

## Microscopia a Scansione di Sonda

La Microscopia a Scansione di Sonda nasce come risposta al crescente interesse del mondo scientifico nell'acquisire informazioni su scala sub-micrometrica sulla struttura dei materiali di interesse fisico chimico e biologico.

Le componenti principali per un sistema di Scanning probe microscopy (SPM) sono:

- 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 ( $< 1$  ångström);
- 6) Elevata risoluzione laterale ( $\sim 1$  ångström per AFM e STM);

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. I cristalli piezoelettrici rispondono ad una variazione lineare del volume nella direzione perpendicolare al campo elettrico applicato. Una serie di impulsi a dente di sega (rastering) alterna cicli di espansioni e contrazioni di uno dei cristalli, dedicato agli spostamenti orizzontali. Questa è la direzione di scansione rapida x (figura 1) lungo la quale la punta passa sulla superficie registrandone la topografia.

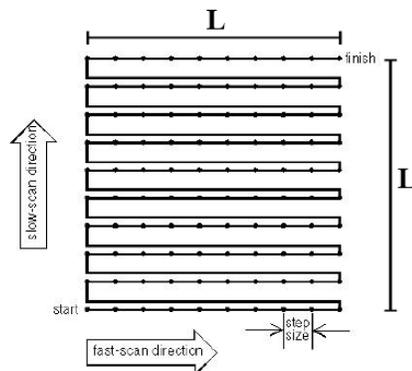


Figura 1

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 (figura 1).

Il terzo cristallo piezo-elettrico controlla invece la posizione verticale.

## Microscopia 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 in dettaglio, questa tecnica fornisce la mappatura della densità elettronica (LDOS) degli stati di superficie. Essa è capace infatti di rilevare, entro un range di energie determinato dal bias applicato, un certo numero di stati elettronici vuoti o occupati, vicini alla superficie di Fermi.

Quindi più che una misura di topografia l'STM fornisce una misura di una superficie di probabilità costante di tunneling.

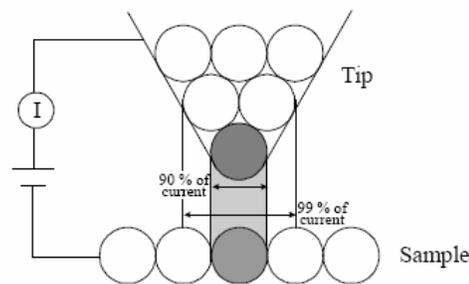


Figura 2

In figura 2 è riportato lo schema di una giunzione STM.

Il tunneling avviene tra due conduttori separati da un gap (o da uno strato isolante) che agisce da barriera di potenziale per il flusso di elettroni. La corrente di tunneling decade esponenzialmente con la grandezza del gap. Il segnale di corrente registrato è perciò determinato solo dall'apice della punta (probe), il che permette la possibilità di avere una risoluzione laterale dell'ordine di pochi Angstrom.

La corrente di tunneling può essere stimata come:

$$I \propto f(V) \cdot \exp\{-\alpha \cdot s \cdot \sqrt{\Phi}\}$$

dove:

$$\alpha = 10 / (\text{nm} \sqrt{eV})$$

V = bias applicato tra punta e campione

s = altezza del gap

$\Phi$  = altezza media della barriera di potenziale tra i due elettrodi (c.a. 4 eV)

## Componenti principali STM (APE research):

### Unità di misura:

- testa di misura (correnti di tunneling fino a 1 pA)
- **sistema di approccio**
- scanner a tubo

### Sistema di isolamento:

- tavolo anti\_vibrazione
- camera anti\_vibrazione
- sostegno a molle anti\_vibrazione

