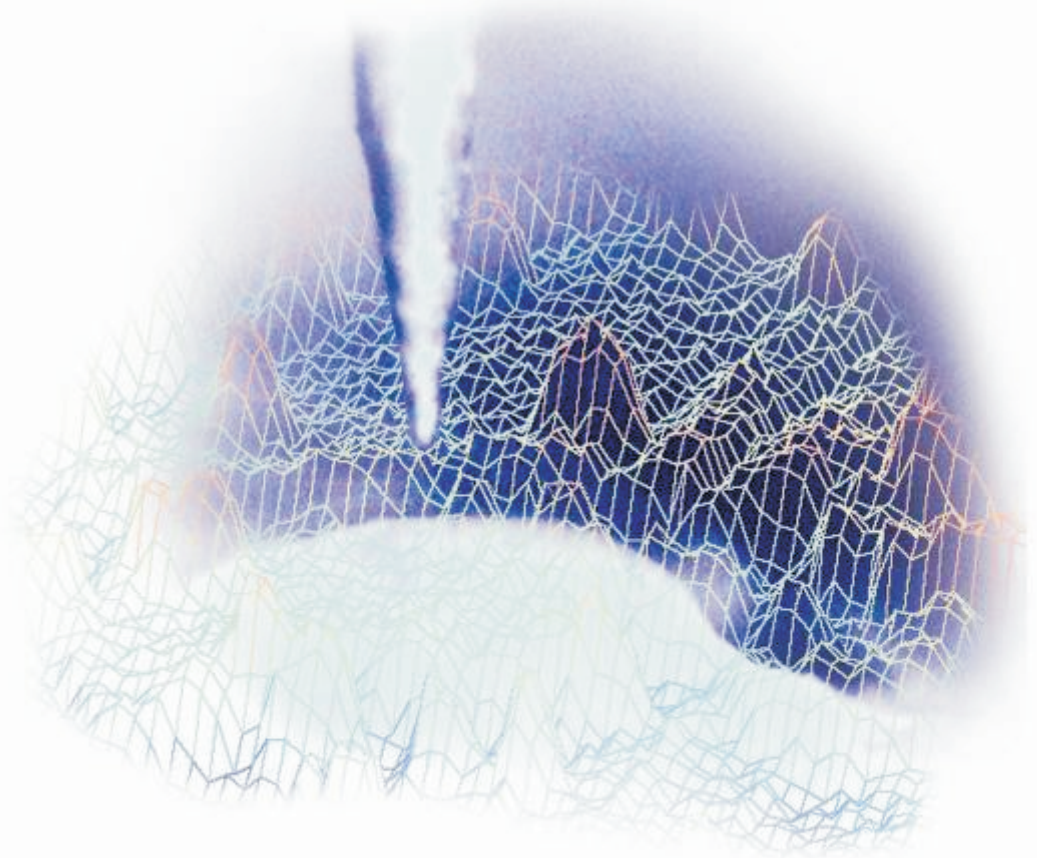


**Victor L. Mironov**

**Libro di testo per studenti  
di primo livello universitario**

# **Fondamenti di microscopia a scansione di sonda**



ACCADEMIA RUSSA DELLE SCIENZE  
ISTITUTO PER LA FISICA DELLE  
MICROSTRUTTURE  
Tradotto dalla versione inglese del 2004

Victor L. Mironov

Libro di testo per studenti  
di primo livello universitario

---

---

# **Fondamenti di microscopia a scansione di sonda**

ACCADEMIA RUSSA DELLE SCIENZE  
ISTITUTO PER LA FISICA DELLE MICROSTRUTTURE

Tradotto dalla versione inglese del 2004

Victor L. Mironov: Fondamenti di microscopia a scansione di sonda

ACCADEMIA RUSSA DELLE SCIENZE  
ISTITUTO DI FISICA DELLE MICROSTRUTTURE Nizhniy Novgorod

Traduzione dalla versione inglese a cura di Giacomo Torzo

### Riassunto

Questo è un libro di testo che descrive una delle più moderne tecniche di analisi nella scienza delle superfici: la microscopia a scansione di sonda (Scanning Probe Microscopy SPM). Il testo descrive i tipi fondamentali di SPM: il microscopio ad effetto tunnel (Scanning Tunneling Microscopy STM), il microscopio a forza atomica (Atomic Force Microscopy AFM), a forza elettrica (Electric Force Microscopy EFM), a forza magnetica (Magnetic Force Microscopy MFM), e il microscopio ottico a scansione in campo vicino (Scanning Near-field Optical Microscopy SNOM), tutti strumenti che hanno trovato vastissima applicazione nella ricerca scientifica.

© 2004, NT-MDT

All right reserved

---

## RIFERIMENTI

- 1. D.Sarid - "Scanning Force Microscopy: With A Forces", Publisher: Oxford Univ. Pr., 1994
- 2. R.Wiesendanger - "Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Methods and Applications", Publisher: Cambridge Univ. Pr., 1995.
- 3. D. Sarid - "Exploring scanning probe microscopy with "Mathematica"", John Wiley& Sons, Inc., New York, 1997, 262 p.
- 4. "Scanning Probe Microscopy: Analytical Met Editor: R.Wiesendanger, Publisher: Springer , Verlag,, 1998
- 5. M.Paesler, P.Moyer - "Near-field Optics: Theory, Instrumentation and Applications" Publisher: John Wiley & Sons Inc, 1996.
- 6. "Advances in Scanning Probe Microscopy" (Editors: T.Sakurai, Y.Watanabe)Publisher: Springer Verlag, 2000.
- 7. D.A.Bonnell - "Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy" Publisher: John Wiley & Sons Inc., 2001
- 8. E.Meyer, H.Hug, R.Bennewitz - "Scanning Probe Microscopy: The Lab on a Tip" Publisher: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K, 2003.
- 9. K.S.Birdi - "Scanning Probe Microscopes: Applications in Science and Technology"Publisher: CRC Press, 2003
- 10. D.Courjon - "Near Field Microscopy and Near Field Optics"Publisher: Imperial College Press, 2003
- 11. B.Bhushan, H.Fuchs, S.Hosaka (eds.) - "Applied Scanning Probe Methods (Nanoscience and Technology)" Publisher: Springer Verlag; 2004
- 12 "Atomic Force Microscopy: Biomedical Methods and Applications (Methods in Molecular Biology) - Detailed methods for investigating biological structure" Editors: Pier Carlo Braga & Davide Ricci Publisher: Humana Press; 2004
- 13. "Springer Handbook of Nanotechnology" (Editor: B.Bhushan) Publisher: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K, 2004
- 14. G.Binnig, H.Rohrer - Scanning tunneling microscopy. // Helvol. Phys. Acta, vol. 55, # 6, p. 726 – 735 (1982).
- 15. G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel - Tunneling through a controllable vacuum gap. // Appl. Phys. Lett., vol. 40, p. 178 (1982).
- 16. "Ultrasound. The small encyclopedia". (Edited by I. P. Goljamina) // M.: "Sovetskaya entsiklopediya", 1979, 400 p.
- 17. P.M. Williams, K.M. Shakesheff et al. – Blind reconstruction of scanning probe image data. // J. Vac. Sci. Technol. B 14 (2) p. 1557-1562 (1996).
- 18. A.A. Buharaev, N.V. Berdunov, D.V. Ovchinnikov, K.M.Salihov – "SFM metrology of micro- and nano-structures". // Mikroelektronika ("Microelectronics"), vol. 26, # 3, p. 163-175 (1997).
- 19. D.I. Blohintsev – "Fundamentals of quantum mechanics", Moscow, Nauka, 1983.

