo

$$F = -k \delta_z = 0$$

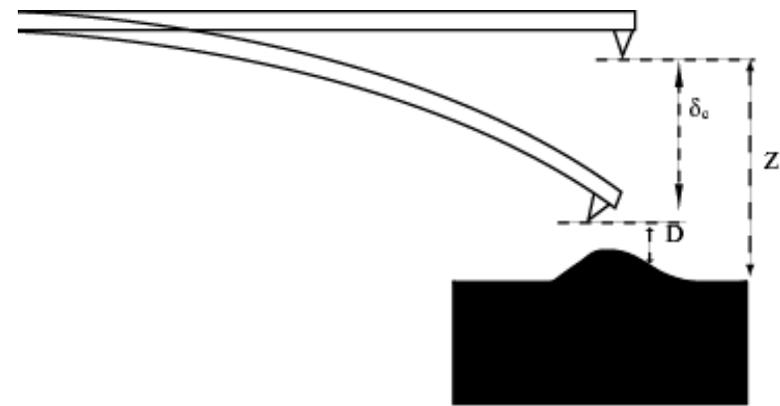
**Forza di richiamo  
 (piccola)**

$$F' = -k \delta_z \neq 0$$



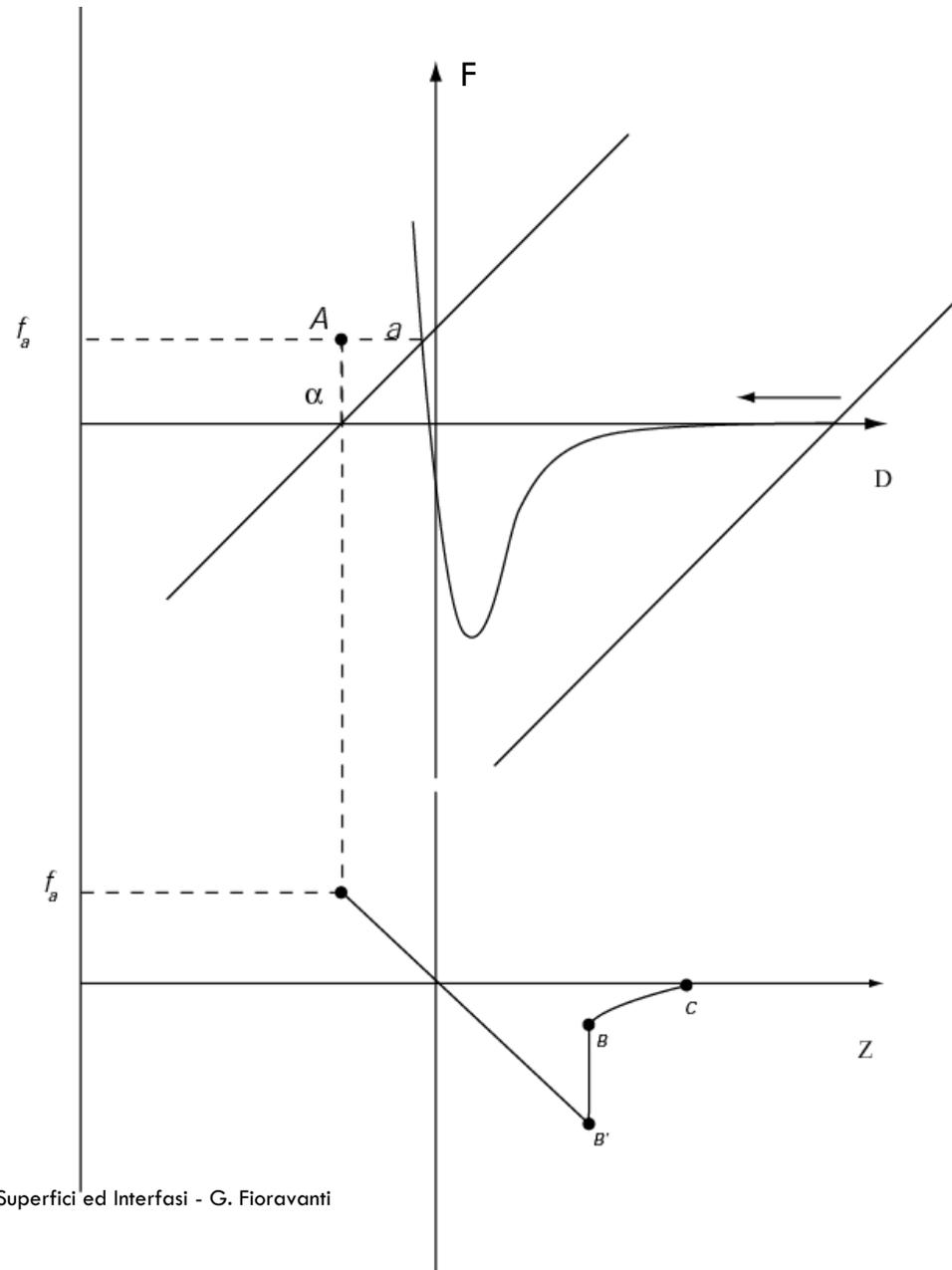
Quando arrivo al flesso salto la buca (minimo) e la leva si deflette molto verticalmente.

Per un minimo spostamento tra punta e campione la forze diventa molto negativa.



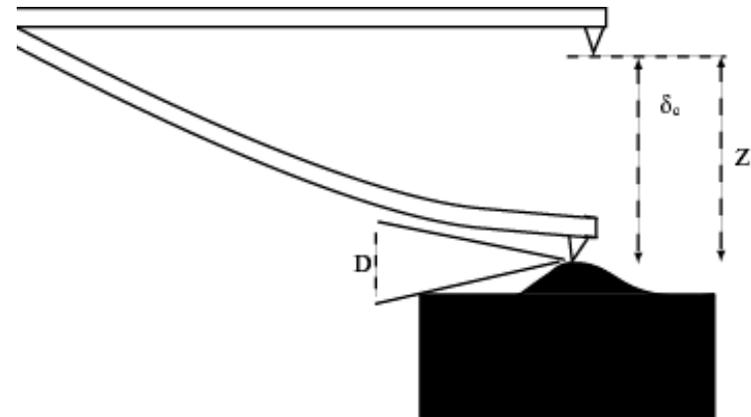
Forza di richiamo  
(grande)

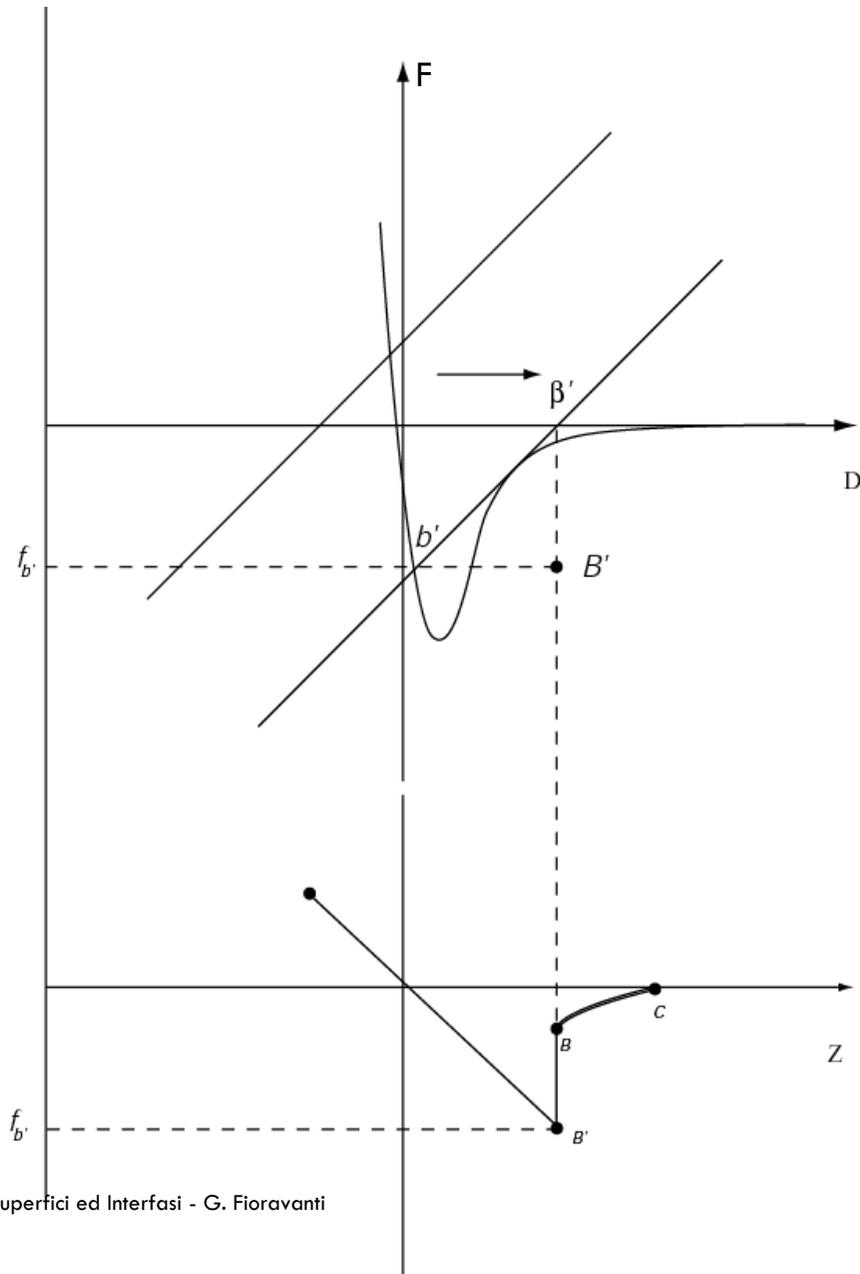
$$F' = -k \delta_z \neq 0$$



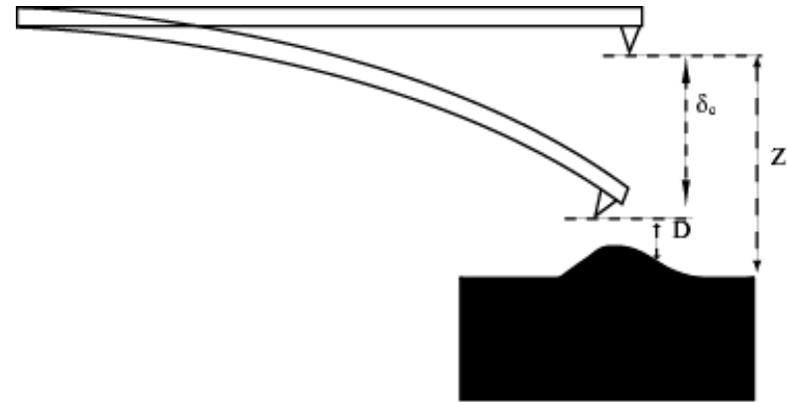
Quando arrivo a contatto l'attrazione varia velocemente.

Si ha deformazione elastica della leva.

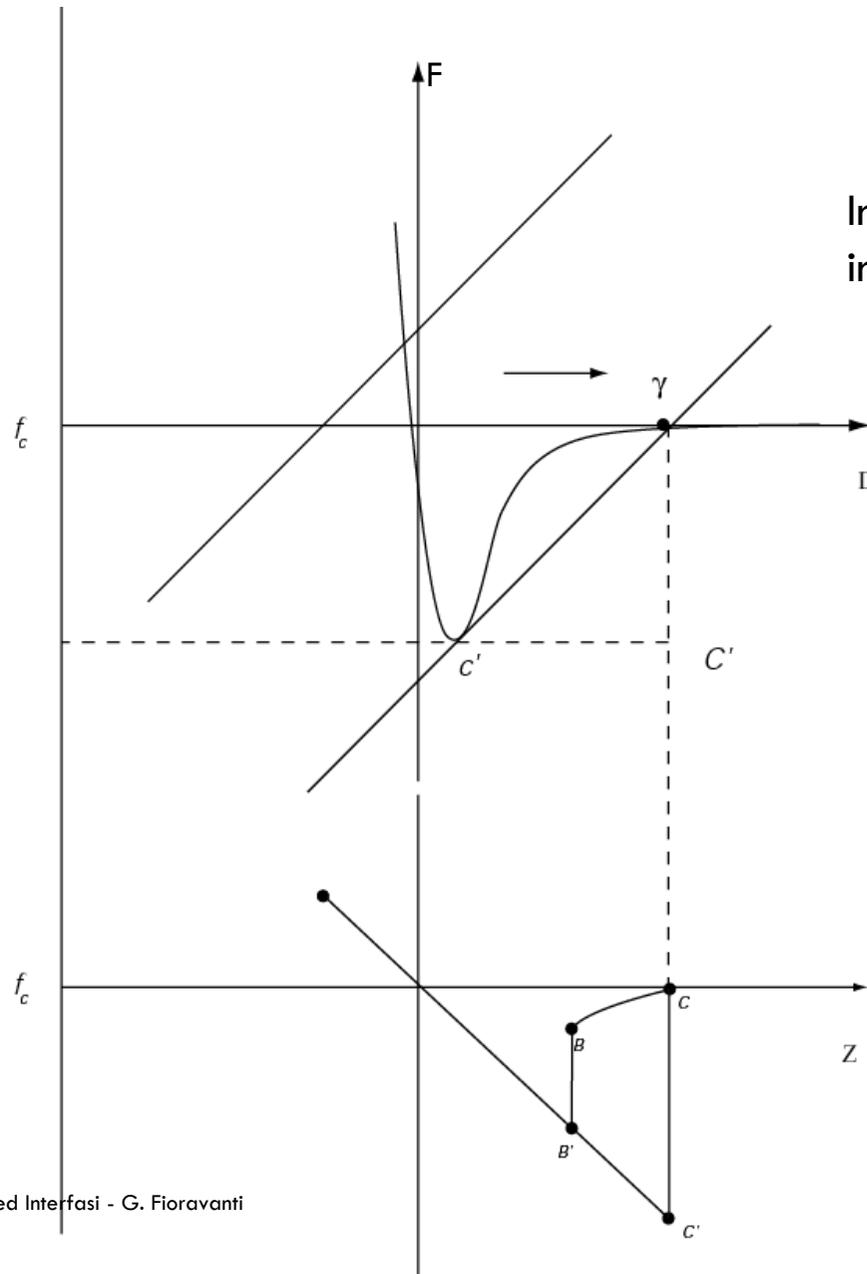




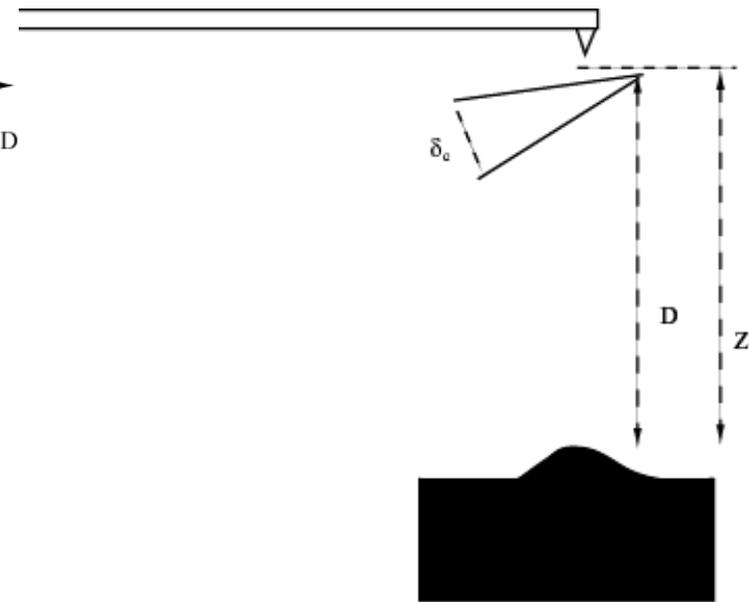
Mi allontanano nuovamente e vado a sondare anche i punti di minimo, dove le forze attrattive sono grandi.