### Sistema ottico:

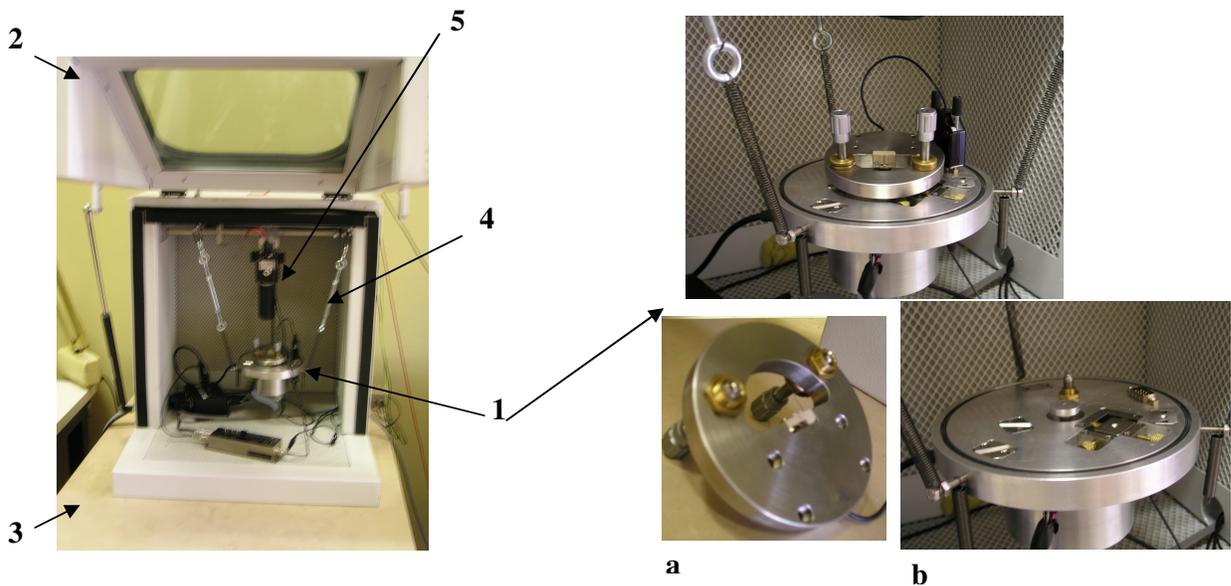
- telecamera

### Sistema di controllo:

- unità di controllo

### Modulo ad alta tensione

### Personal computer



1- Unità di misura (a testa di misura;b **sistema di approccio e scanner**); 2- camera anti\_vibrazione; 3- tavolo anti\_vibrazione; 4-sostegno a molle; 5- telecamera

## Acquisizione di un immagine

### 1) Preparazione 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)

Il modo più semplice per realizzare la punta consiste nel tagliarla con le forbici (figura 3).

Si taglia un pezzettino di filo della lunghezza di c.a 1 cm

Il filo tagliato si prende con delle pinze lasciando sporgere all'esterno solo 2-3 mm del filo stesso (figura 3)

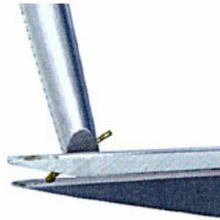


Figura 3

Si taglia il filo con un **angolo di 10-15° mantenendo** le forbici il più possibile vicino alla punta e contemporaneamente si tirano le forbici lungo l'asse del filo in modo da separare la parte tagliata.

Con questa metodologia si ottengono punte con un raggio di curvatura inferiore a 10 nm la cui forma tipica è quella riportata in figura 4.



Figura 4

### 2) Posizionamento della punta nel tip-holder:

Staccare la testa di misura e posizionarla sul tavolo di lavoro con il tip-holder rivolto verso l'alto; Prendere la punta con le pinzette e facendo attenzione di non toccare in alcun modo l'apice della punta, inserire la stessa nel tip-holder (figura 5) lasciandola sporgere non più di 3-4 mm

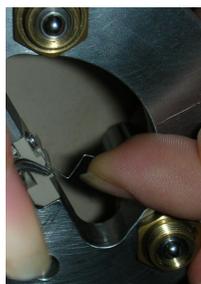


Figura 5

### 3) Preparazione del campione

Il porta-campione è costituito da un disco metallico corredato da un'apposita molletta (figura 6) che ha la duplice funzione di tenere fermo il campione e di creare un contatto elettrico tra il campione e il disco.



Figura 6

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.

### 4) Posizionare il campione al centro dello scanner (figura 7)

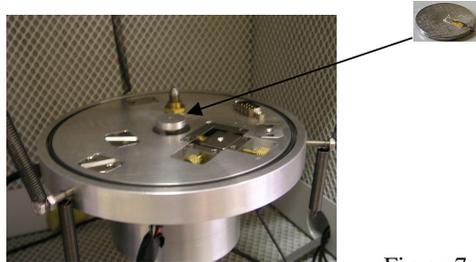


Figura 7

### 5) Ri-collegare la testa di misura

#### 6) Accensione dell'elettronica:

- control unit on
- modulo ad alta tensione on

#### 7) Accensione del PC

Lancio del programma: STM\_pietotube.ini

Aprire da software le finestre di:

- oscilloscopio
- feedback
- approach

Dalla finestra di approach è possibile muovere il motore che permette di alzare e abbassare lo scanner relativamente alla testa di misura lungo l'asse  $Z$  e quindi l'avvicinamento o l'allontanamento del campione dalla punta.

In particolare  $Z+$  (avvicina) e  $Z-$  (allontana) il campione dalla punta della grandezza definita dalla funzione Time (ms).

Utilizzando il motore avvicinare la punta ad una distanza di c.a. 2 mm dal campione.

Accendere la telecamera e la TV;

posizionare la telecamera in modo da visualizzare il campione;

mettere a fuoco la superficie del campione;

avvicinare ulteriormente la punta alla superficie fino ad una distanza di c.a. 0.5-1mm;

Chiudere lo sportello della camera anti-vibrazione;

Lo strumento a questo punto è pronto per lavorare.