---

## Premessa

Questo libro di testo trae origine dagli appunti per le lezioni tenute dall'autore negli anni 2002 – 2003 a studenti dei corsi di laurea “*Radio-physical*” e “*High school of general and applied physics*” presso l'Università Statale di Nizhniy Novgorod. Il motivo che mi ha spinto a dare a questi appunti la forma di un libro di testo è che, a dispetto della vasta letteratura oggi disponibile [1-13] su questa tematica, al momento della stesura risultava praticamente assente un manuale didattico sulla metodologia SPM.

Questo libro è stato scritto abbastanza in fretta (in due mesi) su richiesta di una industria, la "NT-MDT" con sede in Zelenograd, che produce vari modelli di SPM adatti alla ricerca scientifica ed un modello speciale progettato per uso didattico, e quindi sono certo che esso presenti difetti. Sarò grato a chiunque vorrà segnalarmi errori, imprecisioni e altri tipi di difetti.

La stesura di questo testo, per certi aspetti, si è ispirata a S.V.Gaponov – direttore dell'Istituto di fisica delle microstrutture della Accademia delle Scienze Russa. Esprimo gratitudine a D.G.Volgunov, S.A.Treskov e O.G.Udalov per molte utili discussioni; a mia moglie G.V.Mironova, per l'accurata revisione del manoscritto; a V.N.Rjabokon ("NT-MDT") per i suoi utili suggerimenti nella stesura della versione russa del testo e al dr. G. Torzo (Dirigente di Ricerca presso ICIS-CNR, Padova) per l'accurata revisione della versione inglese. Esprimo inoltre sincera gratitudine alla compagnia "NT-MDT", in modo particolare a V.A.Bykov, V.V. Kotov e A.V.Bykov, per il loro aiuto che ha reso possibile la produzione del libro.

V.L.Mironov

## Introduzione

La microscopia a scansione di sonda (SPM) è una delle potenti tecniche di ricerca che permettono di studiare la morfologia e le proprietà locali dei corpi solidi con alta risoluzione spaziale. Negli ultimi 10 anni la microscopia a scansione di sonda si è trasformata da una tecnica esotica, accessibile solo a pochi gruppi di ricerca, in uno strumento di indagine delle superfici a disposizione di un vastissimo numero di ricercatori. Attualmente quasi ogni ricerca in fisica delle superfici e nella tecnologia dei film sottili fa uso delle tecniche SPM. La microscopia a scansione di sonda ha poi gettato le basi per lo sviluppo di nuovi metodi in nanotecnologia, la tecnologia dedicata alla creazione di strutture su scala nanometrica.

Il microscopio a scansione ad effetto tunnel (STM) è stato il primo nella famiglia degli SPM; esso fu inventato nel 1981 dagli scienziati svizzeri Gerd Binnig e Heinrich Rohrer [[14](#), [15](#)], il cui lavoro dimostrò che l'STM è uno strumento semplice ed efficace per investigare una superficie con risoluzione spaziale spinta fino alle dimensioni atomiche. L'importanza della loro tecnica venne compresa appieno quando essa rese "visibile" la struttura atomica di alcune superfici, in particolare la superficie ricostruita del silicio monocristallino. Nel 1986, G.Binnig e H.Rohrer vennero insigniti del premio Nobel in fisica per l'invenzione dell'STM.

Dopo il microscopio ad effetto tunnel, in poco tempo, nacquero il microscopio a forza atomica (AFM), quello a forza magnetica (MFM), quello a forza elettrica (EFM), il microscopio ottico a scansione in campo vicino (SNOM) e molti altri dispositivi con principi di funzionamento analoghi. Oggi la microscopia a scansione di sonda è divenuta un settore di tecnologia e di ricerca applicata in rapida e continua espansione.

# 1. La tecnica SPM

## 1.1. Principio di funzionamento degli strumenti SPM

L'analisi di una microstruttura superficiale e delle sue proprietà locali avviene in un microscopio a scansione di sonda utilizzando speciali sonde appuntite a forma di ago. La dimensione della porzione della sonda che si utilizza nella analisi (l'apice della punta) è di circa 10 nanometri. La distanza tipica tra punta e campione negli SPM è circa 0.1 – 10 nanometri. I diversi tipi di SPM sfruttano diversi tipi di interazione tra punta e campione. Per esempio l'STM si basa sul fenomeno della corrente di tunnel tra una punta metallica e un campione conduttore; e su diversi tipi di forza si basa il funzionamento dei microscopi a forza atomica, a forza magnetica e a forza elettrica. Qui prendiamo in considerazione le caratteristiche comuni ai vari tipi di microscopi a scansione, supponendo che l'interazione punta campione sia descritta da un generico parametro  $P$ .

Se esiste una dipendenza univoca, e abbastanza ripida,  $P = P(z)$  di tale parametro dalla distanza  $z$  tra punta e superficie del campione allora  $P$  può essere usato nel sistema di retroazione (FS) che controlla la distanza punta-campione. Un diagramma a blocchi del sistema di retroazione in un SPM è schematizzato in Fig. 1.

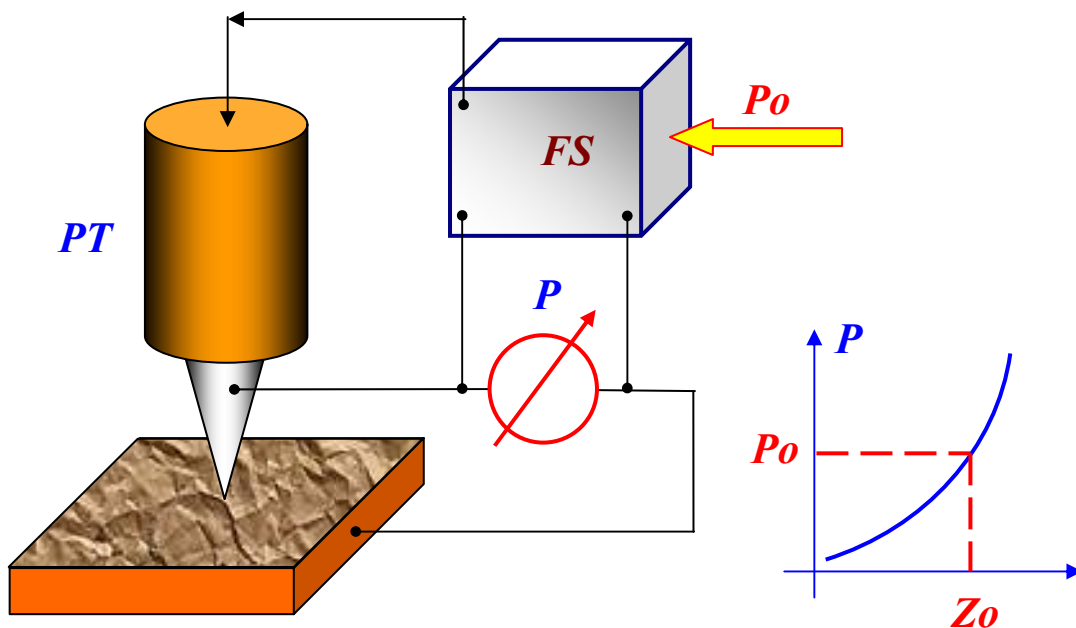


Fig. 1. Diagramma a blocchi del sistema di retroazione in un SPM

Il sistema di retroazione mantiene costante il valore del parametro  $P$  (uguale al valore  $P_0$ , impostato dall'operatore). Se la distanza punta-campione cambia, cambia il parametro  $P$ . Nel sistema di retroazione il segnale differenziale ( $\Delta P = P - P_0$ ) viene amplificato ed inviato ad un trasduttore piezoelettrico (PT) che controlla la distanza punta-campione. Il trasduttore usa il segnale  $\Delta P$  per cambiare la distanza e riportarla verso il valore iniziale, corrispondente ad un segnale differenziale nullo. In tal modo è possibile controllare la distanza punta-campione con grande accuratezza. In SPM reali l'accuratezza nel controllo della distanza punta-campione raggiunge il valore  $\sim 0.01 \text{ \AA}$ . Quando la punta scansiona la superficie del campione la particolare topografia della superficie del