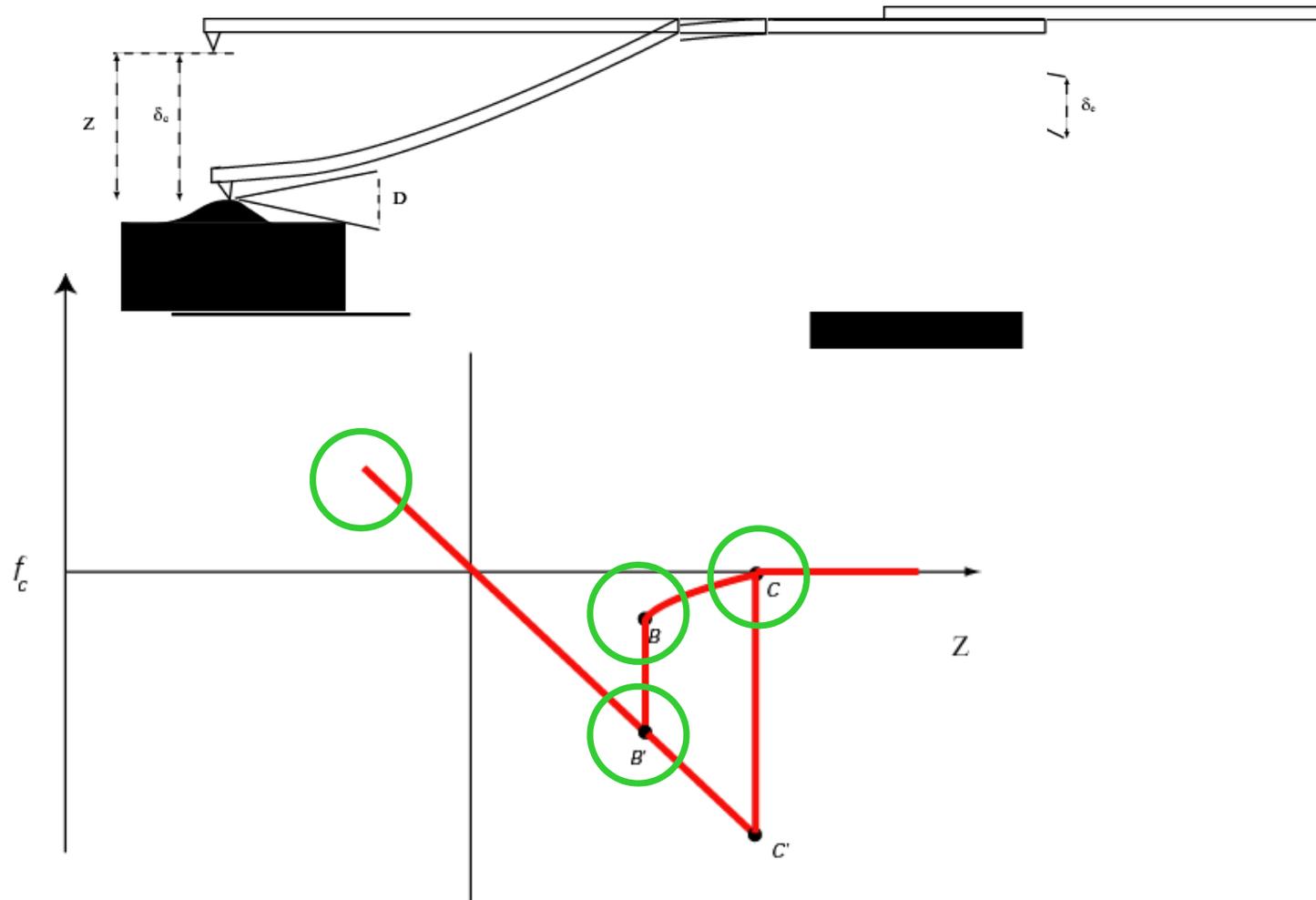


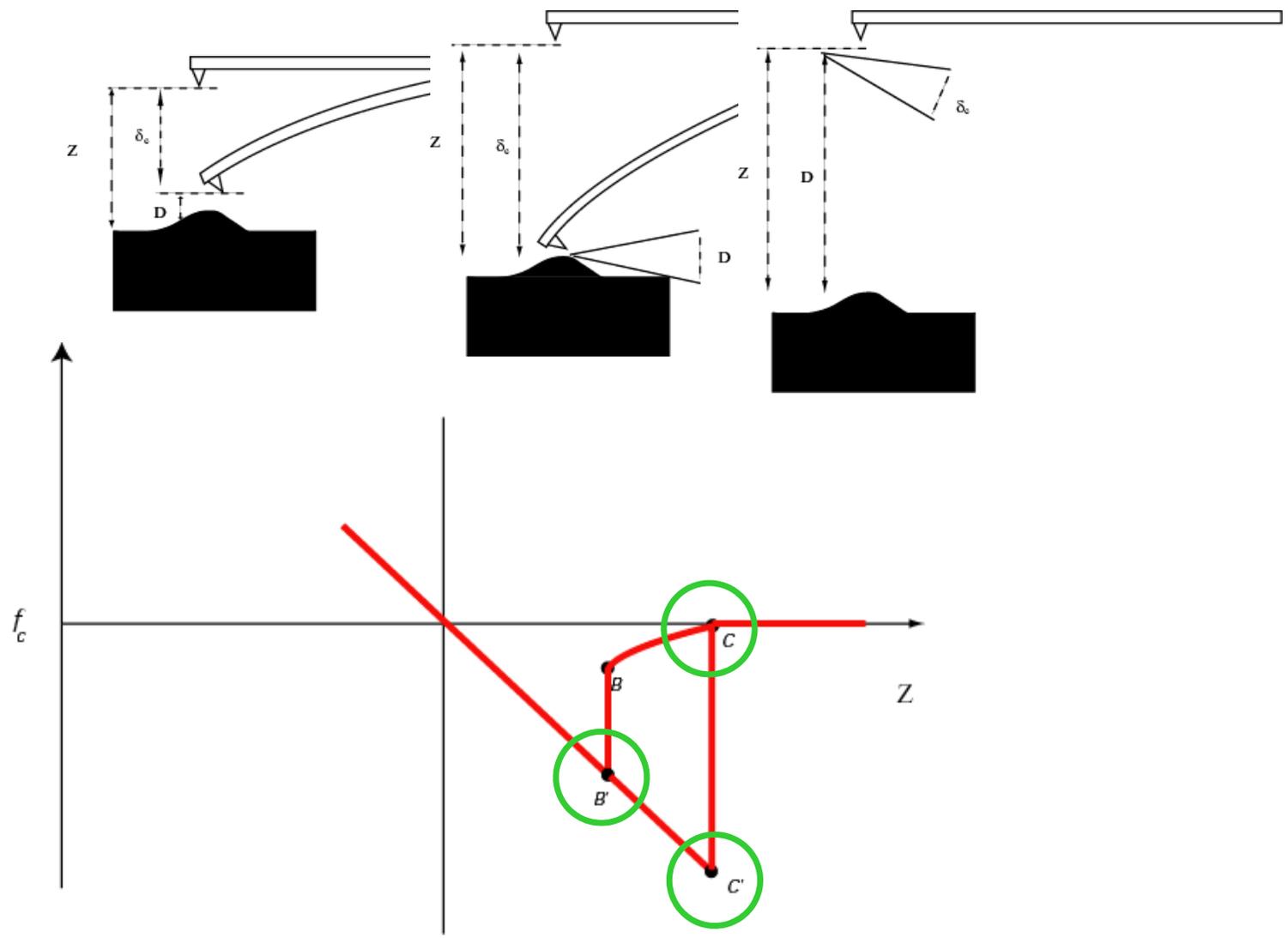




Infine, la leva torna in posizione rilassata (senza interazioni).

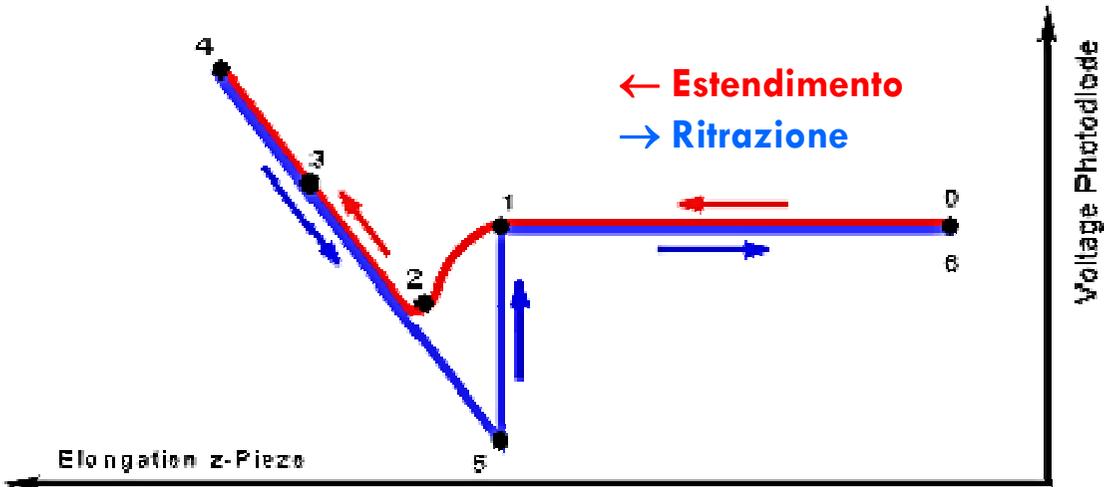
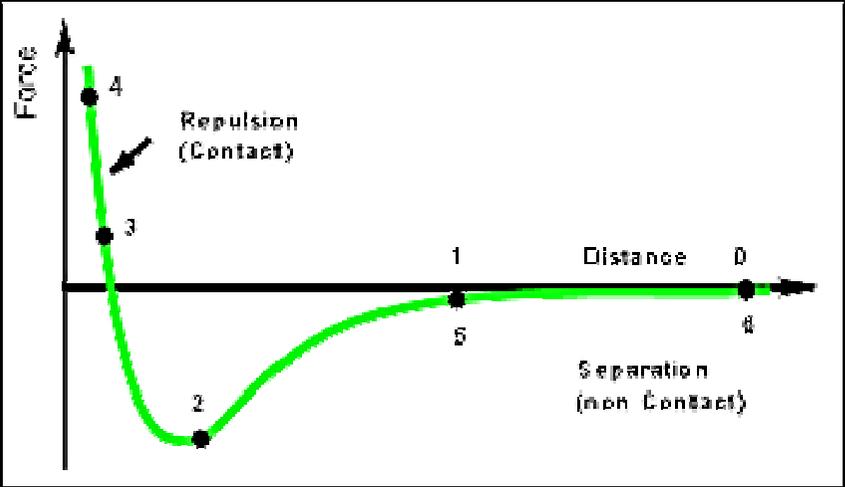




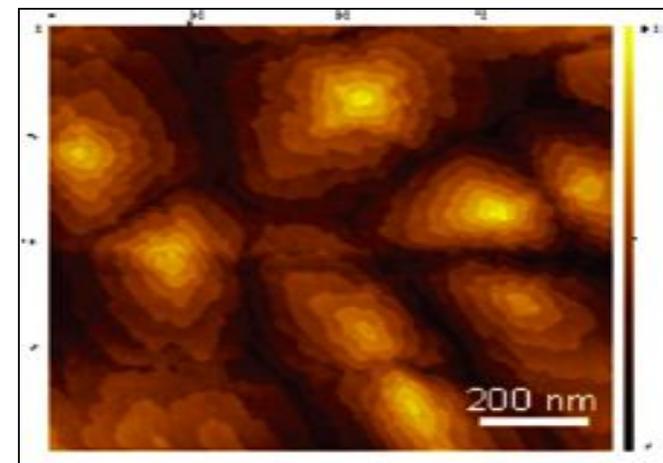
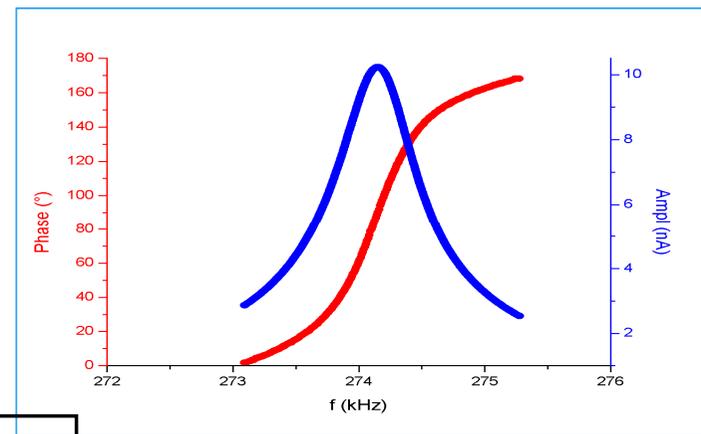
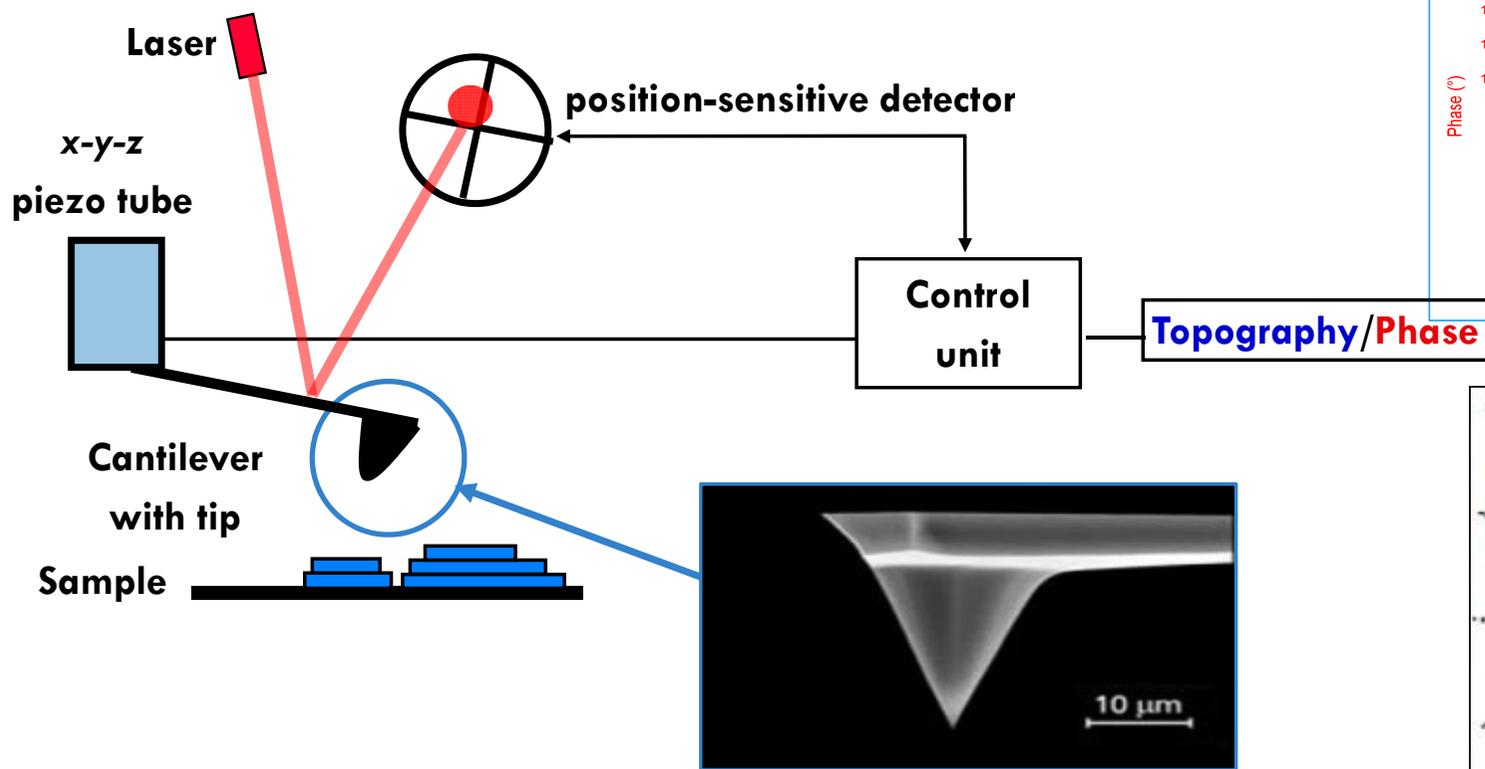