Verificare a questo punto che la manopola sulla SPM control unit sia impostata su remote e selezionare da software lo stato dell'uscita del modulo di amplificazione, il quale può essere in alta tensione (XY;Z high voltage ON), in bassa tensione (XY;Z low voltage ON) o spento OFF.

In particolare a seconda del modulo di amplificazione scelto questo strumento può lavorare in due diversi range di scansione massimi:

X= 1500 nm, Y=1500 nm e Z = 500 nm in high voltage e X= 150 nm, Y=150 nm e Z= 50 nm il low voltage.

Quindi a seconda delle necessità operative selezionare XY;Z high voltage ON o XY;Z low voltage ON.

Impostare i parametri di approccio:

Scan size	100*100 nm
V bias	0.2 V
I ref	0.1 nA
P <sub>gain</sub>	10%
I <sub>gain</sub>	0 sempre
D <sub>gain</sub>	0 sempre
Z-Z <sub>0</sub> <sub>gain</sub>	10 sempre

**Feedback:** I gain 10% (Imposta il valore percentuale di feedback proporzionale all'integrale del segnale)

**Z-Z<sub>0</sub> gain :** permette di amplificare il segnale quando le variazioni in Z sono troppo piccole rispetto all'estensione massima del piezotubo. In questo caso, infatti, il campionamento del segnale non ne permetterebbe la visualizzazione.

Lanciare l'approccio dalla finestra approach.

La fase di approccio non è altro che la fase di avvicinamento progressivo del campione alla punta fino a quando la punta non entra in interazione col campione.

In particolare durante questa fase i tubi piezoelettrici vengono ritratti, viene fatto avanzare lo scanner verso la punta tramite il motore, quindi i tubi vengono ri-allungati per verificare l'eventuale raggiungimento dell'interazione.

La fase di approccio può essere seguita sia tramite un oscilloscopio esterno che direttamente dalla barra di approach.

Una volta raggiunta l'interazione si può finalmente partire con l'imaging.

Si può scegliere a questo punto quale tipologia di dati acquisiti visualizzare nella finestra di scansione: cliccare su tools/ setup/ view:

- Topo/ Topo rev
- I (corrente)/ I (corrente) rev
- Z-Z<sub>0</sub> /Z-Z<sub>0</sub> rev

## Modalità operative STM

L'STM può operare in due diverse modalità:

Le due modalità operative vengono selezionate richiedendo la visualizzazione dei dati o in corrente o in altezza (HEIGHT data o CURRENT data)

Gli HEIGHT data riflettono la variazione della posizione della punta necessaria per mantenere costante la corrente di tunneling (figura 8).

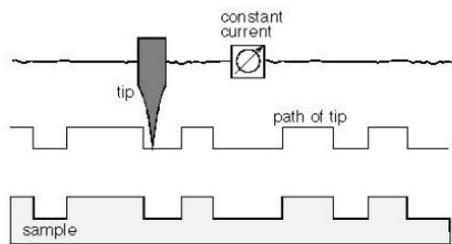


Figura 8

Il “sistema” sente la corrente di tunneling, calcola la differenza con la corrente di tunneling desiderata e determina il voltaggio da applicare al piezotubo per mantenere la corrente di tunneling costante.

Note le caratteristiche del materiale piezoelettrico, il cambiamento nel voltaggio applicato si traduce immediatamente nel cambiamento della distanza.

n.b. Se sulla superficie sono presenti diverse specie chimiche, gli **HEIGHT data** non sono una rappresentazione diretta della topografia. Specie chimiche diverse possono avere infatti diverse correnti di tunneling a parità di bias applicati.

I **CURRENT data** sono una misura puntuale della corrente di tunneling (figura 9).

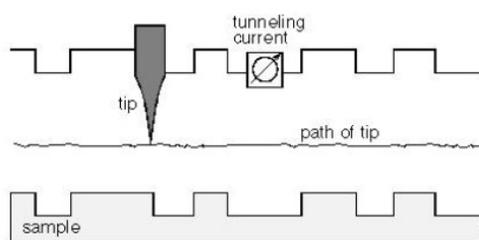


Figura 9

Perché la macchina operi effettivamente visualizzando gli **height data**, la punta deve essere forzata a stare molto vicina alla superficie del campione. L' $I_{gain}$  deve quindi essere massimizzato in modo tale da forzare la punta a stare in prossimità della superficie.

Al contrario si usano valori bassi di gain per raccogliere valori di corrente.

I **CURRENT data** sono migliori quando si vogliono visualizzare immagini su scala atomica. Questa modalità di lavoro non è consigliata per superfici poco piate poiché la punta potrebbe facilmente “**crashare**” nella superficie per valori di feedback troppo bassi.