campione provoca una variazione nel parametro di interazione  $P$ , e il sistema di retroazione ristabilisce il valore impostato della distanza punta-campione (ovvero del parametro di interazione  $P=P_0$ ) in tempo reale, cosicché quando la punta si sposta su una posizione  $x,y$  sulla superficie, il segnale  $V(x,y)$  fornito al trasduttore è proporzionale alla distanza della superficie dal piano ideale  $X,Y(z=0)$ . Questo rende possibile usare i valori  $V(x,y)$  per mappare la topografia superficiale, ed ottenere una immagine SPM. Durante la scansione la punta si muove lungo una linea (*line scan*) e, per ogni posizione sulla linea, il valore del segnale fornito al trasduttore, proporzionale al valore dell'altezza nella topografia della superficie, viene registrato nella memoria di un computer. Successivamente la punta torna all'inizio della linea ed inizia a muoversi lungo la successiva linea di scansione (*frame scan*), ed il processo si ripete. Il segnale di retroazione memorizzato durante la scansione viene manipolato dal computer, che ne ricava una immagine topografica  $Z = f(x, y)$  che viene riprodotta sul monitor. Oltre alla analisi topografica della superficie i microscopi a scansione permettono analisi di altre proprietà: meccaniche, elettriche, magnetiche, ottiche.

## 1.2. Dispositivi di scansione (scanners)

Per consentire il funzionamento di un SPM è necessario poter controllare la distanza punta-campione e spostare la punta sopra il campione con grande accuratezza (a livello di frazioni di Angstrom). Questo problema è risolto con l'utilizzo di speciali trasduttori, o dispositivi di scansione (scanners). Lo scanner di un microscopio è fatto di materiale piezoelettrico. I materiali piezoelettrici cambiano dimensioni quando sottoposti a campo elettrico. L'equazione che definisce l'effetto piezoelettrico inverso è:

$$u_{ij} = d_{ijk} E_k,$$

dove  $u_{ij}$  è il tensore deformazione,  $E_k$  le componenti del campo elettrico,  $d_{ijk}$  le componenti del tensore piezoelettrico. I coefficienti piezoelettrici sono definiti dal tipo di simmetria del cristallo.

Trasduttori costituiti da piezoceramiche sono comunemente usati in varie applicazioni. La piezoceramica è materiale policristallino polarizzato ottenuto per sinterizzazione da polveri di cristalli ferroelettrici. La polarizzazione delle ceramiche si ottiene come segue. Si scalda la ceramica sopra la sua temperatura di Curie  $T_c$  (normalmente  $T_c < 300^\circ\text{C}$ ), e poi la si raffredda lentamente mantenendola in un forte campo elettrico (circa 3 kV/cm). Raffreddata sotto  $T_c$ , la piezoceramica mantiene la polarizzazione indotta ed acquista la proprietà di cambiare le sue dimensioni (aumentandole o riducendole a seconda della mutua direzione del vettore polarizzazione e del vettore campo elettrico applicato). Le caratteristiche dei materiali piezoceramici utilizzati in applicazioni tecniche si possono trovare in letteratura [16]. Il tensore piezoelettrico per le piezoceramiche ha solo tre coefficienti diversi da zero:  $d_{33}$ ,  $d_{31}$ ,  $d_{15}$ , che descrivono rispettivamente le deformazioni longitudinali, trasversali (rispetto al vettore the polarizzazione) e di taglio. Consideriamo ad esempio una piastra piezoceramica (Fig. 2) in un campo elettrico esterno. Sia  $\vec{P}$  il vettore polarizzazione ed  $\vec{E}$  il vettore campo elettrico applicato, entrambi diretti lungo l'asse X. Allora, posto  $d_{||} = d_{33}$  e  $d_{\perp} = d_{31}$ , otteniamo che la deformazione della piezoceramica nella direzione parallela al campo è  $u_{xx} = d_{||} E_x$ , e nella direzione perpendicolare al campo è  $u_{rr} = d_{\perp} E_x$ .



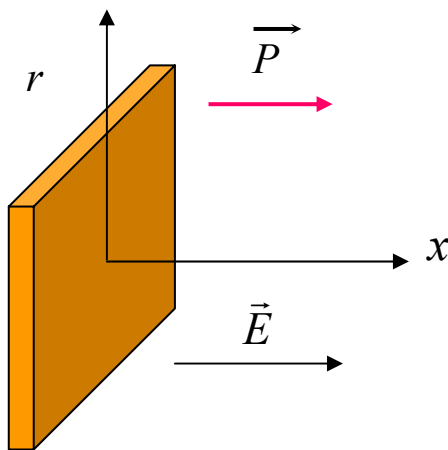


Fig. 2. Piastra piezoceramica in un campo elettrico esterno

Anche piezoelementi tubolari (Fig. 3) sono spesso usati in SPM. Essi permettono di ottenere movimenti abbastanza ampi con tensioni di controllo relativamente piccole. I piezoelementi tubolari sono cilindri cavi a pareti sottili, con elettrodi (sottili strati metallici) depositati sulle superfici esterna ed interna, che lasciano scoperta la superficie di bordo.



Fig. 3. Piezoelemento tubolare

Per effetto di una differenza di potenziale elettrico applicata tra elettrodo esterno ed interno il tubo cambia la sua lunghezza. La deformazione relativa longitudinale dovuta al campo radiale può essere scritta come:

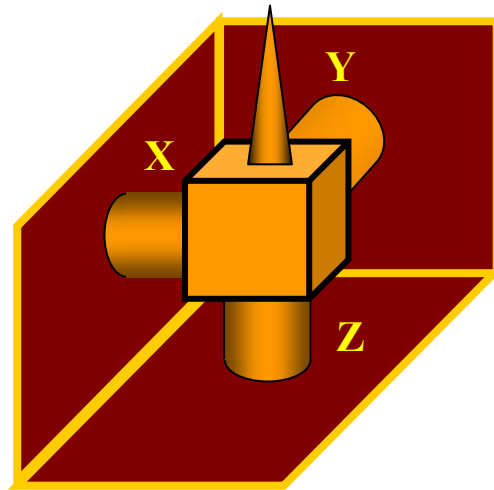
$$u_{xx} = \frac{\Delta x}{l_0} = d_{\perp} E_r,$$

dove  $l_0$  è la lunghezza del tubo in assenza di campo. L'allungamento assoluto del tubo in funzione della differenza di potenziale  $V$  tra i due elettrodi e dello spessore  $h$  delle pareti del tubo è :