# RIASSUMENDO

## CURVA FORZA-DISTANZA



# SCHEMA STRUMENTO



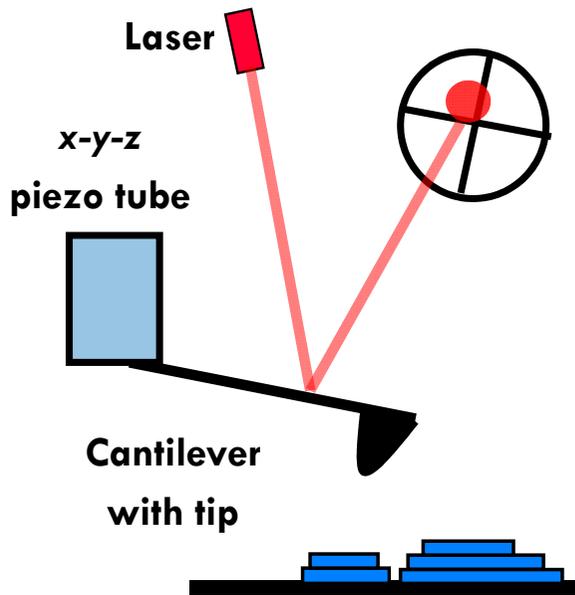
# COMPONENTI AFM

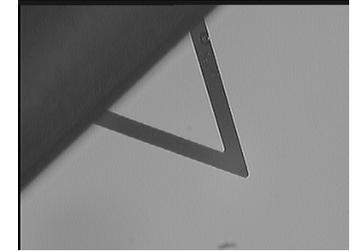
L'AFM SONDA LA SUPERFICIE CON UNA **PUNTA** CON UN RAGGIO TERMINALE DI MENO DI 100 Å. LA PUNTA È COLLOCATA ALLA FINE DI UN'ASTA (**CANTILEVER**) LUNGA CIRCA. 100μm CON UNA COSTANTE ELASTICA CHE PUÒ RAGGIUNGERE DECINE DI N/m.

UN RAGGIO LASER COLPISCE IL RETRO DEL CANTILEVER DURANTE LA SCANSIONE. LA DEFLESSIONE DEL RAGGIO IN SEGUITO AL CONTATTO CON LA LEVA VIENE RILEVATO DA UN **FOTO-DETECTOR** SENSIBILE ALLA POSIZIONE.

LA LEVA, MOVENDOSI SULLA SUPERFICIE, SPOSTA LA POSIZIONE DEL LASER SUL DETECTOR CHE RIESCE A RILEVARE FINO A C.A. 10 Å DI DEFLESSIONE.

IL RAPPORTO TRA LA LUNGHEZZA DI CAMMINO DEL FASCIO LASER TRA IL CANTILEVER E IL DETECTOR E LA LUNGHEZZA DEL CANTILEVER STESSO PRODUCE UN AMPLIFICAZIONE MECCANICA CHE PERMETTE DI RILEVARE MOVIMENTI VERTICALI MINORI DI ANGSTROM.



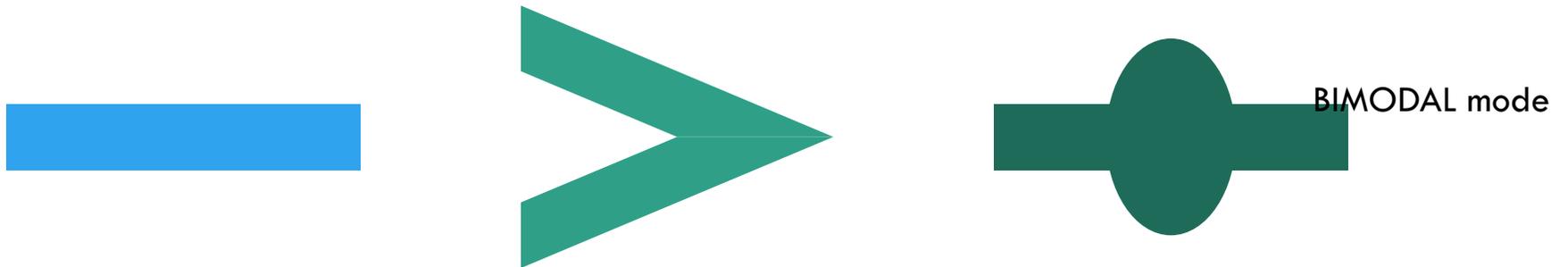


# CARATTERISTICHE DEL CANTILEVER

IL CANTILEVER È COSTITUITO SOLITAMENTE DI **SILICIO** E VIENE PRODOTTO TRAMITE TECNICHE LITOGRAFICHE.

SI LAVORA CON LEVE DI **LUNGHEZZA DI CIRCA 100  $\mu\text{m}$** , DI FORMA VARIABILE (A SECONDA DELLE ESIGENZE DI MODALITÀ OPERATIVE PER TECNICHE IN NONCONTACT, SEMICONTACT E CONTACT MODE).

SI POSSONO AVERE LEVE A FORMA TRIANGOLARE E RETTANGOLARE.



SUL RETRO LA LEVA È RICOPERTA DA UN SOTTILE STRATO DI ORO CHE SERVE PER RIFLETTERE IL RAGGIO PROVENIENTE DAL LASER VERSO IL FOTODIODO.

IL CANTILEVER HA UNA FREQUENZA DI RISONANZA CARATTERISTICA.

# ALCUNI REQUISITI DEI CANTILEVER

1. **DEVE ESSERE MORBIDA** PER MINIMIZZARE LA FORZA ELASTICA E MISURARE LA MINIMA VARIAZIONE SUPERFICIALE.



$F = k \Delta z$  DOVE  $k$  COSTANTE ELASTICA DELLA LEVA,  $\Delta z$  DEFLESSIONE VERTICALE.

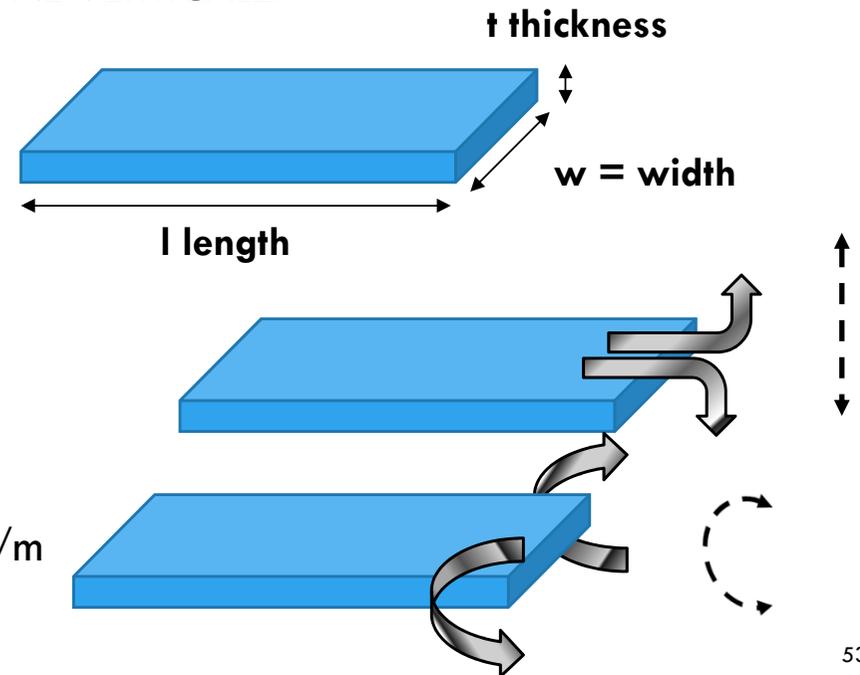
PER LEVE RETTANGOLARI SI AVRÀ:  $k \sim E w t^3 / l^3$

Dove  $E$  è il modulo di Young.

- Leva rigida: Tapping mode, maggiore risoluzione ( $< 50$  nm)
- Leva morbida: Contact mode, minore risoluzione ( $> 50$  nm)

ESEMPIO: con  $l = 4$  mm,  $w = 1$  mm,  $t = 10$   $\mu$ m,  $k \sim 1$  N/m si avrà:

$k$  (C-C stretching  $\sim 500$  N/m;  $k$  (C-C-H bending)  $\sim 50$  N/m



# ALCUNI REQUISITI DEI CANTILEVER

## 2. NON DEVE ESSERE SENSIBILE ALLE VIBRAZIONI ESTERNE

- PER MASSIMIZZARE LE FREQUENZE DI OSCILLAZIONE  $\omega_0$
- PER MINIMIZZARE  $m$

PER LEVE RETTANGOLARI SI HA:  $\omega_0 \sim (k/m)^{1/2}$

Dove  $k$  è la costante di forza.

- Esempio: Si o  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (MICROLITOGRAFIA)

$$l = 140 \mu\text{m}; w = 40 \mu\text{m}; t = 1.5 \mu\text{m}; k \sim 0.7 \text{ N/m};$$

$$\omega_0 \sim 60 \text{ kHz}$$

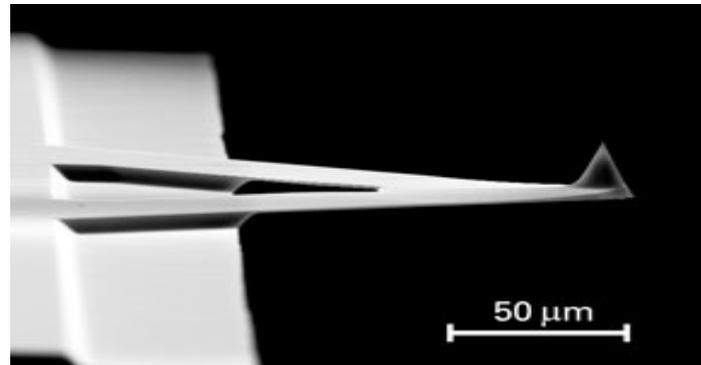
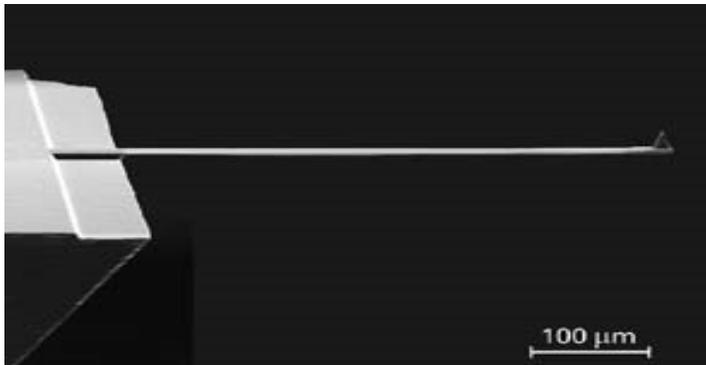
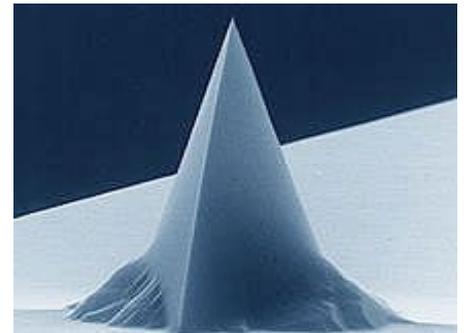
Alla frequenza di risonanza c'è uno shift della fase. Quando la punta interagisce con la superficie la frequenza di risonanza shifta a valori più bassi e cambia la fase di  $90^\circ$ .

## 3. DEVE POSSEDERE ALTA RIFLETTIVITÀ

LA RICOPERTURA IN ORO PORTA AD UNA RIFLETTENZA 3 VOLTE SUPERIORE A QUELLA DI LEVE NON RICOPERTE.

# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA (TIP)

1. SOLITAMENTE HA FORMA **PIRAMIDALE O CONICA**.
2. COSTITUITA DI **SILICIO DROGATO** (p O n) O NITRURO DI SILICIO ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )
3. TIPICO RAGGIO DI CURVATURA DELLA PUNTA: **10 nm**.
4. ALTEZZA DELLA PUNTA: 10 -15  $\mu\text{m}$ .
5. TRA I POSSIBILI RICOPRIMENTI DISPONIBILI SI USANO: EFM (TiN,  $\text{W}_2\text{C}$ , Pt, Au) E MFM (Co).



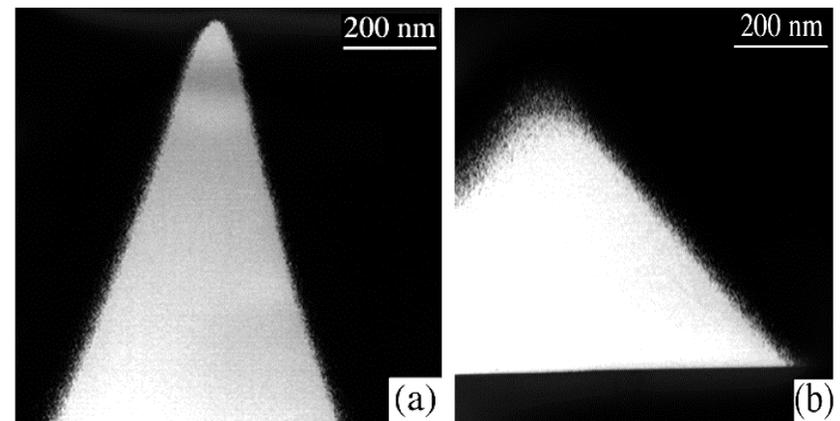
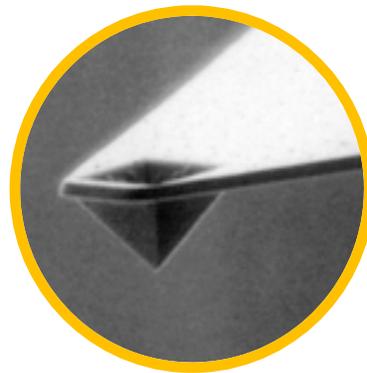
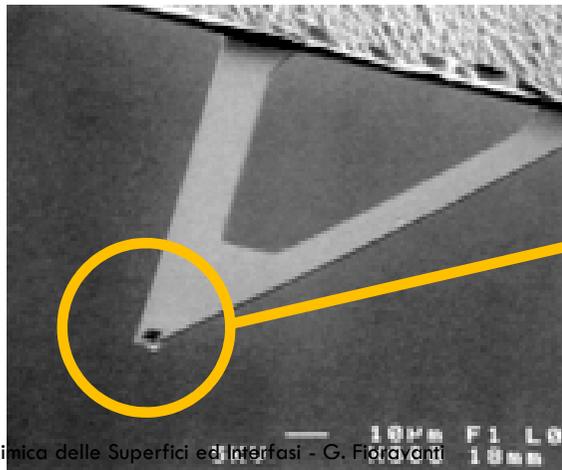
Immagini SEM

# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA (TIP)

LA PUNTA SI OTTIENE ATTRAVERSO ETCHING ELETTOCHIMICO SU UN WAFER DI SILICIO. SI AGISCE SULLE FACCE (110) DEL SILICIO, ANDANDO A FORMARE UNA PIRAMIDE CON RAGGIO  $< 50$  nm.