Il parametro **Bias** controlla la grandezza e il segno del voltaggio applicato tra la punta e il campione.

Valori di bias compresi tra 20-100 mV sono tipici per campioni conduttori (range consentito -10 V-+10 V).

Valori positivi di Bias inducono un flusso negativo della corrente di tunneling (cioè gli elettroni scorrono dalla punta al campione) e viceversa (figura 10).

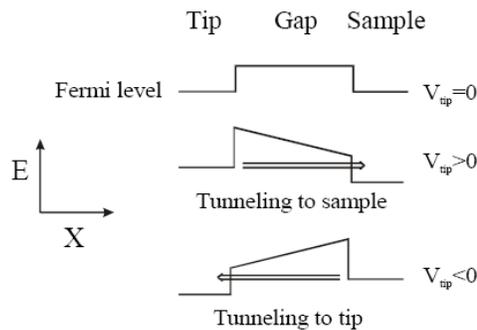


Figura 10

Valori di bias inferiori o uguali a 20 mV sono i migliori per la visualizzazioni di superfici con una conducibilità simile o migliore di quella della grafite.

Per scansioni più grandi di 0.5  $\mu\text{m}$  in alcuni casi può essere consigliato aumentare il voltaggio applicato di c.a. 50-100 mV rispetto a quello utilizzato per scansioni su piccola scala.

Quando si aumenta il bias è utile allontanare un po' la punta dal campione diminuendo un po' il valore di feedback.

Anche aumentare il valore del **setpoint** di corrente può essere utile per grandi scansioni.

### Imaging della grafite

Seguire la procedura precedentemente descritta per il taglio e il montaggio della punta.

I campioni di grafite hanno generalmente degli spessori dell'ordine di alcuni millimetri, per cui è conveniente attaccarli con del nastro bi-adesivo o con della colla direttamente sul disco metallico e successivamente contattare il campione con il piatto utilizzando della pasta d'argento.

Prima di iniziare la procedura d'imaging è necessario **sfogliare** la superficie della grafite in modo che sia perfettamente piatta e pulita.

Parametri per visualizzare bene una superficie di grafite:

Scan size	15*15 nm
V bias	0.02 V
I ref	2 nA
P <sub>gain</sub>	2-3%
I <sub>gain</sub>	0
D <sub>gain</sub>	0
Z-Z <sub>0</sub> gain	10 sempre

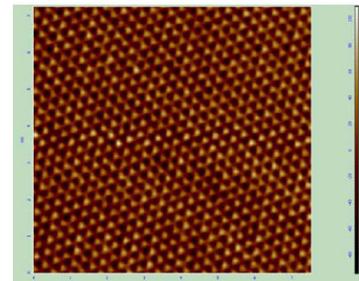


Immagine di una superficie di grafite

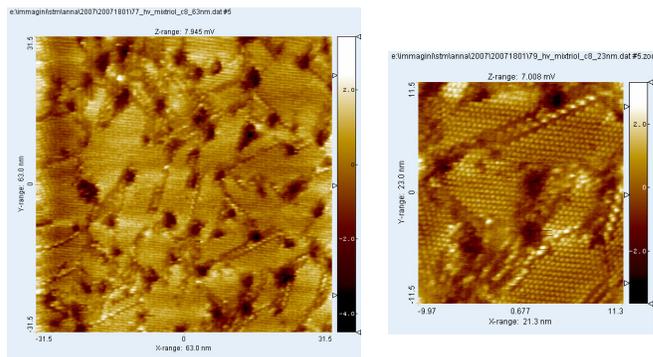
### Imaging di monolayer di tioli depositati su Au(111)

L'imaging di una superficie di grafite viene generalmente utilizzata per testare lo strumento quando lavora ad alte correnti. Operazioni routinarie dello stesso tipo si fa in regime di basse correnti su monolayer di tioli depositati su oro.

La procedura per la preparazione all'imaging è la stessa di quella riportata sopra.

Parametri per visualizzare un monolayer di tioli alchilici:

Scan size	15*15 nm
V bias	0.2 V
I ref	0.01 nA
P <sub>gain</sub>	8%
I <sub>gain</sub>	0
D <sub>gain</sub>	0



**Immagini di una monolayer di ottantiolo su Au(111)**

### Microscopia AFM

L'AFM sonda la superficie con una punta con un raggio terminale di meno di  $100 \text{ \AA}$ . La punta è collocata alla fine di un'asta (cantilever) lunga c.a.  $100 \mu\text{m}$  con una costante elastica che può raggiungere decine di N/m.

In figura 11 è riportato lo schema di funzionamento del microscopio AFM

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 photo-detector sensibile alla posizione. La leva, muovendosi sulla superficie, sposta la posizione del laser sul detector che riesce a rilevare fino a c.a.  $10 \text{ \AA}$  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.