$$\Delta x = d_{\perp} \frac{l_0}{h} V,$$

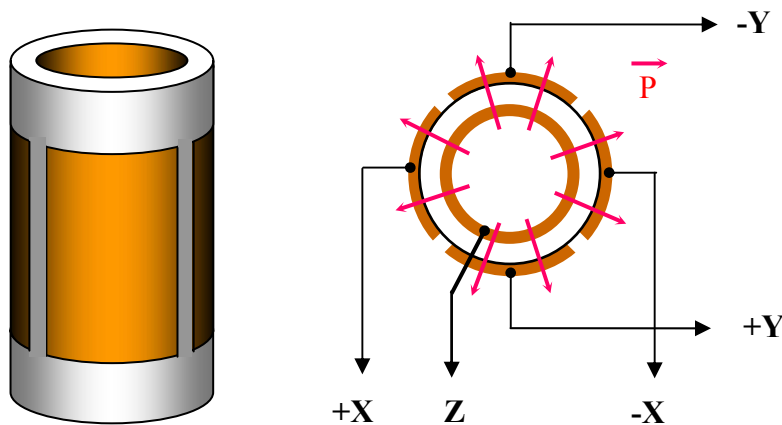
Ovvero, a parità di potenziale applicato, l'allungamento sarà maggiore per tubi lunghi e sottili.

Un sistema costituito da tre tubi accoppiati (Fig. 4) permette di ottenere movimenti precisi in tre direzioni mutuamente perpendicolari. Un sistema di questo tipo è detto tripode scanner..



**Fig. 4. Uno scanner a tripode, costituito da 3 tubi piezoceramici**

Gli svantaggi di questo tipo di scanner sono la complessità di costruzione e la forte asimmetria della struttura. Negli SMP moderni lo scanner è quasi sempre costituito da un singolo elemento tubolare con la struttura e l'arrangiamento degli elettrodi mostrato in Fig. 5. Il vettore polarizzazione è diretto radialmente.



**Fig. 5. Struttura di uno scanner tubolare**

C'è un singolo elettrodo interno mentre l'elettrodo esterno è diviso in quattro settori. Quando si applica una tensione bipolare (+V-V, riferita all'elettrodo interno) a due settori opposti dell'elettrodo esterno parte del tubo si accorcia (ove la direzione del campo elettrico coincide con la direzione della polarizzazione) e parte si allunga (ove campo e polarizzazione hanno direzioni opposte). Ciò fa curvare il tubo, consentendo di ottenere una scansione nel piano X,Y. Cambiando il potenziale dell'elettrodo interno rispetto a tutti i settori dell'elettrodo esterno si produce un accorciamento o allungamento del tubo lungo l'asse Z. In tal modo un singolo piezotubo consente di muovere il campione lungo i tre assi cartesiani. Gli scanner commerciali spesso hanno una struttura anche più complessa, ma il principio di funzionamento è lo stesso.

Un altro tipo di scanner frequentemente usato è quello basato su piezo accoppiati (celle bimorfiche) che funzionano in modo simile a quello delle lamine bimetalliche. Una cella bimorfica è fatta di due piastre piezoelettriche con polarizzazione opposta incollate come in Fig. 6. Se si applica una

tensione elettrica come illustrato in Fig. 6, una delle piastre si espande e l'altra si contrae, producendo una curvatura dell'intero elemento. Nelle celle bimorfiche commerciali di solito la tensione viene applicata tra gli elettrodi esterni ed un elettrodo interno comune.

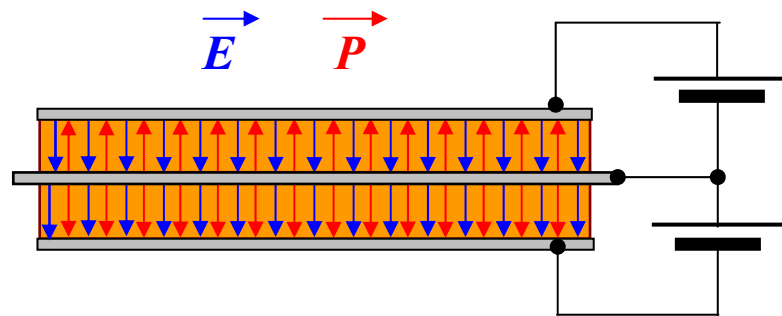


Fig. 6. Struttura di una cella bimorfica

Gli scanner costruiti con celle bimorfiche sfruttano la curvatura di tre elementi montati come in Fig. 7, per realizzare un sistema a tripode.

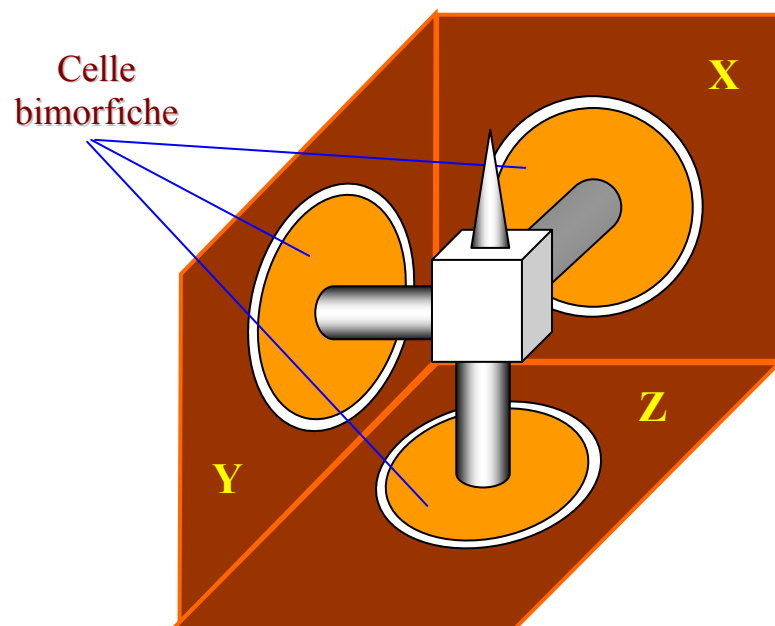
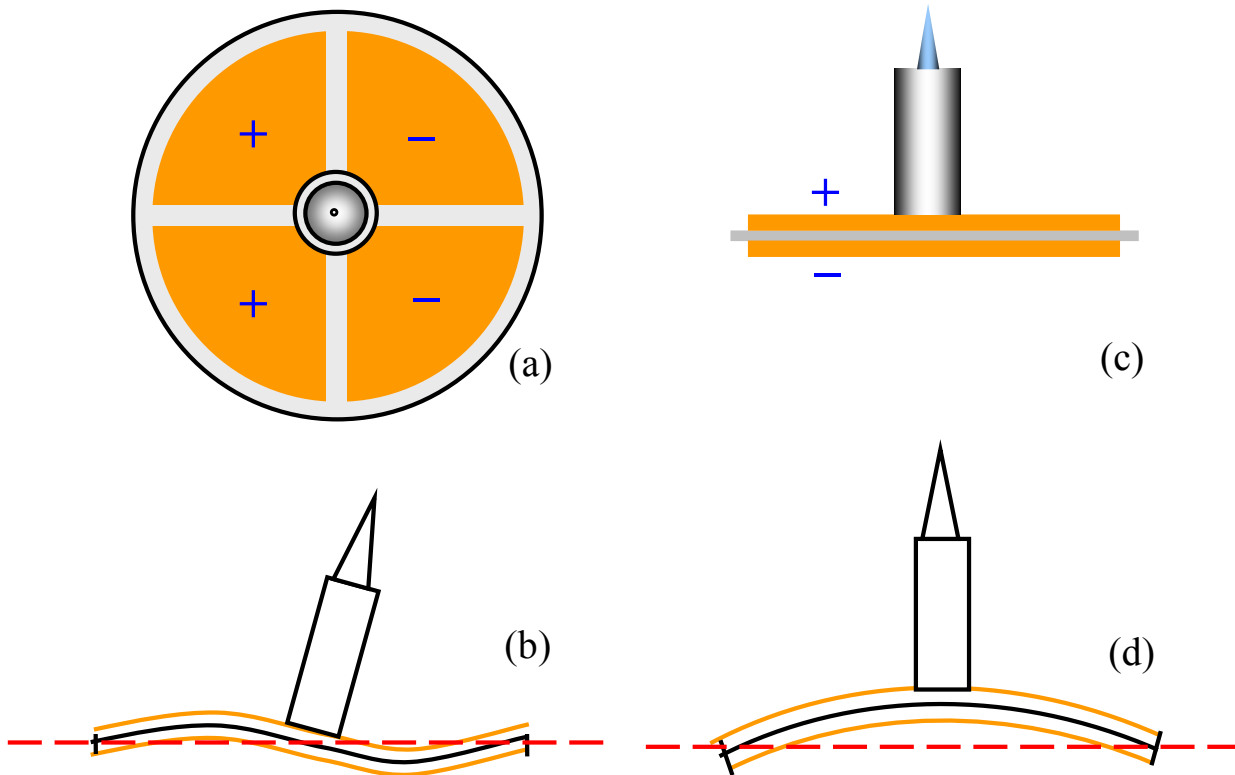