LA PUNTA DEVE ESSERE ROBUSTA; DEVE RESISTERE A DANNI DOVUTI AL CONTATTO CON LA SUPERFICIE.

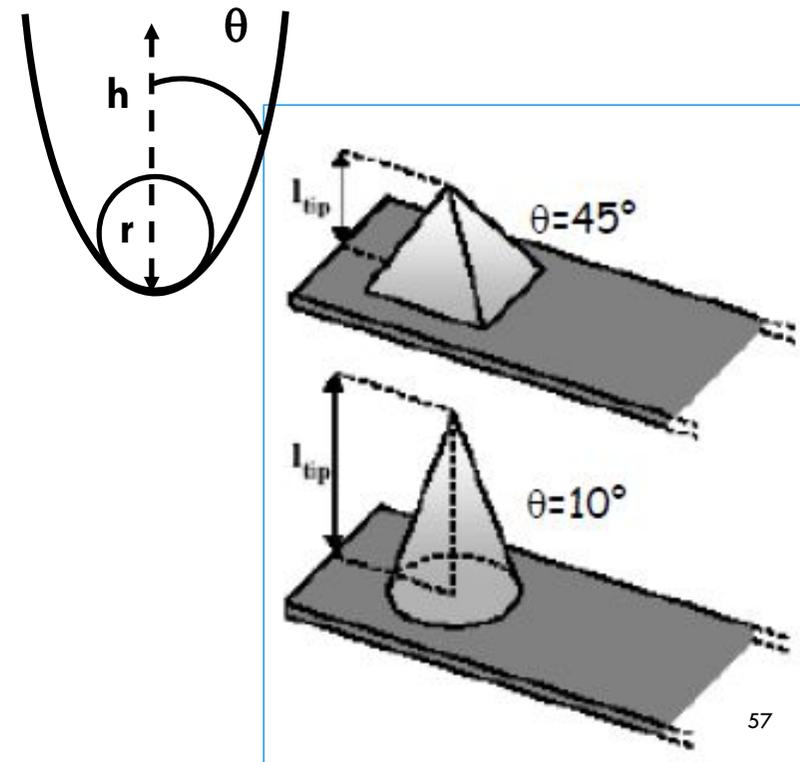
LA POSSIBILITÀ DI LAVORARE CON PUNTE ESTREMAMENTE SOTTILI PERMETTE UNA MIGLIORE RISOLUZIONE LATERALE.



# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA (TIP)

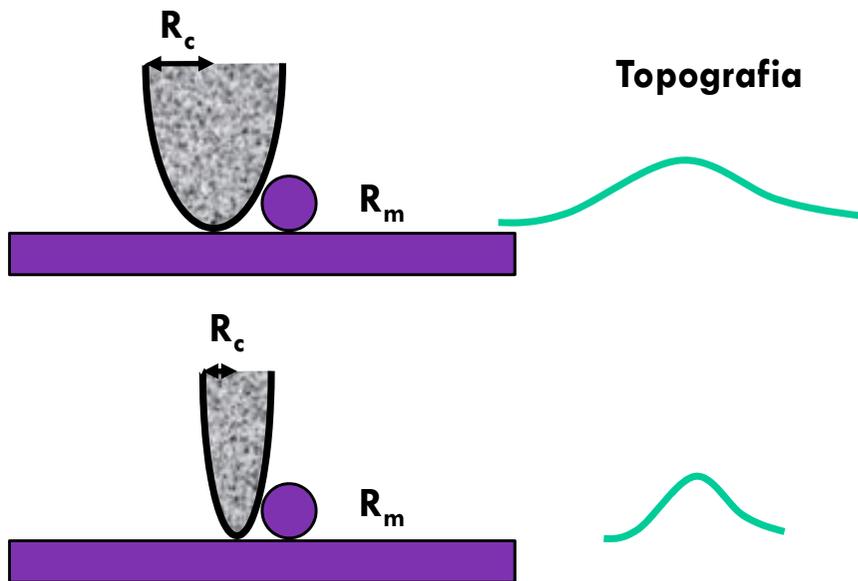
LA PUNTA DEVE ESSERE AGUZZA PER RILEVARE LE IRREGOLARITÀ DELLA SUPERFICIE DA ESAMINARE CON UN'OTTIMA RISOLUZIONE E DEVE ESSERE RESISTENTE AL CONTATTO CON LA SUPERFICIE.

- IL **RAGGIO DI CURVATURA  $r$**  DETERMINA LA RISOLUZIONE LATERALE SU UNA SUPERFICIE LISCIA. LE TECNOLOGIE PIÙ RECENTI HANNO PERMESSO DI FABBRICARE PUNTE CON  $r \approx 5\text{nm}$ .
- IL **SEMIANGOLO  $\theta$**  RAPPRESENTA IL MAGGIORE ANGOLO DI INCLINAZIONE DI UNA PARETE CHE UNA PUNTA RICONOSCE (CAPACITÀ DI RICONOSCERE GRADINI). TIPICAMENTE  $10^\circ < \theta < 45^\circ$ .
- L'**ALTEZZA  $h$**  DETERMINA LA CAPACITÀ DI SONDARE STRUTTURE PROFONDE. TUTTAVIA LA MASSIMA ESTENSIONE VERTICALE DELLO SCANNER SOLITAMENTE NON SUPERA I  $10\ \mu\text{m}$ .

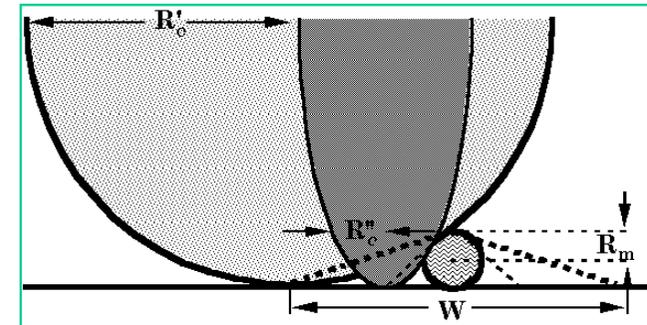


# CARATTERISTICHE DELLA PUNTA (TIP)

ERRORI NELLA TOPOGRAFIA, DOVUTI ALLE DIMENSIONI DELLA PUNTA. SE LE DIMENSIONI DELLA PUNTA SONO TROPPO GRANDI RISPETTO ALLA GEOMETRIA DEI SOLCHI, REGISTRERÒ UNA TOPOGRAFIA ERRATA.

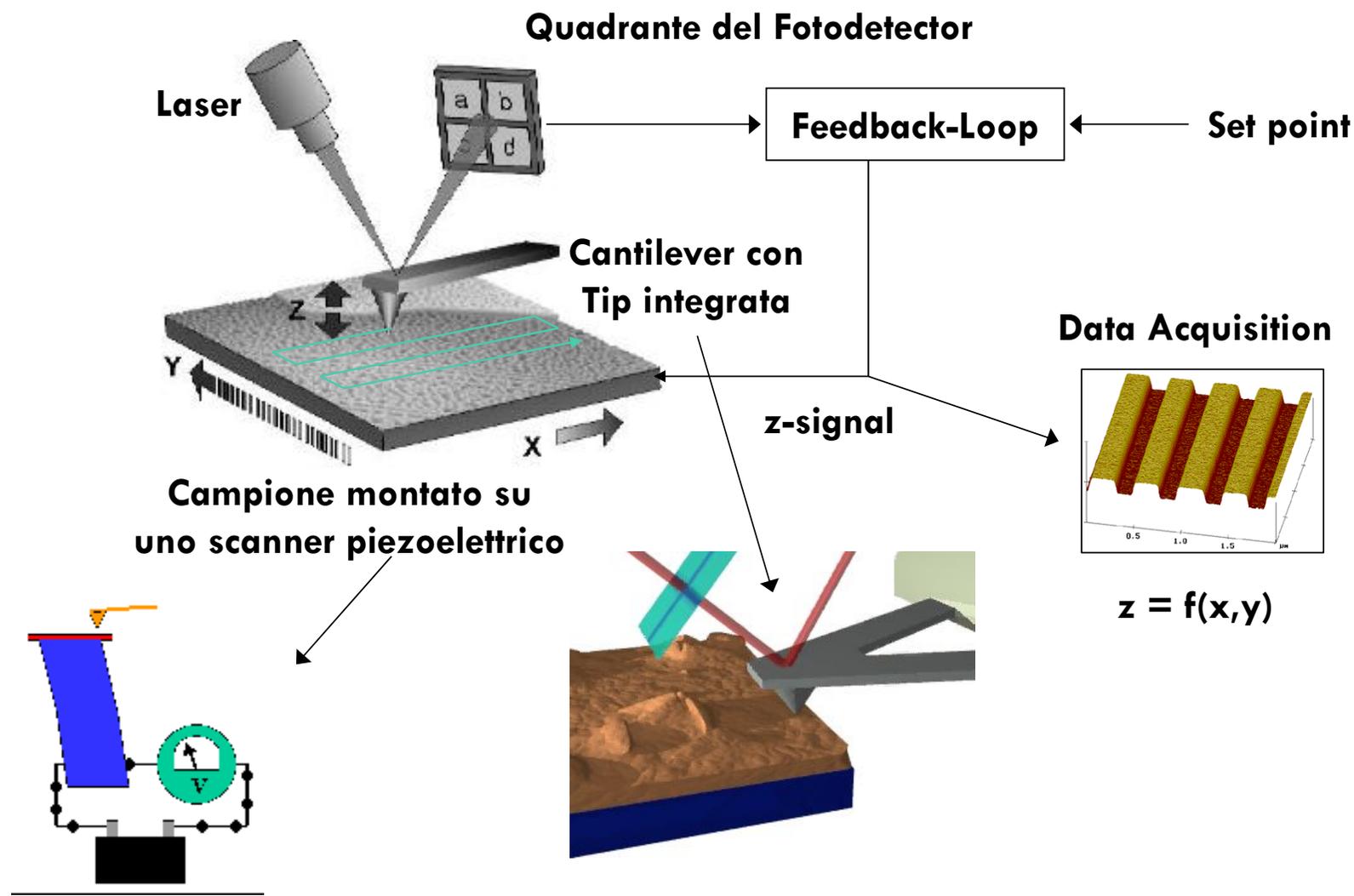


Diametro apparente di un oggetto sferico di raggio  $R_m$  osservato tramite una punta parabolica con raggio di curvatura  $R_c$  (con  $R_c > R_m$ )



$$W = \frac{4 (R_c + R_m) \sqrt{R_m (R_c - R_m)}}{R_c}$$

**La risoluzione dipende sia dalla punta che dal campione!!!**



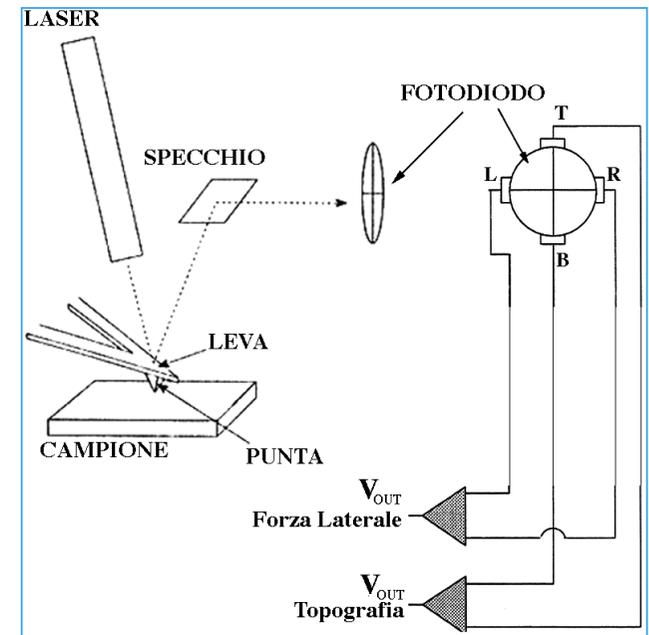
# MISURE AFM

UN **RAGGIO LASER COLPISCE IL RETRO DEL CANTILEVER** (RICOPERTO DI ORO) DURANTE LA SCANSIONE, E VIENE RIFLESSO VERSO UN **FOTODIODO DIFFERENZIALE**, CHE **CONVERTE IL SEGNALE LUMINOSO IN ELETTRICO** (TRASFORMAZIONE LUCE → CORRENTE ELETTRICA).

IL FOTODIODO È COSTITUITO DA QUATTRO QUADRANTI, E VIENE MISURATA LA DIFFERENZE DI POTENZIALE TRA I QUADRANTI.