La misura della deflessione del cantilever permette al computer di generare la mappa della topografia.

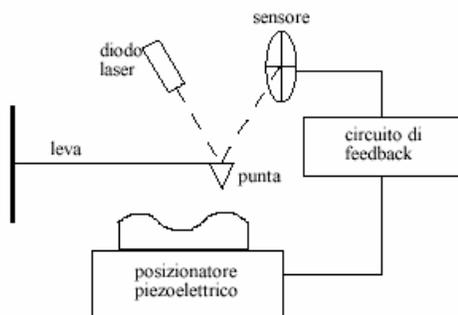


Figura 11

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:

### Forze a lungo raggio

In questo tipo di forza non solo l'apice, ma anche una parte della punta contribuirá alla forza totale. Si possono dividere in:

- 1) *Forze di van der Waals*: esistono tra ogni tipo di atomi o molecole e possono essere divise in tre gruppi principali: interazioni dipolo-dipolo, interazioni dipolo-dipolo indotto, interazione dipolo indotto - dipolo indotto. Le forze attrattive di van der Waals tra gli atomi sono proporzionali a  $1/r^6$  dove  $r$  è la distanza tra gli atomi. La presenza della superficie abbassa il valore dell'esponente tra 1 e 3 a seconda della forma della punta. Quindi le forze di van der Waals hanno un campo di azione che va da pochi ångström a varie centinaia di ångström. Possono essere utilizzate per misurare topografie con una risoluzione di pochi nanometri.
- 2) *Forze elettrostatiche*: Sono causate da semplici forze coulombiane. Hanno un range spaziale che va da 1 Å fino a centinaia di nanometri.
- 3) *Forze magnetiche*: si sfrutta su una punta ferromagnetica che sonda domini di un campione ferromagnetico. Le misure vengono compiute ad una distanza di poche centinaia di ångström, così da poter trascurare la maggior parte delle altre forze in quanto minime a queste distanze.
- 4) *Forze di capillarità*

### Forze a corto raggio

Si possono classificare in:

- 1) *Forze repulsive*: al contrario le forze repulsive sono a corto raggio e possono essere descritte da una legge di potenza inversa del tipo  $F = \text{const}/r^n$  con  $n > 8$ , o da una funzione esponenziale. Le forze repulsive interatomiche hanno due origini:
  - a) *repulsione tra nuclei*: la forte sovrapposizione di due nuvole elettroniche porta ad uno schermaggio parziale delle cariche nucleari; questo origina repulsioni coulombiane;
  - b) *repulsione di Pauli*: in accordo con il principio di esclusione di Pauli, due elettroni aventi lo stesso spin non possono occupare lo stesso spazio. Gli elettroni possono solamente sovrapporsi aumentando l'energia del sistema, e ciò porta ad una forza repulsiva. Queste forze ostacolano la penetrazione della punta nel campione, e forniscono una semplice spiegazione per la corrugazione atomica osservata, che deriva dalla variazione della densità di carica totale.
- 2) *Forze di legami covalenti*: sono originate dalla sovrapposizione delle funzioni d'onda di due o più atomi. L'energia totale sarà abbassata dall'energia di scambio che provoca una forza attrattiva. La caratteristica di questo tipo di legame è la concentrazione della densità di carica elettronica tra i due nuclei. La forza è a corto raggio, decresce anche in un allontanamento di pochi ångström.
- 3) *Adsorbimento fisico e chimico*: si possono creare legami tra la punta e il campione, che causano una forza attrattiva addizionale che varia su scala atomica.
- 4) *Adesione metallica*: deriva dalla presenza di interazione tra nuvole elettroniche largamente delocalizzate. Provoca interazioni attrattive forti che decrescono esponenzialmente con la distanza.
- 5) *Frizione*: durante la scansione essendo la punta non strettamente perpendicolare alla superficie, esiste una componente della forza di carico parallela alla superficie. Questa forza d'attrito tende a torcere la leva e poiché l'angolo di torsione dipende dal materiale di cui è fatta la superficie, la misura della torsione possiede una sensibilità.

In prima approssimazione quelle che si considerano sono le forze di Wan deer Waals e le forze repulsive.

Il loro contributo è basato sull'espressione del potenziale di Lennard-Jones :

$$\varepsilon(r) = -4\varepsilon_0 \left[ \left( \frac{\sigma}{r} \right)^6 - \left( \frac{\sigma}{r} \right)^{12} \right]$$

dove:

$\varepsilon_0/4$  è il valore del potenziale nel minimo

$\sigma$  è l'effettivo diametro molecolare

$r$  è la distanza interatomica

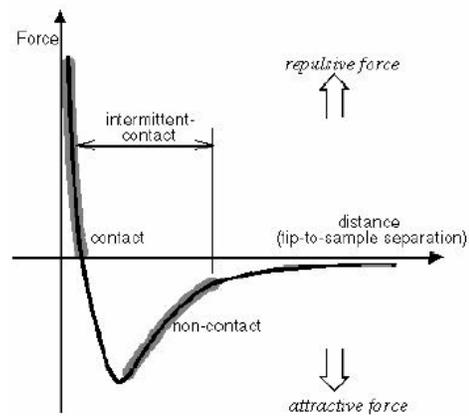


Figura 12 : Forza interatomica in funzione della distanza

In figura 9 è riportato il grafico relativo all'andamento della forza interatomica in funzione della distanza. Si distinguono due regimi di interazione: contatto e non contatto.