Fig. 7. Scanner 3D costruito con 3 celle bimorfiche

Se gli elettrodi esterni di una cella bimorfica sono divisi in 4 settori, allora è possibile muovere uno stelo (che per esempio può portare una punta) sia lungo l'asse Z che nel piano X, Y (Fig. 8).



**Fig. 8. Rappresentazione schematica del funzionamento di uno scanner a cella bimorfica**

Se si applica una tensione bipolare a settori opposti degli elettrodi esterni di una cella bimorfica, essa si deforma in modo da flettere lo stelo, muovendo la punta nel piano X,Y come in Fig. 8 (a, b). Se invece la tensione viene applicata all'elettrodo interno rispetto a tutti i settori esterni, la flessione della cella muove lo stelo lungo l'asse Z come in Fig. 8 (c, d).

**Nonlinearità delle piezoceramiche**

Il comportamento delle piezoceramiche reali si discosta da quello fino ad ora descritto, ad esempio le deformazioni non sono mai esattamente proporzionali al campo applicato. Ad esempio, la dipendenza dell'allungamento di un piezotubo reale (spostamento dell'estremo libero lungo l'asse Z) è descritta schematicamente in Fig. 9. In generale (specialmente per valori alti del campo elettrico applicato) le piezoceramiche sono caratterizzate da una dipendenza non-lineare della deformazione dal campo (ovvero dalla tensione di controllo). La deformazione è funzione complessa del campo elettrico:

$$u_{ij} = u_{ij}(\vec{E}),$$

che per piccoli valori del campo può essere approssimata da una funzione polinomiale:

$$u_{ij} = d_{ijk} E_k + \alpha_{ijkl} E_k E_l + \dots,$$

dove  $d_{ijk}$  e  $\alpha_{ijkl}$  sono i coefficienti piezoelettrici di primo e secondo grado, rispettivamente.

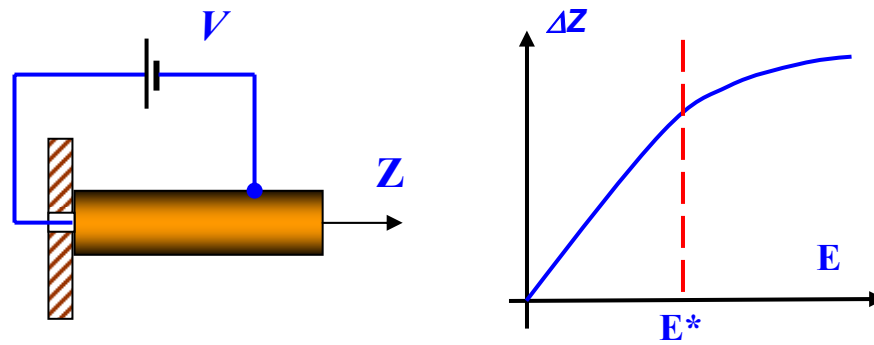


Fig. 9. Rappresentazione schematica della dipendenza dello spostamento dall'intensità del campo applicato

Valori tipici  $E^*$  del campo a cui gli effetti di non-linearità non possono più essere trascurati sono attorno a 100 V/mm. Per questa ragione nei dispositivi di scansione i campi applicati sono di solito contenuti ( $E < E^*$ ).

### Il fenomeno del creep nelle piezoceramiche

Un altro difetto delle piezoceramiche è il cosiddetto *creep*, un ritardo nella risposta ad un improvviso cambiamento nella tensione di controllo. In Fig. 10 sono schematizzati i grafici temporali della tensione di controllo e dei corrispondenti spostamenti dello scanner lungo l'asse Z e nel piano X, Y.

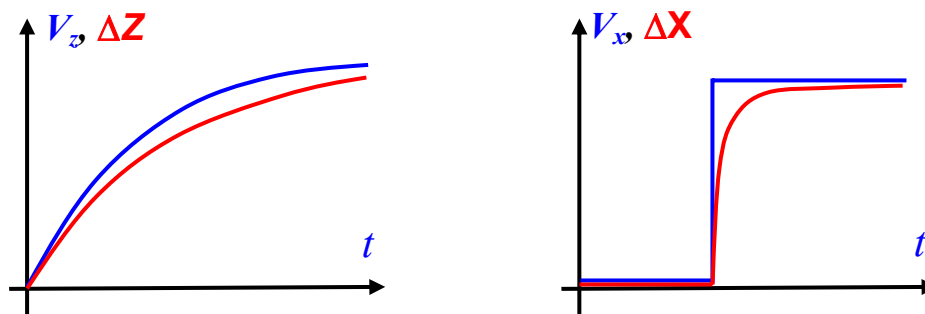
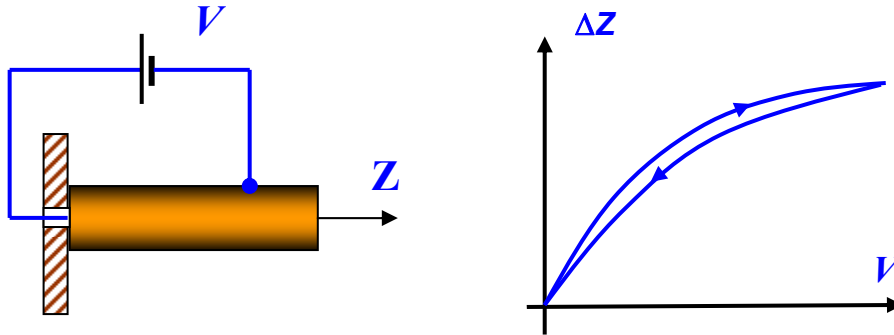


Fig. 10. Grafici temporali della tensione di controllo (linee blu) e dei corrispondenti spostamenti dello scanner lungo l'asse Z e l'asse X (linee rosse)

Il *creep* produce una distorsione nelle immagini SPM. In particolare, l'effetto è notevole all'inizio del processo di scansione e dopo grandi spostamenti dal punto iniziale sull'area di scansione. Per ridurre tali distorsioni si introducono ritardi nel sistema di controllo in modo da compensare in parte i ritardi dello scanner.