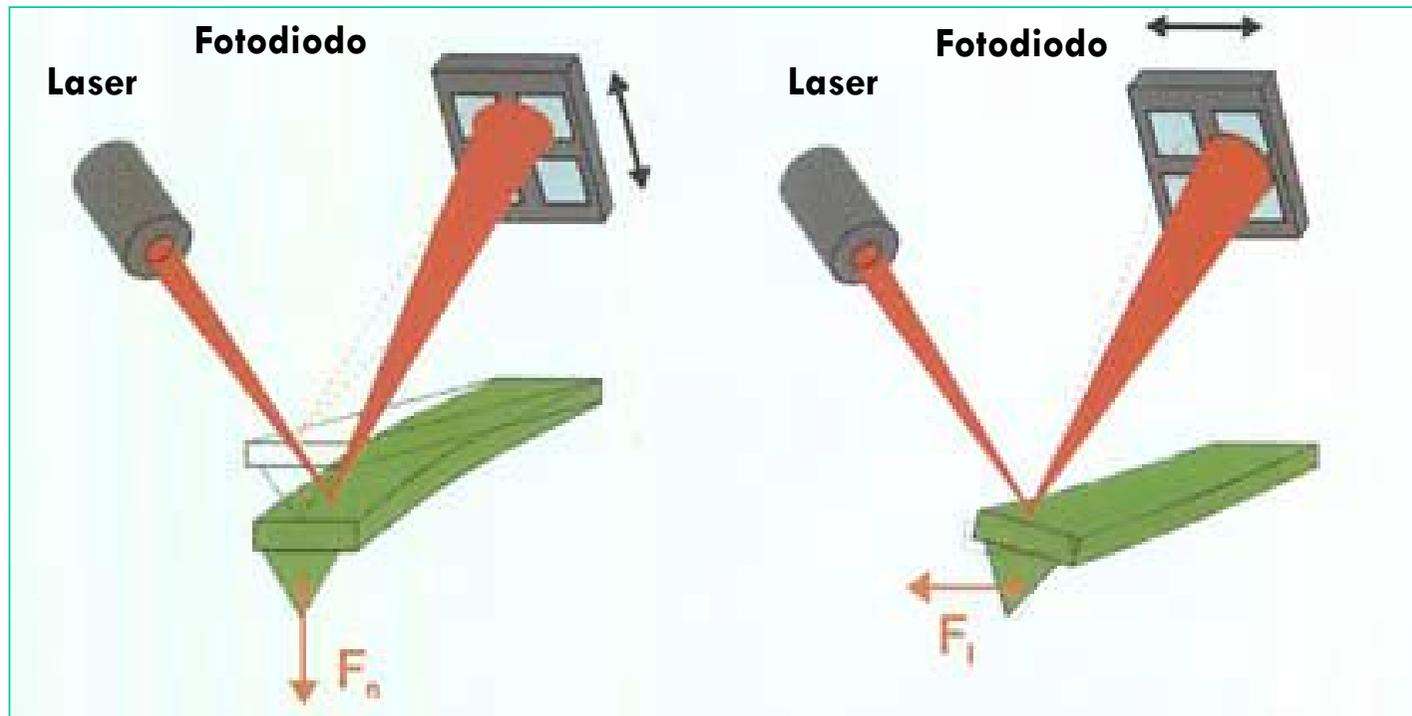
SE IL **CANTILEVER È FERMO**, IL RAGGIO LASER RISULTA PERFETTAMENTE CENTRATO E AL FOTODIODO VEDO UNA CERTA QUANTITÀ DI CORRENTE.

NON APPENA IL CANTILEVER SENTE UNA VARIAZIONE SUPERFICIALE SI SOLLEVA (DEFLESSIONE) E AL FOTODIODO VEDO UNA **VARIAZIONE DI INTENSITÀ DI CORRENTE**.



# MOVIMENTI DEL CANTILEVER

IL LASER SENTE SIA I MOVIMENTI DI "TILTING" CHE DI "TWISTING" DEL CANTILEVER.



# MODI OPERATIVI AFM

ESISTONO PRINCIPALMENTE TRE DIVERSI MODI OPERATIVI:

1. **REGIME DI CONTATTO:** IL CANTILEVER È TENUTO A POCHI ANGSTROM DALLA SUPERFICIE E L'INTERAZIONE TRA IL CANTILEVER E LA SUPERFICIE È DI TIPO REPULSIVO (LA FORZA AGENTE TRA LA PUNTA E IL CAMPIONE VARIA TRA  $10^{-8}$  N E  $10^{-6}$  N ).
2. **REGIME DI NON CONTATTO:** IN REGIME DI NON CONTATTO IL CANTILEVER È POSTO A DECINE DI ANGSTROM DI DISTANZA DAL CAMPIONE E L'INTERAZIONE È ATTRATTIVA (FORZA AGENTE TRA LA PUNTA E IL CAMPIONE È DELL'ORDINE DI  $10^{-12}$  N).
3. **REGIME DI CONTATTO INTERMITTENTE**

# CONTATTO INTERMITTENTE

NEL **REGIME DI CONTATTO INTERMITTENTE** LA PUNTA E IL CAMPIONE SONO IN NON CONTATTO CIOÈ IL **CANTILEVER OSCILLA** VICINO ALLA PROPRIA FREQUENZA DI RISONANZA.

**L'AMPIEZZA DI OSCILLAZIONE È MANTENUTA COSTANTE DA UN MECCANISMO DI RETROAZIONE:** AUMENTANDO L'AMPIEZZA DELLE OSCILLAZIONI, LA PUNTA ARRIVA A TOCCARE IL CAMPIONE, E QUINDI È A CONTATTO PER UN BREVE TEMPO.

LA MISURA È SVOLTA DI NORMA IN UNA **REGIONE DI FORZE ATTRATTIVE TRA IL CAMPIONE E LA SONDA,** MENTRE IN "TAPPING" È COMPIUTA CON FORZE REPULSIVE.

E' RICHIESTA UNA ELEVATA COSTANTE ELASTICA IN MODO CHE LA LEVA ABBAIA LA NECESSARIA ENERGIA POTENZIALE PER RITRARSI DAL CAMPIONE DOPO AVERLO TOCCATO.

PER OTTENERE L'IMMAGINE VENGONO REGISTRATI I **CAMBIAMENTI NELL'AMPIEZZA DI OSCILLAZIONE**

# PHASE IMAGING

UN'ESTENSIONE DEL TAPPING CHE FORNISCE INFORMAZIONI DELLA STRUTTURA SUPERFICIALE SULLA SCALA DEI **nm** SPESSO NON CARATTERIZZATA DA ALTRE TECNICHE SPM È IL «**PHASE IMAGING**».

MAPPANDO LA FASE DELL'OSCILLAZIONE DELLA LEVA DURANTE LA SCANSIONE, OLTRE A TRACCIARE LA TOPOGRAFIA DEL CAMPIONE SI RIESCONO A RILEVARE ALTRE PARTICOLARITÀ QUALI **VISCOSITÀ, ELASTICITÀ E VARIAZIONI DELLA COMPOSIZIONE CHIMICA**.

LA RISOLUZIONE E LA VELOCITÀ DELLA RISPOSTA NON CAMBIANO E SI PUÒ USARE QUESTA TECNICA PER ACCRESCERE IL CONTRASTO IN TEMPO REALE (GLI SPIGOLI VENGONO MESSI IN EVIDENZA) E PER FORNIRE OSSERVAZIONI PIÙ CHIARE SULLE STRUTTURE FINI, COME LE VENATURE, CHE POSSONO ESSERE RESE OSCURE DA UNA TOPOGRAFIA TROPPO RUVIDA.

IL TAPPING MODE È STATO RECENTEMENTE ADATTATO PER L'APPLICAZIONE A CAMPIONI BIOLOGICI IN AMBIENTE ACQUOSO.

# MODI OPERATIVI AFM

- TOPOGRAFIA (FORZA COSTANTE)

$$z(x, y)_F$$

- FORZA VARIABILE (FAST SCANS)

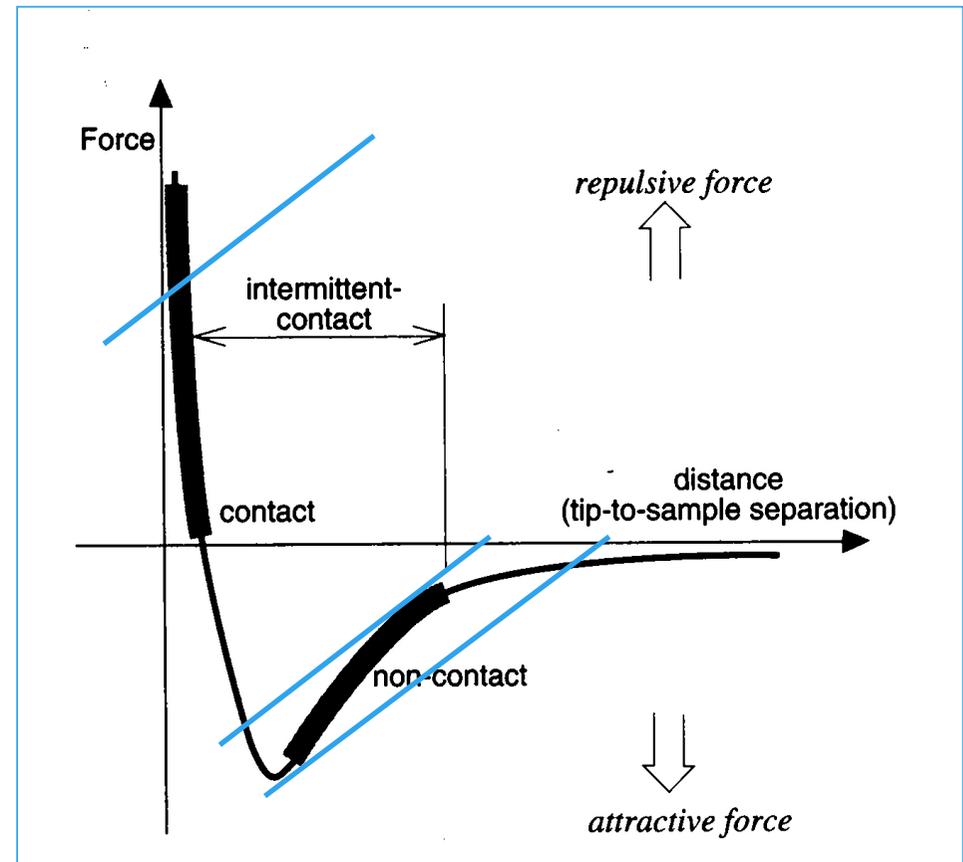
$$F(x, y)_z$$

- CURVE DI FORZA E SPETTROSCOPIA

$$F \text{ vs } z ; dF(x, y) / dz$$

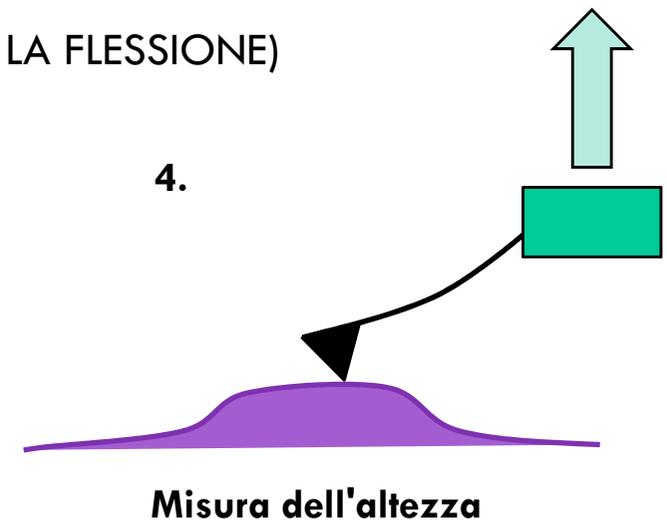
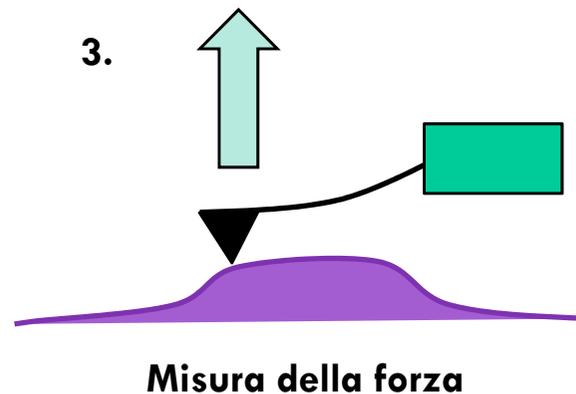
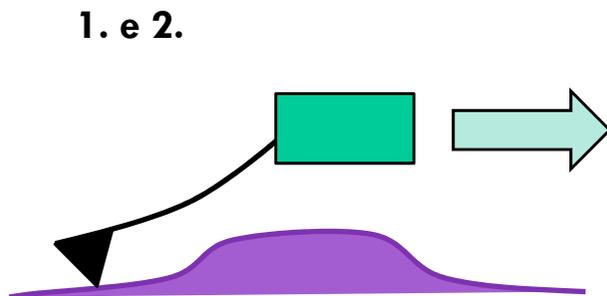
- FREQUENZA-MODULAZIONE, TAPPING MODE, INTERMITTENT CONTACT, NON-CONTACT (CANTILEVER OSCILLANTE)

$$k = (k_0 - dF(x, y, z)/dz)^{1/2}$$



# REGIME DI CONTATTO (AFM)

1. PUNTA IN CONTATTO CON LA SUPERFICIE
2. SPOSTAMENTO LATERALE IN UN PIANO PARALLELO ALLA SUPERFICIE
3. MISURA DELLA FLESSIONE VERTICALE DEL CANTILEVER
4. CORREZIONE, TRAMITE FEEDBACK LOOP (PER MANTENERE COSTANTE LA FLESSIONE)

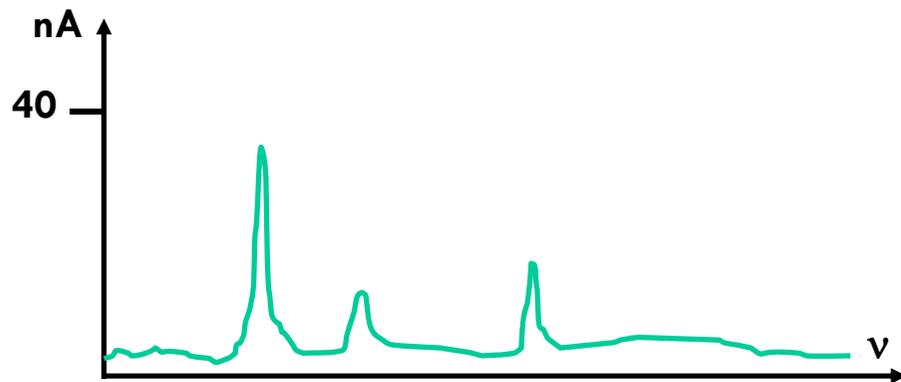


# TIPI DI LEVE PER DIVERSE MODALITÀ

- **CONTATTO**: OCCORRE CHE LA **COSTANTE ELASTICA SIA PICCOLA** PER MINIMIZZARE L'INTERAZIONE TRA PUNTA E CAMPIONE; LA LEVA DEVE ESSERE ABBASTANZA SOFFICE DA ESSERE DEFLESSA CON FORZE VERAMENTE PICCOLE ( $k$  TRA 0.01N/m E 1N/m) E LA **FREQUENZA DI RISONANZA DEVE ESSERE ABBASTANZA ALTA** PER NON ESSERE UN FATTORE LIMITANTE NELLA VELOCITÀ DELLA RISPOSTA ALLA MORFOLOGIA DELLA SUPERFICIE E PER FAR SÌ CHE LA FORMAZIONE DELL'IMMAGINE NON VENGA INFLUENZATA TROPPO DALLE INSTABILITÀ VIBRAZIONALI.
- **TAPPING**: IN QUESTO CASO, INVECE, OCCORRE UNA  **$k$  PIUTTOSTO ELEVATA** IN MODO TALE CHE LA LEVA ABBA UN'ENERGIA POTENZIALE SUFFICIENTE PER **RITIRARSI DAL CAMPIONE SUBITO DOPO AVERLO TOCCATO** ( $k > 1\text{N/m}$ ). PER QUANTO RIGUARDA LA FREQUENZA DI RISONANZA, QUESTA DEVE ESSERE PIÙ BASSA DELLA **LARGHEZZA DI BANDA DELL'ELETTRONICA DELLA AFM, CHE È DELL'ORDINE DEI 500 KHZ**, MA DEVE ANCHE ESSERE SIGNIFICATIVAMENTE PIÙ ALTA DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE. SI USA QUINDI 300kHz IN ARIA E 30kHz IN LIQUIDO.

# COME SI FA UNA MISURA AFM IN TAPPING MODE?

SI INIZIA APPLICANDO UN POTENZIALE DI CIRCA 0.1-1 V, CHE CORRISPONDONO A CORRENTI DELL'ORDINE DEI nA SUL FOTODIODO.