In *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).

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).

Esiste un terzo regime detto di *contatto intermittente* nel quale 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.

### Componenti principali AFM (APE research):

Unità di misura:

- testa di misura
- sistema di approccio e di scansione

Sistema di isolamento:

- tavolo anti\_vibrazione
- camera anti\_vibrazione

Sistema ottico:

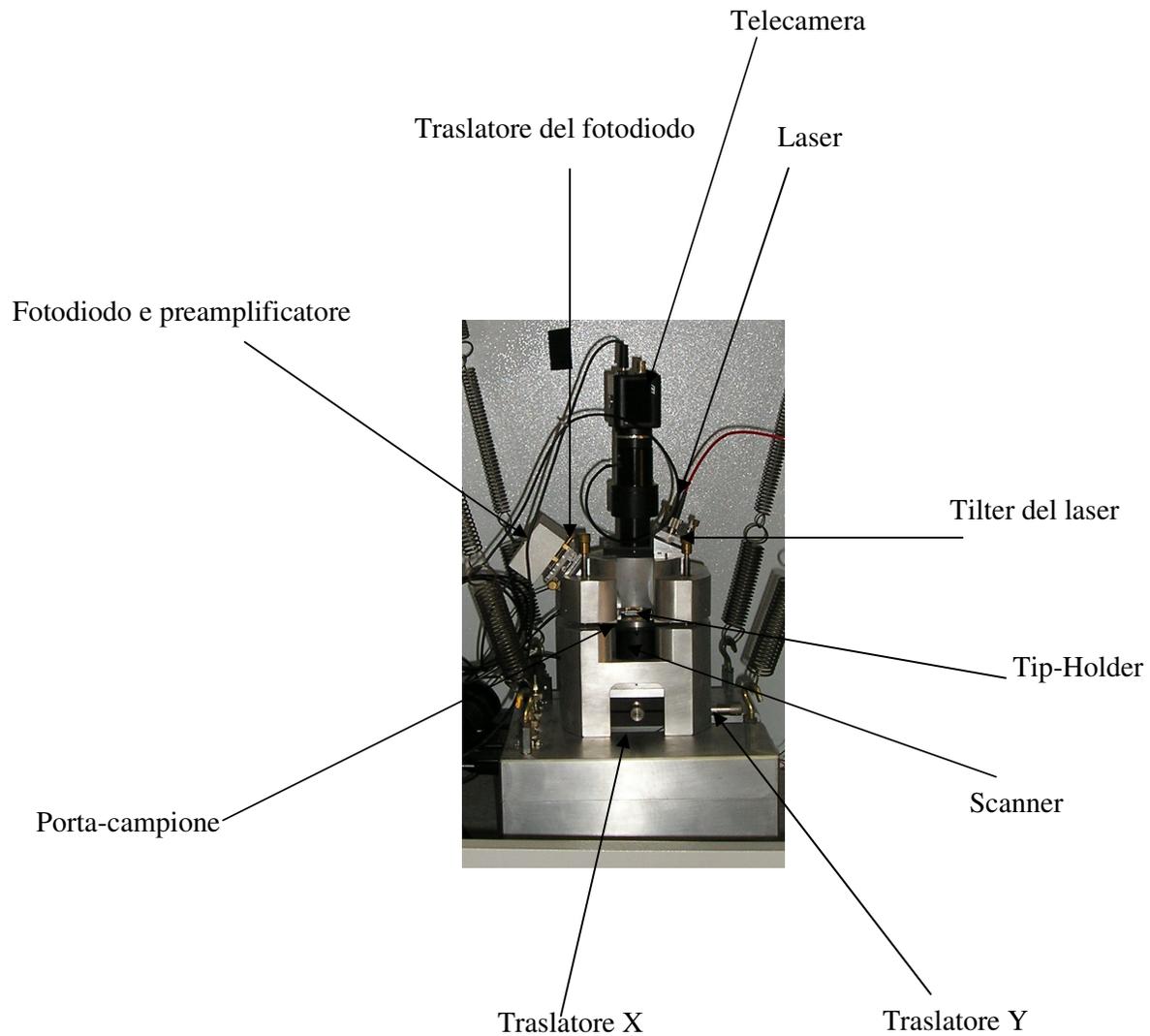
- telecamera

Sistema di controllo:

- unità di controllo

Modulo ad alta tensione

Personal computer



**AFM\_ APE-Research**

## **Acquisizione di un immagine**

### **-Preparazione del campione:**

Il campione viene attaccato utilizzando del **nastro** bi-adesivo su un disco metallico facendo in modo che non si formino bolle d'aria tra il disco e il nastro stesso.