**Isteresi nelle piezoceramiche**

Un altro difetto delle piezoceramiche è la presenza di una isteresi nella funzione di trasferimento  $\Delta Z=f(V)$ , ovvero la deformazione della piezoceramica dipende dal segno della tensione di controllo usata in precedenza.

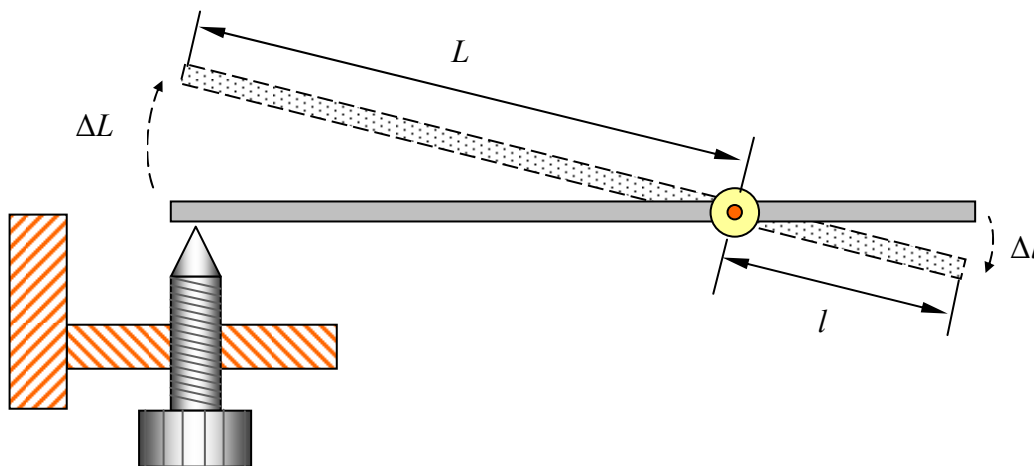


**Fig. 11. Dipendenza dello spostamento Z Dal valore e direzione del segnale di controllo V**

In altre parole lo spostamento  $\Delta Z$  descrive, nel piano  $(\Delta Z, V)$ , una traiettoria a curva chiusa ove valori  $\Delta Z$  diversi vengono assunti a seconda dei diversi valori della derivata temporale della tensione di controllo  $dV/dt$  (Fig. 11). Per evitare distorsioni nelle immagini SPM causate da questa isteresi, i valori vengono memorizzati, durante una scansione, solo quando viene tracciato uno dei due rami della curva  $\Delta Z = f(V)$ , ad esempio per X crescenti.

**1.3. Dispositivi per muovere con precisione punta e campione**

Uno dei requisiti importanti nella microscopia a scansione di sonda è la precisione nei movimenti di punta e campione necessaria per scegliere con accuratezza l'area misurata. Per risolvere questo problema si sono adottati vari dispositivi, tra cui i riduttori meccanici, che trasformano movimenti grossolani in movimenti più piccoli. Tra questi vi è il riduttore a leva in cui la demoltiplicazione del movimento è prodotta dalla differenza tra le lunghezze dei due bracci della leva, come mostrato schematicamente in Fig. 12.



**Fig. 12. Schema di un riduttore a leva**

Il riduttore a leva scala il movimento del seguente fattore R:

$$R = \frac{\Delta L}{\Delta l} = \frac{L}{l}.$$

Maggiore è il rapporto tra il braccio  $L$  e il braccio  $l$ , maggiore è la precisione con cui si controlla la posizione dell'estremo del braccio  $l$ .

Un altro dispositivo frequentemente usato è il riduttore a molla/leva in cui il movimento è scalato sfruttando la diversità della costante elastica nei due elementi in serie (Fig. 13). La struttura consiste in una base rigida, una molla con costante elastica  $k$  e leva flessibile con costante elastica  $K$ . I due elementi sono scelti in modo che sia  $k < K$ .

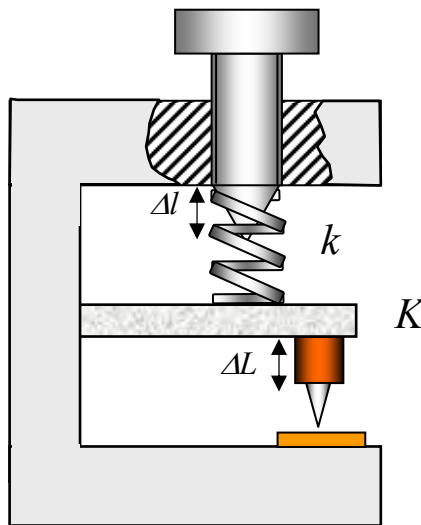


Fig. 13. Schema di un riduttore molla/leva

Dalle condizioni di equilibrio segue che:

$$F_{elast} = k \cdot \Delta l = K \cdot \Delta L,$$

ove  $\Delta l$  e  $\Delta L$  sono gli spostamenti nella molla e nella leva, rispettivamente. In questo caso il fattore di scala è dato dal rapporto tra le due costanti elastiche:

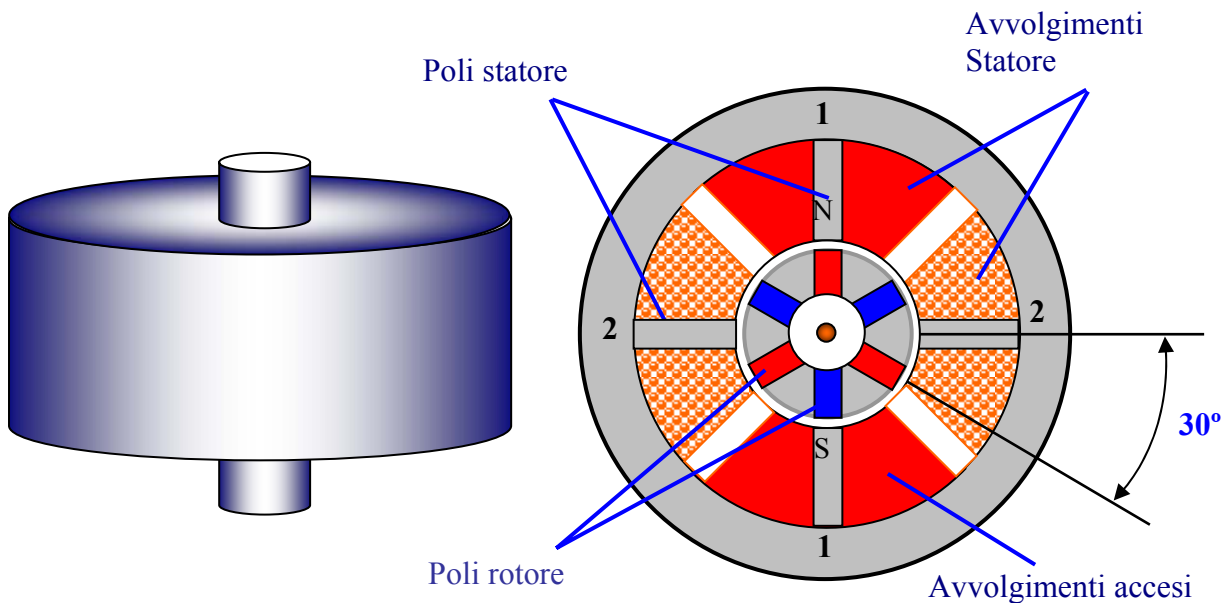
$$R = \frac{\Delta l}{\Delta L} = \frac{K}{k}.$$

Maggiore è la rigidità della leva rispetto a quella della molla, maggiore è la precisione con cui si può posizionare l'estremo mobile della leva.