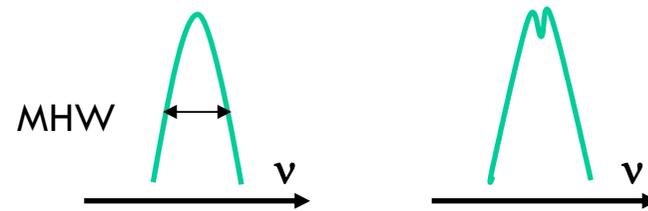
## CURVA CORRENTE-FREQUENZA

LA FREQUENZA VARIA TRA 55-900 kHz.

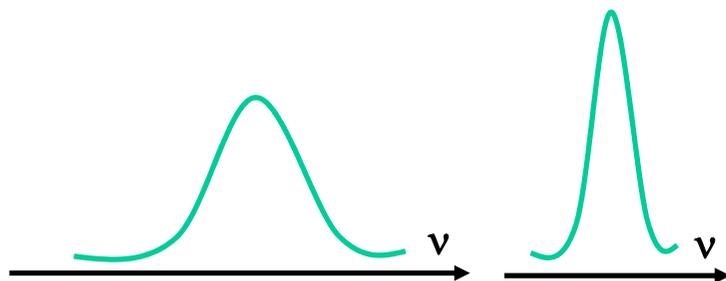
VISUALIZZO LA MASSIMA FREQUENZA DI OSCILLAZIONE DEL CANTILEVER ( $\omega_0$  FREQUENZA FONDAMENTALE DI RISONANZA).

# FATTORE DI QUALITÀ

DEVO IMPOSTARE LA TENSIONE IN MODO DA LEGGERE AL FOTODIODO UNA CORRENTE  $< 40$  nA, ALTRIMENTI IL SISTEMA VA IN SATURAZIONE ED IL FOTODIODO NON DISTINGUERÀ PIÙ LE PICCOLE VARIAZIONI DI OSCILLAZIONE.



FATTORE DI QUALITÀ = FREQUENZA DI RISONANZA / LARGHEZZA A METÀ ALTEZZA (DEVE ESSERE ELEVATO)



IL FATTORE DI QUALITÀ DIPENDERÀ DALLA LUNGHEZZA DELLA LEVA E DAL MEZZO IN CUI SI MUOVE.

**LEVE CORTE: ~ 250 kHz (245 kHz, MHW = 1)**

**LEVE LUNGHE: ~ 150 kHz**

# MECCANISMO DI CONTROLLO

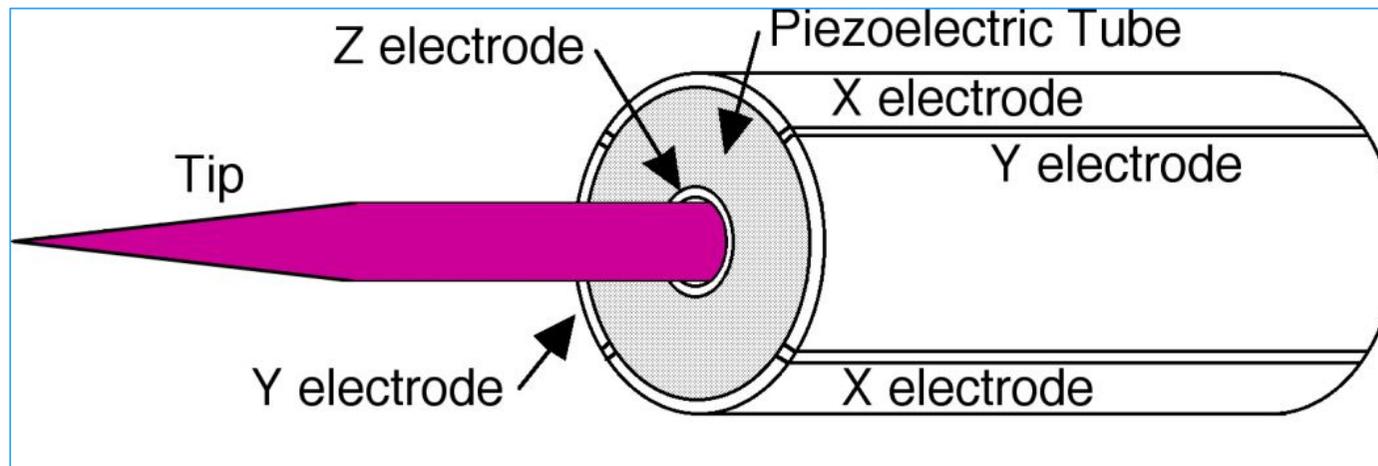
A QUESTO PUNTO MI AVVICINO ALLA SUPERFICIE FINO AL **50% DELLA FREQUENZA DI RISONANZA** DELLA LEVA, IN MODO DA NON ROVINARE LA SUPERFICIE.

PARAMETRI DA IMPOSTARE: SET POINT- FEEDBACK GAIN

1. IL **SET POINT** MI MANTIENE TRAMITE MECCANISMO DI FEEDBACK, IL CONTROLLO SULL'INTERAZIONE PUNTA-SUPERFICIE.
  - AUMENTO IL SET POINT: LA PUNTA INTERAGISCE MENO E AVRÒ UNA MINORE RIDUZIONE DELL'OSCILLAZIONE
  - DIMINUISCO IL SET POINT: LA PUNTA INTERAGISCE FORTEMENTE
2. IL **FEEDBACK GAIN** MI DA UN IDEA DELLA RISPOSTA ALLA VARIAZIONE TOPOGRAFICA DELLA SUPERFICIE (AMPLIFICAZIONE)
  - AUMENTO IL FEEDBACK GAIN: SONO PIÙ SENSIBILE ALLE VARIAZIONI SUPERFICIALI
  - DIMINUISCO IL FEEDBACK GAIN: SONO MENO SENSIBILE ALLE VARIAZIONI SUPERFICIALI

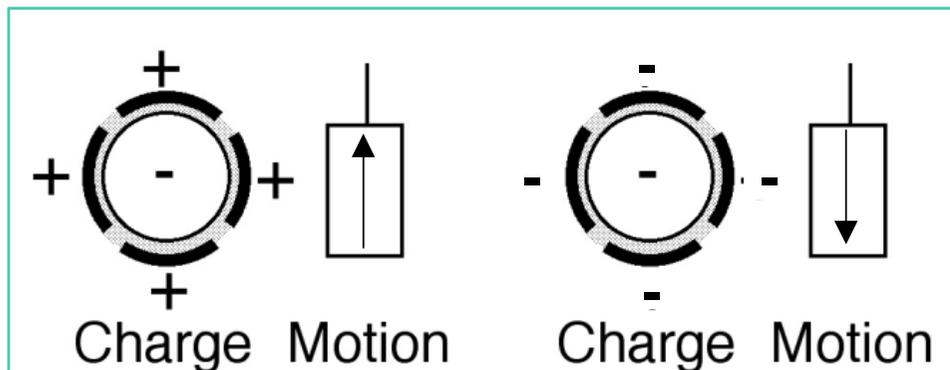
# SCANNER PIEZOELETTRICO

IL CANTILEVER O IL CAMPIONE SONO COLLEGATI FISICAMENTE AD UN **SISTEMA DI SCANSIONE** (SCANNER **PIEZOELETTRICO**) CHE SI MUOVE LUNGO L'ASSE  $z$ , IN FUNZIONE DELLE CORRENTI MISURATE DAL FOTODIODO.

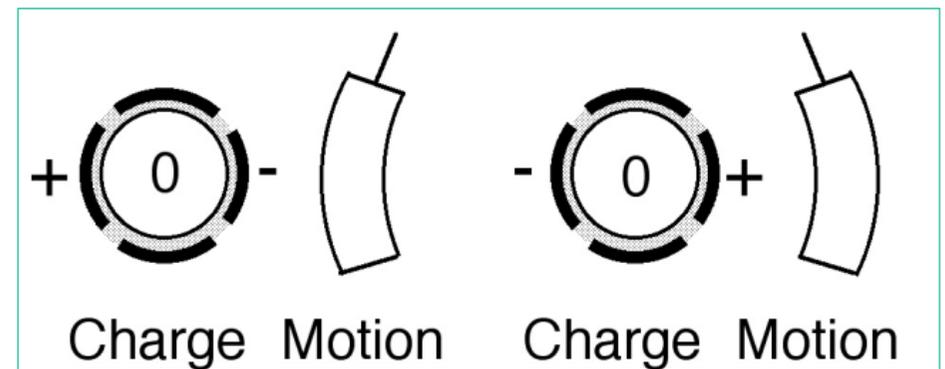


# SCANNER PIEZOELETTRICO

SI LAVORA CON TENSIONI DI 300-500 V.

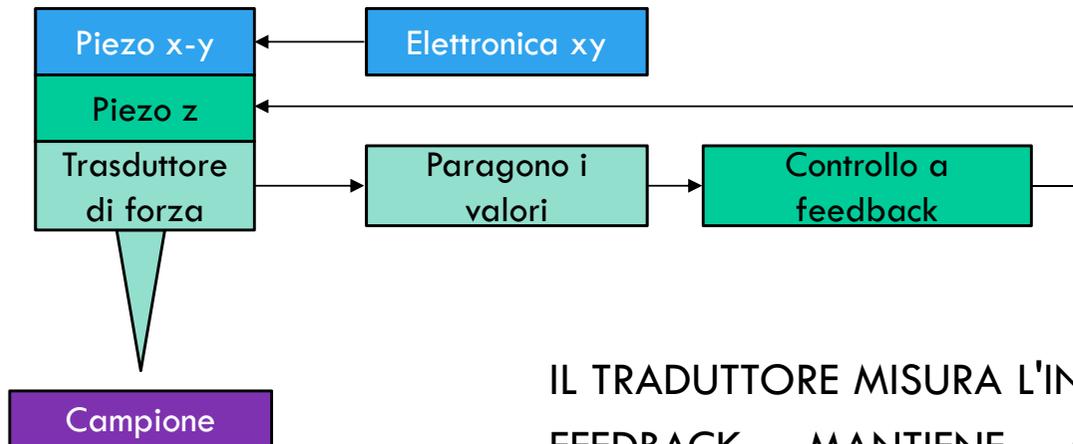


**si allunga o si accorcia**



**si deforma a destra o sinistra**

# CONTROLLO A FEED-BACK



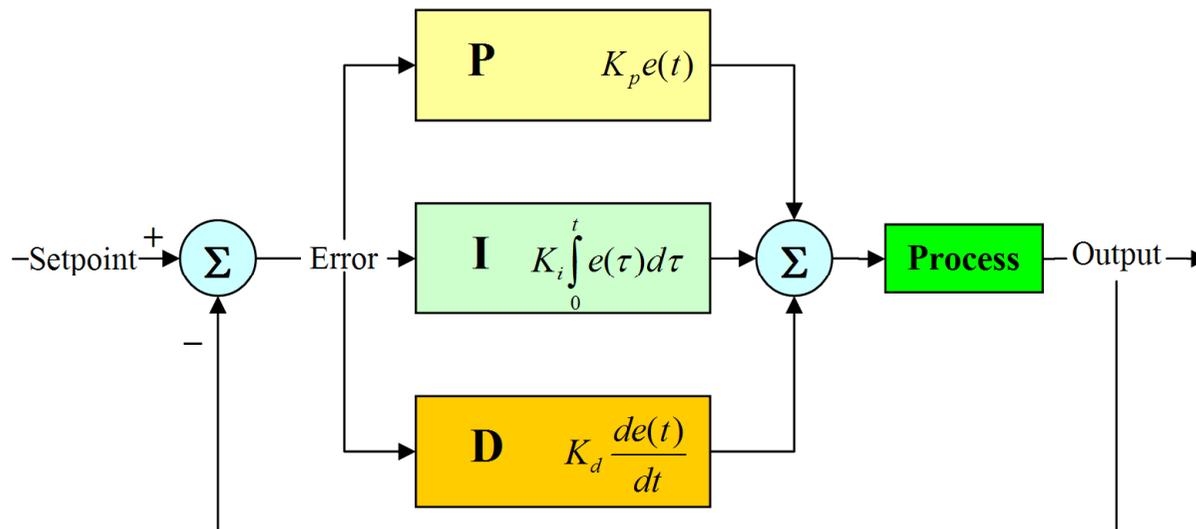
IL TRADUTTORE MISURA L'INTERAZIONE PUNTA-CAMPIONE, ED IL CONTROLLO A FEEDBACK MANTIENE QUESTA FORZE COSTANTE CONTROLLANDO **L'ESPANSIONE DEL z-PIEZO.**

IL PIEZO x-y INVECE VIENE USATO PER SCANSIONARE LA SUPERFICIE.

# FEEDBACK LOOP

IL CIRCUITO DI FEED BACK PRENDE IL SEGNALE DAL SENSORE DI FORZA E LO **COMPARA CON IL VALORE DI SET POINT (ATTESO) CHE È STATO IMPOSTATO.**

IL **SEGNALE DI ERRORE** VIENE FATTO PASSARE ATTRAVERSO UN **CONTROLLO PID** (PROPORTIONAL INTEGRAL DERIVATIVE)



# FEEDBACK LOOP

LA SPM DEVE ESSERE IN GRADO DI CONTROLLARE L'INTERAZIONE PUNTA-CAMPIONE CON GRANDE PRECISIONE.

CIÒ SI OTTIENE CON L'USO DI UN **CICLO DI RETROAZIONE ELETTRONICO (FEEDBACK LOOP)**, CHE SALVAGUARDA LA PUNTA E IL CAMPIONE, MANTENENDO FORZE TRA LORO A LIVELLO DEL VALORE DI RIFERIMENTO (**SET POINT**) SPECIFICATO DALL'UTENTE.

CIÒ SI OTTIENE REGOLANDO VARI GUADAGNI (**FEEDBACK GAIN**).

UNA ANALOGIA PER SPIEGARE IL PRINCIPIO DI RETROAZIONE USATO:

CONSIDERO UN **PALLONE AEROSTATICO CON TRE PILOTI CHE LO GUIDANO.**

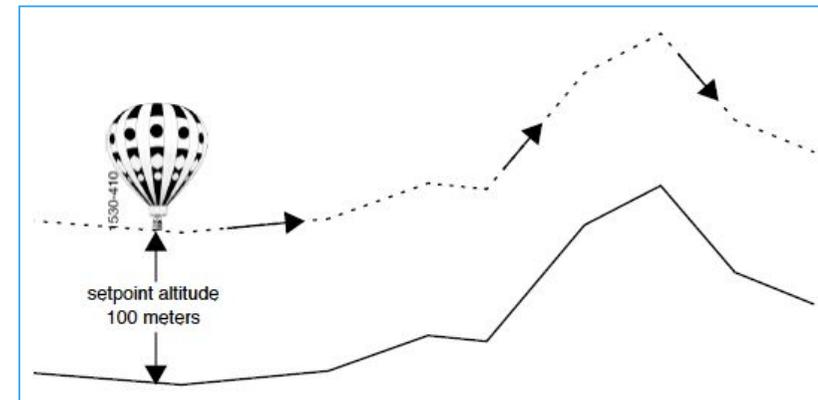
# FEEDBACK LOOP

**CIASCUN PILOTA CONTROLLA UNO DELLE TRE VALVOLE PARALLELE PER ALIMENTARE IL GAS NEL BRUCIATORE. IL PALLONE DEVE RIMANERE IL PIÙ POSSIBILE VICINO ALLA SUPERFICIE, SENZA SCHIANTARSI.**

**RUGOSITÀ DEL TERRENO, CAMBIAMENTI DI TEMPERATURA E CORRENTI DI VENTO** RENDONO IL COMPITO COMPLICATO.

IL COMPITO DEI PILOTI È SEMPLICE SE IL TERRENO È PIANEGGIANTE, BASTA RILASCIARE POCO GAS PER MANTENERE IL PALLONE ALTO.