Una volta montato il campione questo viene posizionato nel porta-campione sotto il tip-holder (immagine ?)

### -Montaggio della punta:

- Punta per AFM

In figura 10 sono riportate le due tipologie di punte generalmente più utilizzate per misure AFM.

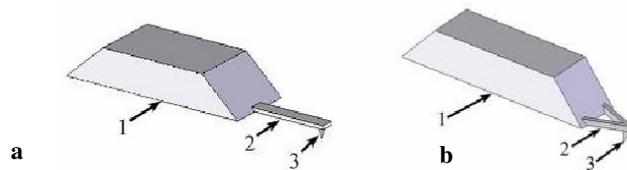


Figura 10

La leva che sostiene la punta può essere di forma “rettangolare” (a) o triangolare (b). La leva è fissata ad una base detta chip che permette di poter maneggiare la punta durante la fase di montaggio. Generalmente il materiale per la costruzione dei probe è il  $Si_3N_4$ . La lunghezza del cantilever modula la costante elastica del probe; la dimensione terminale del raggio della punta può arrivare ad avere dimensione inferiore a  $100 \text{ \AA}$ .

-Tip-Holder (porta\_punta):

In figura 11 è riportato il tip-holder in dotazione all'AFM (Ape Research).

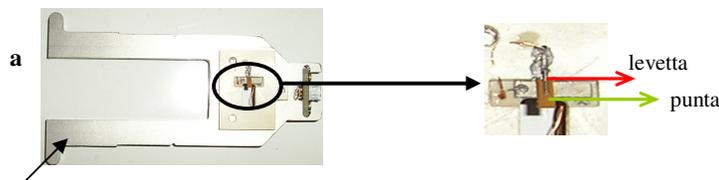


Figura 11

L'holder della punta è montato su un sostegno metallico (a). Mentre la punta viene inserita (maneggiandola con delle apposite pinzette) sotto una levetta che ne permette il posizionamento e il sostegno stabile.

Una volta montata la punta si rimette il tip-holder a posto facendo attenzione che il campione sia sufficientemente lontano dalla punta evitando così di romperla prima di iniziare una qualunque acquisizione.

### - Accensione della strumentazione

- 1) accensione del PC
- 2) Accensione della SPM control Unit
- 3) Accensione del Laser
- 4) Accensione del modulo di alta tensione

- 5) Avvio del software : AFM\_C\_Flexure.ini per lavorare in Contact mode  
AFM\_NC\_Flexure.ini per lavorare in Non Contact mode
- 6) accensione telecamera e TV

## **MODALITA AFM CONTATTO**

Una volta lanciato il software aprire la finestra Cantilever Setting

### **- Allineamento del Laser**

- 1) Fare incidere il fascio laser sul cantilever operando sul tilter del laser.

Per fare questo è utile l'utilizzo del microscopio ottico che permette la visualizzazione della posizione del fascio, e il valore di Focus che viene visualizzato sulla finestra Cantilever Setting. Si è nelle condizioni più o meno ottimali quando il valore di Focus è c.a. pari a 1V.

- 2) Centrare il fascio riflesso sul fotodiodo operando sul traslatore del fotodiodo  
Sulla finestra cantilever setting è visualizzata la posizione dello spot rispetto al centro del fotodiodo e i valori di deflessione orizzontale e verticali. Il laser si può dire essere ben centrato quando l'Horizontal e il Vertical Def hanno un valore compreso tra 0 e 0.5.

- 3) Una volta effettuato l'allineamento bisogna acquisire la tensione in uscita con la levetta a riposo:
  - Tip Vibration/ STOP
  - V free

- 4) Impostare la forza che si desidera imporre alla levetta nella casella Force (nN) generalmente compresa tra 1 e 5 nN e premere Update. Premendo Update si imposta la tensione di riferimento per il feedback del sistema che garantisce di mantenere costante la forza impostata.

- 5) Verificare a questo punto che la manopola sulla SPM control unit sia impostata su remote e selezionare da software lo stato dell'uscita del modulo di amplificazione, il quale può essere in alta tensione (XY;Z high voltage ON), in bassa tensione (XY;Z low voltage ON) o spento OFF.

In particolare a seconda del modulo di amplificazione scelto questo strumento può lavorare in due diversi range di scansione massimi:

X= 50 micron, Y= 50 micron e Z = 6 micron in high voltage e X= 5 micron, Y=5 micron e Z= 0.6 micron il low voltage.