**Motori a passo**

I motori a passo (Stepping motor SM) sono attuatori elettromeccanici che trasformano impulsi elettrici in incrementi discreti di rotazione. Il vantaggio dei motori a passo sta nella corrispondenza affidabile tra spostamento angolare e numero degli impulsi di comando. Negli SM il momento torcente è creato dall'accoppiamento magnetico tra lo statore e i poli del rotore. Lo statore ha molti poli fatti di materiale con alta permeabilità magnetica e costituiti da lamierini per ridurre le perdite prodotte dalle correnti parassite. Il momento torcente è proporzionale al campo magnetico, a sua volta proporzionale alla corrente ed al numero di spire negli avvolgimenti. Se si accende la corrente in uno degli avvolgimenti il rotore assume una data posizione. Spegnendo la corrente in quell'avvolgimento e accendendo la corrente in un altro avvolgimento si fa muovere il rotore nella posizione vicina: il motore ha "fatto un passo". In tal modo, controllando la corrente negli avvolgimenti si può far ruotare il rotore un passo dopo l'altro. Il rotore resta nell'ultima posizione raggiunta fino a che un momento torcente esterno (coppia) non supera un valore che viene chiamato "coppia di tenuta". Per valori maggiori il rotore passa ad una delle posizioni di equilibrio successive.

La struttura più semplice di un motore a passo è schematizzata in Fig. 14. Consiste di uno statore con avvolgimenti attorno ai poli e di un rotore con magneti permanenti. I poli del rotore hanno geometria rettangolare lungo l'asse del motore. Il motore in figura ha 3 coppie di poli nel rotore e 2 coppie di poli nello statore. Lo statore ha 2 avvolgimenti indipendenti, ciascuno avvolto su una coppia di poli contrapposti. Il motore in Fig. 14 ha un passo incrementale di 30 gradi. Quando si accende la corrente in uno degli avvolgimenti, il rotore tende ad assumere la posizione in cui i poli affacciati di rotore e statore hanno polarità opposte. Per generare una rotazione continua bisogna accendere e spegnere gli avvolgimenti mediante una sequenza di impulsi.



**Fig. 14. Motore a passo con rotore a magneti permanenti**

In pratica si usano motori passo passo con strutture più complesse, che possono offrire da 100 a 400 passi per giro (con passi da 3.6 a 0.9 gradi). Se un motore di questo tipo pilota un asse filettato con passo di 1 mm, allora l'accuratezza nel posizionamento lungo l'asse può raggiungere 1 micron. Il controllo elettrico dei motori a passo consente di utilizzarli in un sistema SPM per produrre un avvicinamento automatizzato della punta al campione.



### Motori piezoelettrici a passo

Il requisito di un buon isolamento da vibrazioni esterne (e la necessità di lavorare sotto vuoto in certe applicazioni SPM) impone serie restrizioni sui tipi di dispositivi meccanici utilizzabili per muovere punta e campione. A tal fine si sono dimostrati efficaci i *motori a passo piezoelettrici*, detti anche *motori inerziali*.

Un esempio di questo tipo di dispositivi è mostrato in Fig. 15. Esso include la base (1) sulla quale è fissato il tubo piezoelettrico (2). Il tubo ha gli elettrodi (3) sulle superfici esterna ed interna. Una molla (4) tiene un cilindro con la superficie esterna rettificata, sufficientemente pesante (5) che funge da portaoggetti. L'oggetto che si vuole muovere va fissato al cilindro, permettendo di far lavorare il dispositivo con qualsiasi orientazione nello spazio.

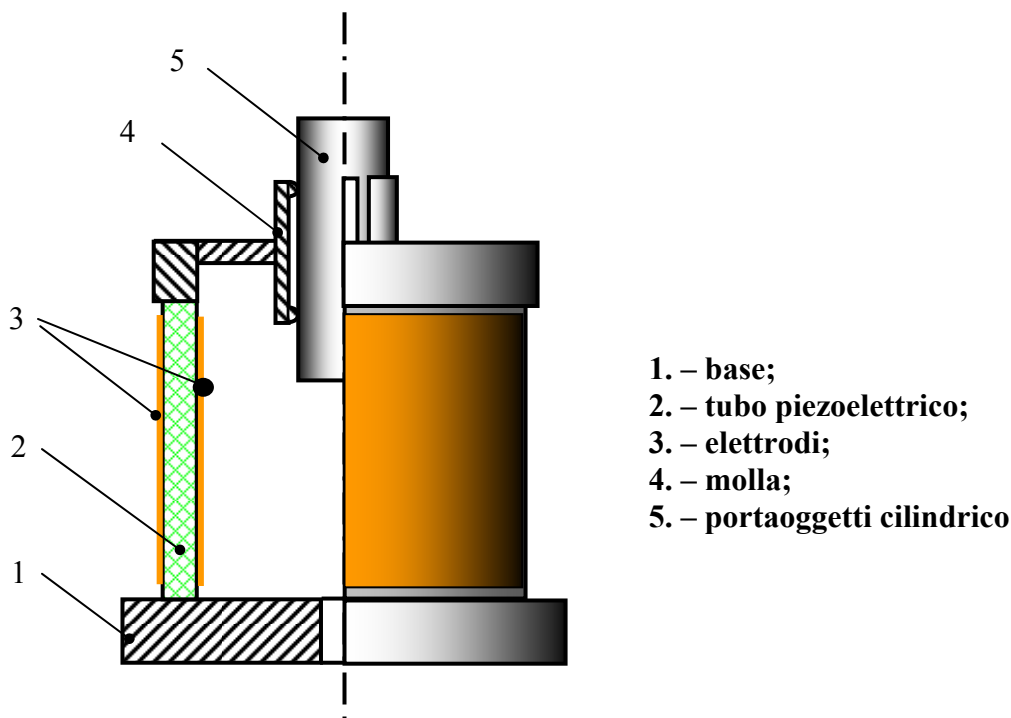


Fig. 15. – Motore piezoelettrico a passo (piezo inerziale)

Il dispositivo funziona come segue. Per muovere il cilindro nella direzione assiale si applica un segnale  $U$  a dente di sega come quello mostrato in Fig. 16.