SE IL PROFILO DEL TERRENO DIVENTA PIÙ COMPLICATO, CON COLLINE, VALLI E MONTAGNE, I PILOTI DEVONO OPERARE SAGGIAMENTE SULLE LORO VALVOLE PER FAR SALIRE PALLONCINO QUANDO SI INCONTRANO COLLINE E RILASCIARE IL GAS DOPO AVER SUPERATO LE CIME DELLE MONTAGNE.



# GUADAGNO PROPORZIONALE

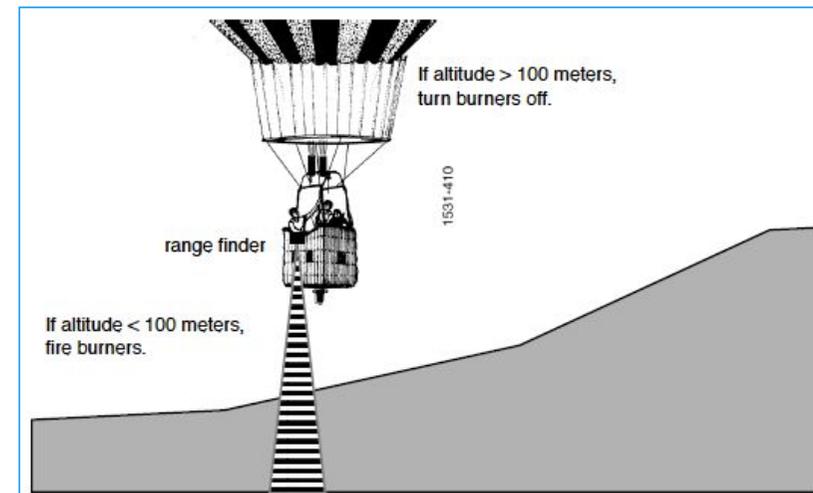
$$P \quad K_p e(t)$$

IN QUESTO TIPO DI RETROAZIONE, **L'AZIONE È PROPORZIONALE AL SEGNALE**, ATTRAVERSO UN PARAMETRO DENOMINATO «GUADAGNO INTEGRALE».

IL PILOTA UTILIZZA UNO STRUMENTO (TELEMETRO) PER CONTROLLARE PERIODICAMENTE LA DIFFERENZA TRA LA QUOTA CONCORDATA (SETPOINT) E QUELLA ATTUALE, E POI APRE O CHIUDE LA VALVOLA PER ALZARE O ABBASSARE IL PALLONCINO.

SE IL PILOTA TROVA CHE L'ERRORE È ALTO, DEVE MANDARE MOLTO GAS (O CHIUDERE COMPLETAMENTE LA VALVOLA), SE L'ERRORE È BASSO, VERRÀ UTILIZZATA UNA MINORE QUANTITÀ DI GAS (O DI CHIUSURA DELLA VALVOLA).

**IL PARAMETRO DI GUADAGNO DESCRIVE QUANTO PIÙ DRASTICAMENTE QUESTO PILOTA REAGIRÀ AL CAMBIO DI MISURA.**



# GUADAGNO PROPORZIONALE

**IL GUADAGNO PROPORZIONALE POTREBBE ESSERE SUFFICIENTE SU TERRENI NON TROPPO COMPLESSI,** MA SE IL TERRENO È COMPLESSO O LA VELOCITÀ DEL PALLONE È ALTA, IL SISTEMA NON TOGLIE TUTTI GLI ERRORI RESIDUI E L'OBIETTIVO DI ALTITUDINE NON È MAI ESATTAMENTE CENTRATO.

VI È LA NECESSITÀ DI QUALCHE **ALTRO TIPO DI CONTROLLO:** SE AD ESEMPIO IL PALLONCINO VIAGGIA VELOCE, PUÒ ESSERE NECESSARIO APPLICARE UN FEEDBACK PRIMA, PER TENER CONTO DELL'INERZIA.

SE IL TERRENO HA UNA FORMA NOTA, QUESTA CONOSCENZA PUÒ ESSERE USATA PER GUIDARE MEGLIO IL PALLONCINO .

$$\mathbf{I} \quad K_i \int_0^t e(\tau) d\tau$$

## GUADAGNO INTEGRALE

QUANDO LA RETROAZIONE CHE SI BASA SULL'ERRORE PROPORZIONALE NON È SUFFICIENTE, UN ERRORE RESIDUO SARÀ SEMPRE PRESENTE. UN SECONDO PILOTA VALUTERÀ L'ERRORE RESIDUO E LO CORREGGERÀ APRENDO/CHIUDENDO LA SUA VALVOLA.

IL **GUADAGNO INTEGRALE** È IL PARAMETRO CHE SPINGE IL PILOTA A **CORREGGERE DRASTICAMENTE L'ERRORE RESIDUO CHE IL GUADAGNO PROPORZIONALE NON È STATO IN GRADO DI CONSIDERARE.**

AD ESEMPIO, IL PILOTA PUÒ FARE UNA TABELLA DELLE QUOTE CHE DOVREBBERO ESSERE RAGGIUNTE E CONTROLLERÀ SE IL PALLONE SI TROVA SEMPRE UN PO' AL DI SOPRA O AL DI SOTTO DEL VALORE RICHIESTO E, DI CONSEGUENZA **AGGIUNGERÀ UNA ULTERIORE CORREZIONE AL GUADAGNO PROPORZIONALE.**

IL GUADAGNO INTEGRALE È MOLTO SENSIBILE, SE IMPOSTATO TROPPO ALTO TENDE AL SUPERAMENTO DEL VALORE DI RIFERIMENTO.

$$D \quad K_d \frac{de(t)}{dt}$$

## GUADAGNO DERIVATIVO

LA COMBINAZIONE DI CONTROLLO PROPORZIONALE E INTEGRALE GARANTISCE UN CONTROLLO STABILE ED ACCURATO, TUTTAVIA SE IL SET-POINT VIENE VARIATO È PROBABILE CHE IL SISTEMA APPROSSIMI IL NUOVO SET-POINT CON POCA PRONTEZZA OD ALTERNATIVAMENTE CON BUONA PRONTEZZA MA PRODUCENDO UN **OVERSHOOT**.

CIÒ È CURATO DAL **CONTROLLO DERIVATIVO**.

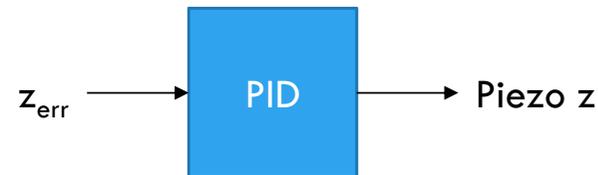
COME SUGGERISCE IL NOME, IL CONTROLLO DERIVATIVO **MISURA LA DERIVATA TEMPORALE DEL SEGNALE DI ERRORE DEL SISTEMA**, E MODIFICA LA POTENZA IN USCITA IN MODO DA RIDURRE LA VELOCITÀ DELLA VARIAZIONE.

# CONTROLLO PID

RIASSUMENDO, **IL CONTROLLO A FEEDBACK CERCA DI MANTENERE UN PARAMETRO DEL SISTEMA IL PIÙ VICINO POSSIBILE AD UN VALORE DESIDERATO (IL SET-POINT)** E DI COMPENSARE IL PIÙ EFFICACEMENTE POSSIBILE GLI EFFETTI DELLE VARIAZIONI DELL'AMBIENTE ESTERNO, E DI SEGUIRE RAPIDAMENTE LE VARIAZIONI DI SET-POINT CHE POSSONO ESSERE RICHIESTE DALL'UTENTE.

CONSIDERA UN ERRORE DI TIPO PROPORZIONALE, INTEGRALE E DERIVATIVO.

$$z = P z_{err} + I \int z_{err} dt + D \frac{dz_{err}}{dt}$$



OTTIMIZZANDO I PARAMETRI PID L'ERRORE SUL SEGNALE È MINIMO.

# SIGNAL PROCESSING

SE L'ELABORAZIONE DELLE IMMAGINI (**SIGNAL PROCESSING**) È SEMPRE PIÙ IMPORTANTE ANCHE NELLA MICROSCOPIA OTTICA, PER UN SPM È FONDAMENTALE SE SI VUOLE SFRUTTARE AL MEGLIO QUESTO STRUMENTO.

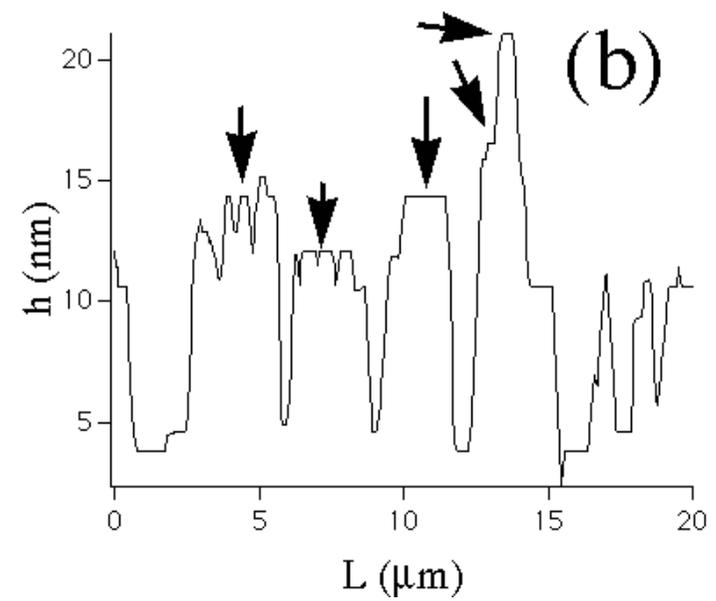
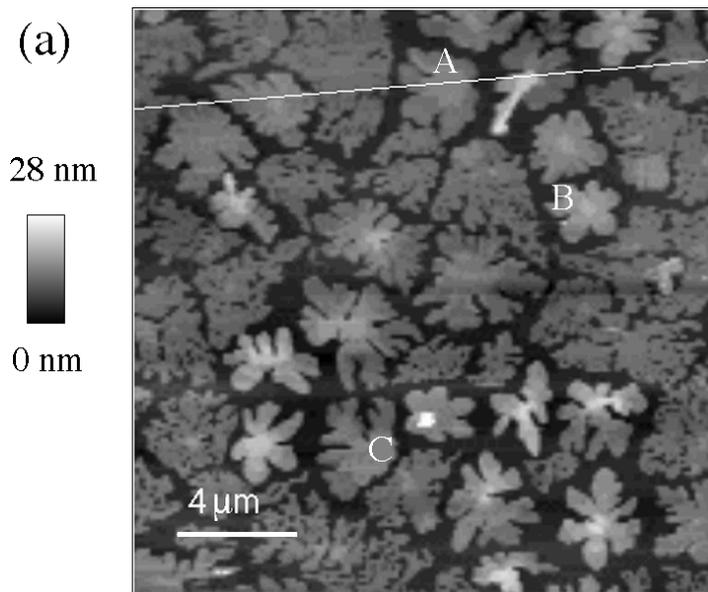
SOFTWARE DEDICATI, INFATTI, SONO NECESSARI NON SOLO PER LA RICOSTRUZIONE DI UN'IMMAGINE, MA ANCHE PER CORREGGERE LE INEVITABILI DISTORSIONI CHE IL SISTEMA DI SCANSIONE E LA PUNTA GENERANO.

OLTRE I COMUNI STRUMENTI DI IMAGING QUALI **FILTRI GRAFICI PER RIDURRE RUMORE DI FONDO** (AVERAGE), **MIGLIORARE LA RESA DELL'IMMAGINE** (CONTRAST, BRIGHTNESS, EQUALIZE), SONO NECESSARIE SPECIFICHE FUNZIONI PER LO STUDIO DELLE SUPERFICI (PLANE FIT, LINE FIT, 2D SPECTRUM, BEARING, ...).

PER MEZZO DELL'**ANALISI DI FOURIER** (DFT) SI RIESCONO A RAGGIUNGERE RISOLUZIONI ALTISSIME, FINO ALLA RISOLUZIONE ATOMICA, PERMETTENDO DI ESTRARRE INFORMAZIONI NON VISIBILI AD UN PRIMO APPROCCIO.

# PROFILI TOPOGRAFICI

- ALTEZZA MINIMA TERRAZZE = 2.4 nm
- MOLECOLE VERTICALI



# ARTEFATTI

- **CATTIVO FEEDBACK** (PUNTA LONTANA DALLA SUPERFICIE).
- **RUMORE ELETTRICO** (IN PARTICOLARE IL RUMORE PERIODICO CHE SI AGGIUNGE AL SEGNALE INTERNO).
- **VIBRAZIONI** NELL'AMBIENTE (IN PARTICOLARE QUANDO LA FREQUENZA È VICINA A QUELLA DI OSCILLAZIONE DELLA PUNTA)
- EFFETTO DOVUTO A **PUNTE NON APPUNTITE**.
- INTERAZIONE PUNTA-CAMPIONE NON NOTA (DIMINUENDO LA VELOCITÀ DI SCANSIONE).