Quindi a seconda delle necessità operative selezionare XY;Z high voltage ON o XY;Z low voltage ON.

Solo se si lavora in HV è possibile attivare dei sensori capacitivi che permettono movimenti più precisi dello scanner.

Per attivarli mettere su ON i "tasti" SERVO 1 e SERVO 2 posti dietro il generatore di tensione.

- 6) aprire le finestre relative a:
  - oscilloscopio
  - approccio
  - feedback

- 7) Controllare che il sistema di feedback sia attivo (TURN ON)
- 8) Regolare il parametro integrativo (utilizzando il controllo I sulla finestra di feedback) ad un valore sufficientemente alto (10 %)
- 9) Lanciare l'approccio dalla finestra approach (avendo prima avvicinato sufficientemente con il motore il campione e la punta)
- 10) Una volta raggiunta l'interazione regolare i parametri di acquisizione dalla finestra di raster.

## MODALITA AFM NON-CONTATTO

Una volta lanciato il software aprire la finestra Cantilever Setting

### - Allineamento del Laser

Per l'allineamento del fascio si deve tenere in considerazione che questa modalità implica l'oscillazione forzata della leva, quindi potrebbe essere necessario bloccare l'oscillazione per eseguire correttamente l'operazione.

All'avvio del software la leva è ferma, quindi, perché la punta oscilla è necessario impostare l'ampiezza di eccitazione ad un valore diverso da zero utilizzando la manopola di Dith (dithering) posta sul frontale della SPM control unit.

- 1) massimizzare il focus come visto prima per le misure in contatto

- 2) centrare il fascio riflesso sul fotodiodo operando sul traslatore del fotodiodo

Sulla finestra cantilever setting è visualizzata: la posizione dello spot rispetto al centro del fotodiodo; il valore di deflessione orizzontale o verticale a seconda di quello selezionato; il valore dell'ampiezza di oscillazione (impostata)

Per centrare il fascio:

- fermare l'oscillazione: stop tip vibration
- visualizzare il valore di deflessione verticale: Alignment / vertical
- allineare ( $0 < \text{Vertical Def} < 0.5$ )
- Fare ripartire l'oscillazione (GO vibration) e controllare l'ampiezza
- fermare l'oscillazione: stop tip vibration
- visualizzare il valore di deflessione Orizzontale: Alignment / Orizortal
- allineare ( $0 < \text{Orizortal Def} < 0.5$ )

- 3) Aprire la finestra di resonance search

- 4) Cliccare su File / setup/ general e impostare gli estremi dei valori di frequenza sui quali applicare il processo di search ( che si scelgono in base ai valori di frequenza di lavoro del tipo di punte utilizzate)

- 5) Dalla finestra di resonance search lanciare l'operazione di search.

L'azione di search implica l'eccitazione meccanica del cantilever con un segnale a frequenza variabile tra un massimo ed un minimo ed il disegno della curva di risposta in ampiezza.

Contemporaneamente vengono visualizzati i valori della frequenza di risonanza e il Q factor.

*n.b. Il **Q factor** è il valore del fattore  $Q$  della risonanza calcolato alla fine della ricerca. Questo valore viene calcolato come radice quadrata della frequenza per cui si ha la risonanza, divisa*

*per l'intervallo di frequenza a cui corrispondono i valori di tensione pari alla metà di quello alla frequenza di risonanza. Valori ottimali di Q factor sono compresi tra 400 e 700.*

- 6) Cliccare su Graph analysis / cursor e selezionare la frequenza a sx del picco per lavorare in tapping mode o a dx per lavorare in non contatto (Amplitude di lavoro compresa tra 0.5 e 2 V)
- 7) Cliccare su Update resonance
- 8) Cliccare su Update
- 9) Verificare a questo punto che la manopola sulla SPM control unit sia impostata su remote e selezionare da software lo stato dell'uscita del modulo di amplificazione, alta tensione XY;Z high voltage ON o in bassa tensione (XY;Z low voltage ON).
- 10) Aiutandosi con la telecamera avvicinare sufficientemente la punta al campione e lanciare l'approccio
- 11) Una volta raggiunta l'interazione regolare i parametri di acquisizione dalla finestra di raster

### **MODALITA AFM :TAPPING**

Per operare in modalità tapping è necessario impostare il sistema in modalità AFM-NC. Le successive operazioni da compiere sono analoghe a quelle riportate per la modalità non contatto. In questo caso però è necessario impostare la una frequenza di oscillazione per la punta più bassa di quella di risonanza (utilizzando la finestra Resonance search).

Inoltre per lavorare in tapping mode è preferibile utilizzare delle levette piuttosto rigide e applicare un robusto segnale di eccitazione regolando il controllo Dith a livello più alto di quello utilizzato in modalità non contatto.