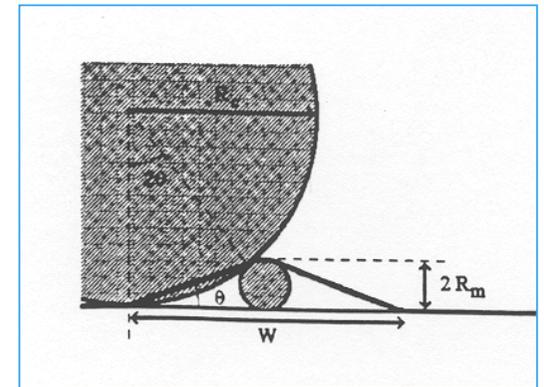
# LIMITI ALLA RISOLUZIONE VERTICALE/LATERALE

## RISOLUZIONE VERTICALE:

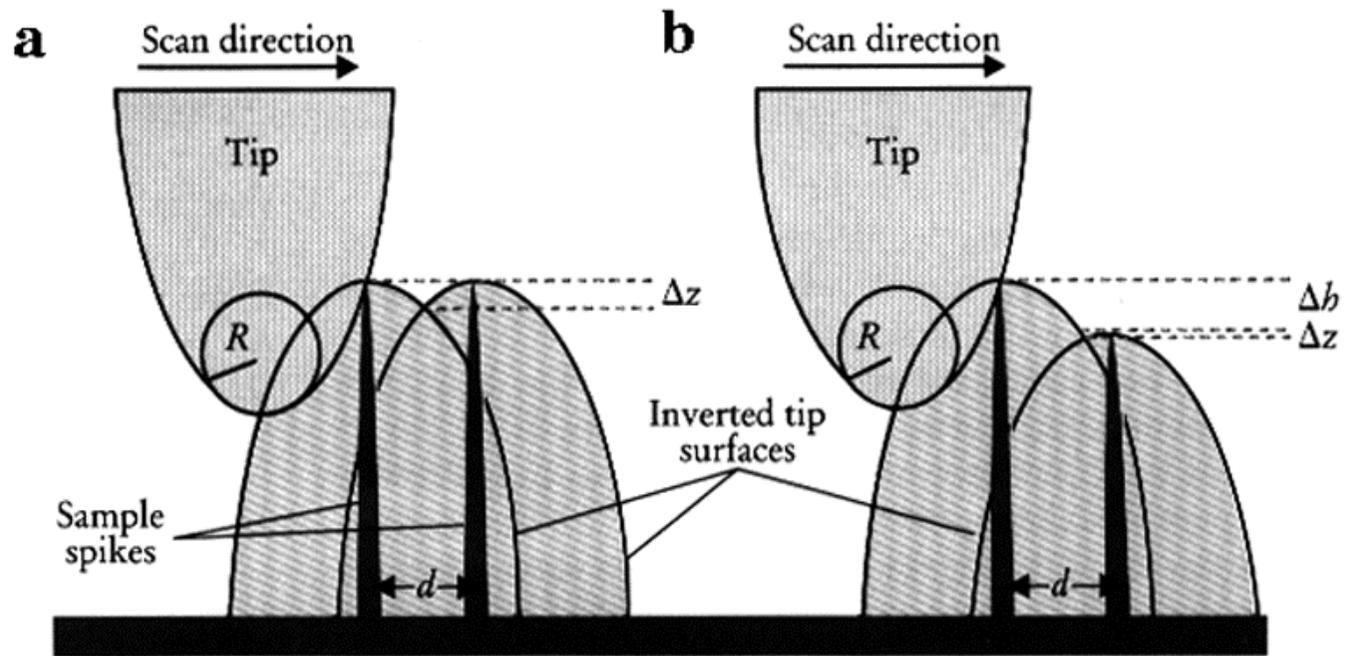
- RUMORE TERMICO DELLA LEVA
- VIBRAZIONI DELL'AMBIENTE CIRCOSTANTE
- GRADIENTE DI FORZA MINIMO RIVELABILE

## RISOLUZIONE LATERALE:

- CAMPIONAMENTO (NUMERO DI PIXELS/LINEE): RIDURRE LA DIMENSIONE DI SCANSIONE
  - Es: 500 punti di misura su una linea di  $100\mu\text{m}$ :  $1\text{ pixel} = 0.2\ \mu\text{m}$
- CONTROLLO SUL POSIZIONAMENTO DELLO SCANNER; RIDURRE L'INTERVALLO DELLO SCANNER
  - Es:  $\Delta V_{\text{max}} \pm 200\text{V}$ ; 16-bit elettronica: 65536 valori:  $\Delta V_{\text{min}} \sim 6\text{mV}$  for  $100\mu\text{m}$  scanner, minimo spostamento  $\sim 1.5\ \text{nm}$
- DIMENSIONI DELLA PUNTA: RIDURRE LA CURVATURA



# RISOLUZIONE



$$d = (2R)^{1/2} [(\Delta z)^{1/2} + (\Delta z + \Delta h)^{1/2}]$$

# PER ELIMINARE GLI ARTEFATTI

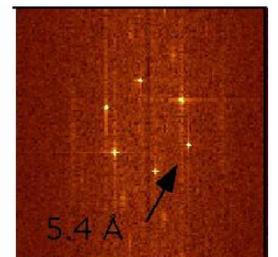
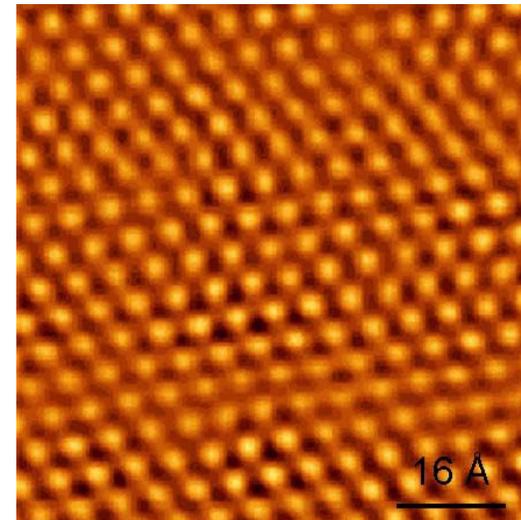
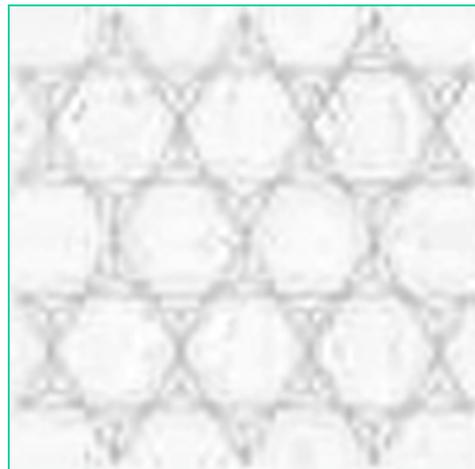
- **RIPETERE LA SCANSIONE E ASSICURARSI CHE L'IMMAGINE SIA LA STESSA**
- **CAMBIARE LA DIREZIONE DI SCANSIONE** E PRENDERE UNA NUOVA IMMAGINE
- **CAMBIARE LE DIMENSIONI DELL'AREA SCANSIONATA** PER ESSERE SICURI CHE L'ANDAMENTO SCALI CON LE DIMENSIONI
- **RUOTARE IL CAMPIONE** E PRENDERE UN'IMMAGINE PER CONFERMARE CHE LA PUNTA SIA VALIDA
- **MODIFICARE LA VELOCITÀ DI SCANSIONE** E PRENDERE UN'ALTRA IMMAGINE (SE SI HA IL SOSPETTO DI ANDAMENTI PERIODICI O QUASI PERIODICI)

# RISOLUZIONE ATOMICA IN AFM A CONTATTO

MICA MUSCOVITE  $\text{KAl}_2(\text{OH})_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}$

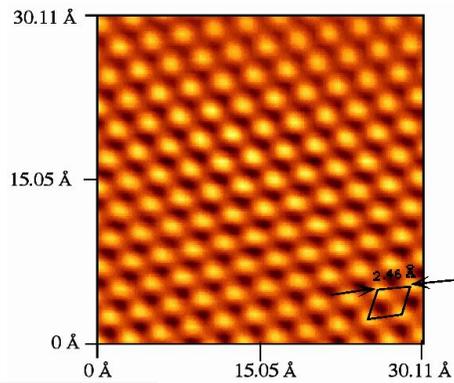
PERIODO: 5.5 Å

RETICOLO SENZA DIFETTI

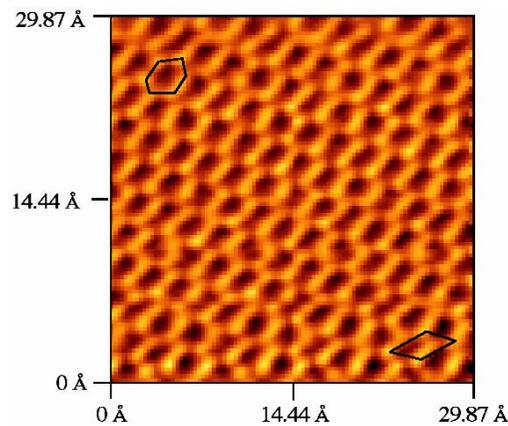
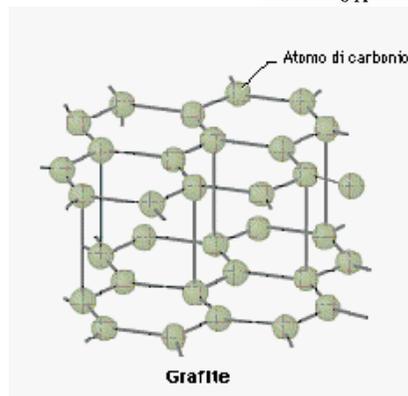
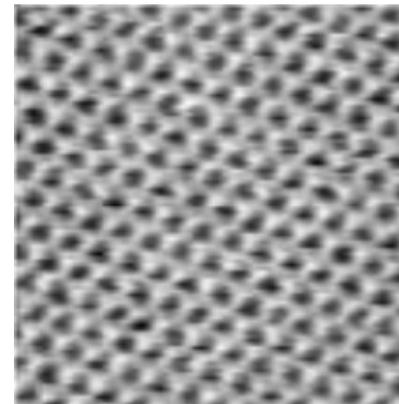


# "RISOLUZIONE ATOMICA" SU GRAFITE

STM



AFM



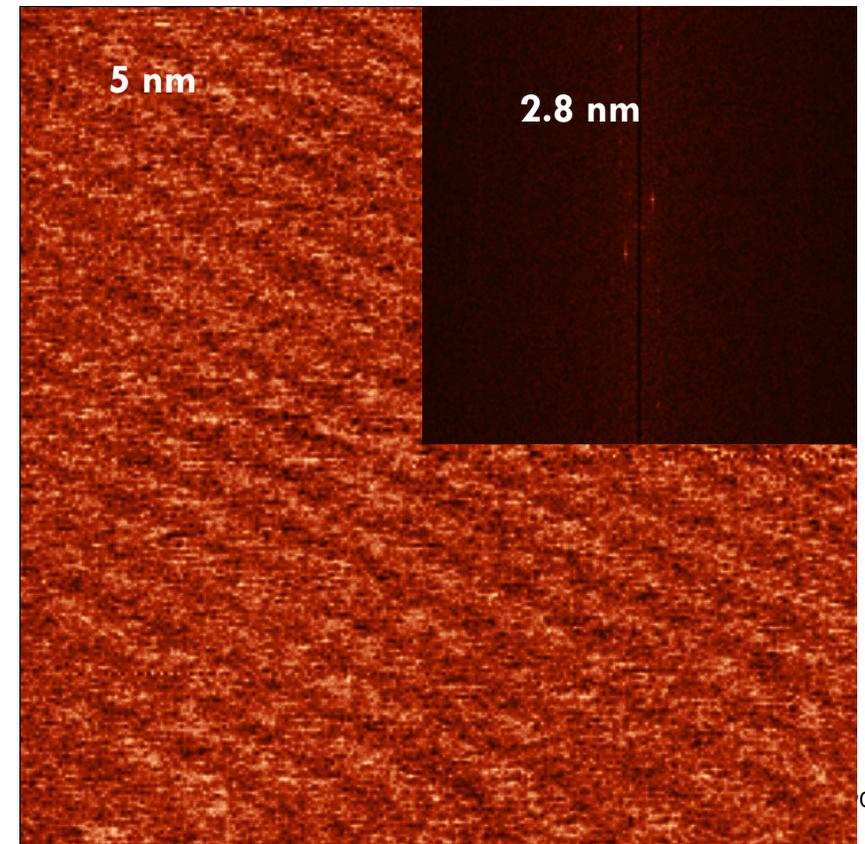
Raramente si osserva la struttura a nido d'ape

# COSA VEDE L'AFM?

$\text{H}_2\text{Pc}(\text{OC}_{14,10})_4$  on  $\text{SiO}_x$   $T = 25\text{ }^\circ\text{C}$

40x40  $\mu\text{m}$ , z scale = 8 nm

50x50 nm z scale = 1.4 nm



# STM vs AFM

## STM

- MISURA LA **CORRENTE DI TUNNELLING**
- **SUPERFICI CONDUTTRICI** E SEMICONDUCTTRICI
- **RISOLUZIONE ATOMICA**
- PERMETTE LA MANIPOLAZIONE
- MISURE DI CONDUCTIBILITÀ E SPETTROSCOPIA VIBRAZIONALE DI SINGOLA MOLECOLA (SENSITIVITÀ CHIMICA)
- **NON NECESSITA DEL VUOTO**
- L'INTERAZIONE POTREBBE **DANNEGGIARE IL CAMPIONE**

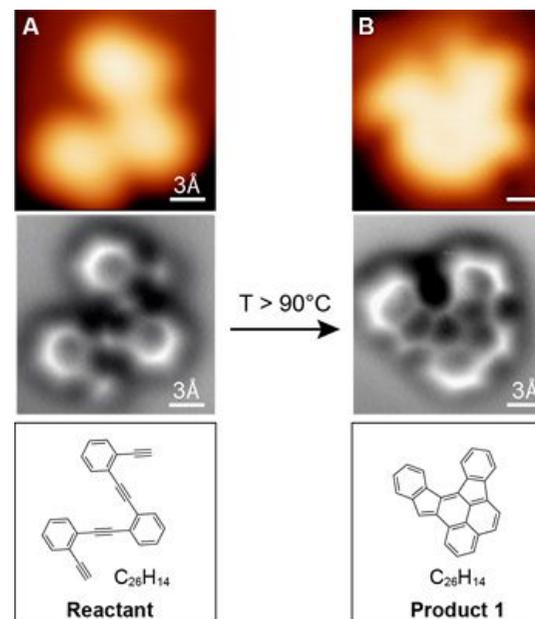
## AFM

- MISURA UNA **FORZA**
- **SUPERFICI CONDUTTRICI E ISOLANTI**
- BUONA RISOLUZIONE MA INFERIORE A QUELLA DELL'STM
- PERMETTE LA MANIPOLAZIONE
- **INFORMAZIONE TOPOGRAFICA E MISURA DELLE FORZE DI ATTRITO**
- **NON NECESSITA DEL VUOTO**
- TECNICA NON DISTRUTTIVA. PERMETTE L'ANALISI DI **CAMPIONI BIOLOGICI**

# VEDERE UNA REAZIONE CHIMICA

DIRECT IMAGING OF COVALENT BOND STRUCTURE IN SINGLE-MOLECULE CHEMICAL REACTIONS

SCIENCE, 2013, 340, 1434-37



# AFM = MISURA PROPRIETÀ FISICHE MATERIALI

- **LATERAL FORCE/FRICTIONAL FORCE**

IL CANTILEVER DI UN AFM PUÒ SUBIRE DISTORSIONI O TORSIONI (PREVALENTE) MENTRE SONDA LA SUPERFICIE, E QUESTO MI FORNISCE INFORMAZIONI SULLA RUGOSITÀ DELLA SUPERFICIE E SULLA COMPOSIZIONE CHIMICA.



**verticale**

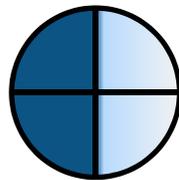


**orizzontale**



**torsione**

MISURANDO CON IL FOTODETECTOR LO SPOSTAMENTO SINISTRA-DESTRA DEL QUADRANTE MISURO LA TORSIONE (MOVIMENTO LATERALE).



**Fotodiodo**

# AFM = MISURA PROPRIETÀ FISICHE MATERIALI

- **FASE VIBRANTE**

FACENDO UNA SCANSIONE IN TAPPING MODE E CONSIDERANDO IL SEGNALE DI FASE RIESCO A DISTINGUERE LE PROPRIETÀ MECCANICHE DELLE SUPERFICI, COME AD ESEMPIO LA DUREZZA-MORBIDEZZA DEL MATERIALE (LAVORO IN CONTRASTO DI FASE).

LA VARIAZIONE DI FASE MI DA INFORMAZIONI SULL'ASSORBIMENTO DI ENERGIA MECCANICA DA PARTE DELLA PUNTA.

# AFM = TECNICA DI PATTERNING SUPERFICIALE

LO VEDREMO NELLA PARTE DI MODIFICA DI SUPERFICI...