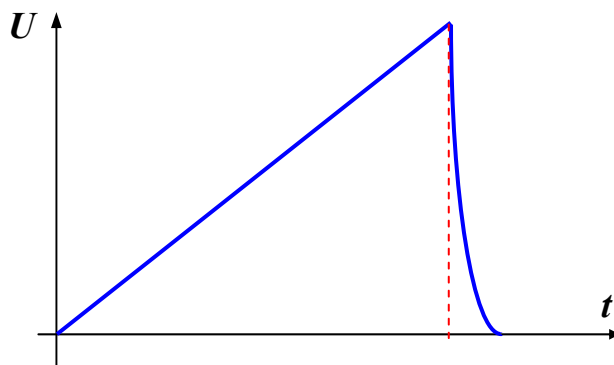


Fig. 16. Forma dell'impulso di controllo di un motore piezo inerziale

Il tubo si espande (o si contrae, a seconda della polarità del segnale) *lentamente* seguendo la tensione a rampa, e alla fine della rampa l'oggetto è stato spostato della seguente quantità:

$$\Delta l = d_{31} \frac{l}{h} U.$$

Finita la rampa di tensione il tubo ritorna *rapidamente* alle dimensioni di partenza con una accelerazione  $a$  per l'estremo che tiene il portaoggetti, che ha un massimo all'inizio:

$$a = \Delta l \omega^2,$$

dove  $\omega$  è la frequenza di risonanza per le oscillazioni longitudinali del tubo. Se vale la seguente condizione :

$$F_{fr} < ma$$

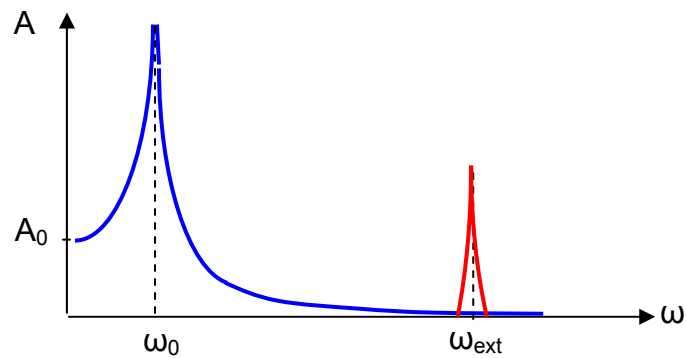
( $m$  è la massa del portaoggetti e  $F_{fr}$  la forza di attrito tra cilindro e molla) allora il cilindro portaoggetti, per effetto della inerzia, scivola rispetto alla molla. Il risultato è che il cilindro fa un passo  $K\Delta l$  rispetto alla posizione iniziale. Il fattore  $K$  dipende dal peso del cilindro e dalla costante elastica della molla. Se si rovescia la polarità del segnale di comando si inverte la direzione del moto del cilindro. Questo dispositivo può essere quindi usato in un sistema SPM per avvicinare o allontanare un campione dalla punta.

## 1.4. Protezione degli SPM dalle influenze esterne

### Protezione dalle vibrazioni

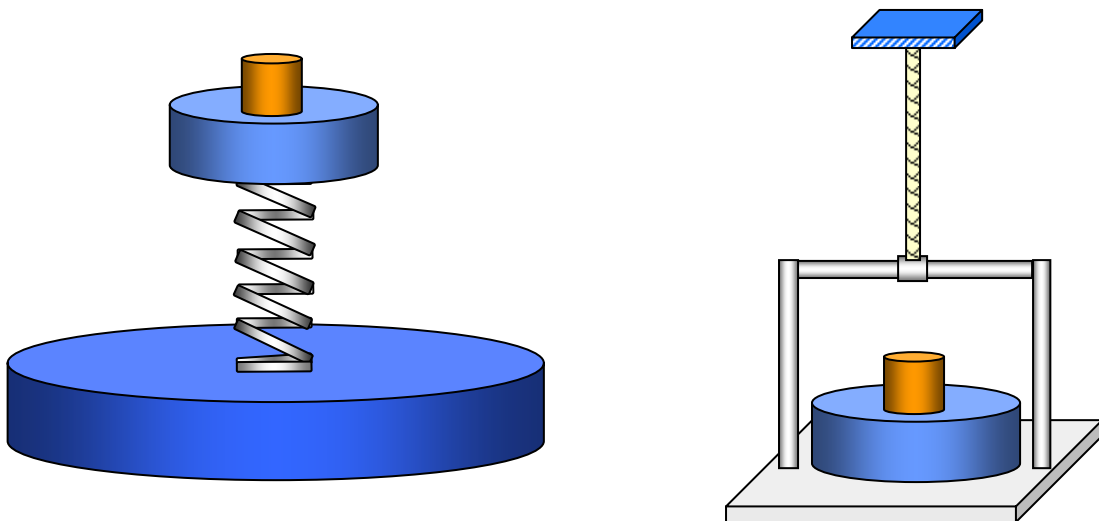
In ogni microscopio a sonda l'insieme meccanico punta-campione (testa di misura) è un sistema oscillante con una sua frequenza di risonanza  $\omega_0$ . Vibrazioni meccaniche nell'ambiente esterno a frequenza  $\omega_0$ , possono eccitare la risonanza della testa di misura, producendo fluttuazioni nella distanza punta-campione che sono osservabili come rumore periodico nelle immagini SPM del campione. Per ridurre l'influenza delle vibrazioni esterne le teste di misura vengono costruite in metallo pesante e con geometrie che producano frequenze di risonanza elevate (maggiori di 100 kHz). Gli scanner, che fanno parte della testa di misura, hanno in generale frequenze di risonanza inversamente proporzionali all'area di scansione massima. Nel progettare un SPM è necessario raggiungere un compromesso tra le dimensioni dell'area scansionabile e la frequenza di risonanza dello scanner. Valori tipici per la frequenza di risonanza di uno scanner sono tra 10 kHz e 100 kHz.

Nei sistemi anti-vibrazione si può distinguere tra sistemi attivi e sistemi passivi. Il principio su cui si basano i sistemi antivibrazione passivi è il seguente. L'ampiezza delle oscillazioni forzate in un sistema meccanico decade rapidamente a frequenze molto lontano dalla frequenza di risonanza  $\omega_k$  e dalla frequenza di eccitazione.



**Fig. 17. In blu: curva di risonanza del sistema antivibrazione  
In rosso – spettro delle vibrazioni esterne**

Perciò frequenze  $\omega_{EXT} \gg \omega_k$  praticamente non interferiscono con il sistema oscillante (Fig. 17). Quindi se si pone la testa di misura dell'SPM su una piattaforma elastica o la si sospende a cavi elastici (Fig. 18) in modo che la risonanza del sistema massa-molla sia molto bassa, allora esso si comporta come un filtro per le vibrazioni a frequenza alta provenienti dall'esterno. Dato che le frequenze risonanti in una testa SPM giacciono nell'intervallo 10 - 100 kHz, scegliendo la frequenza di risonanza di un sistema antivibrazione sufficientemente bassa (ad esempio 5 - 10 Hz), si può ottenere una protezione molto efficace. Per smorzare anche le vibrazioni alla frequenza propria, in un sistema antivibrazione si possono introdurre elementi dissipativi con attrito viscoso.



**Fig. 18. Sistemi antivibrazione passivi: piattaforma su molla o sospesa a cavo elastico**

Per filtrare efficacemente le vibrazioni provenienti dall'esterno bisogna che il sistema antivibrazione abbia la frequenza di risonanza più bassa possibile. In pratica non è facile ottenere questo risultato. In un sistema massa-molla la frequenza di risonanza è:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}},$$

ove  $k$  è la costante elastica della molla (o del cavo elastico),  $m$  la massa della piattaforma e della testa SPM. Le condizioni di equilibrio in campo gravitazionale si scrivono:

$$mg = k\Delta l,$$

dove  $\Delta l$  è la compressione (o allungamento) dell'elemento elastico e  $g$  l'accelerazione di gravità. Le due relazioni precedenti consentono di calcolare  $\Delta l$  in funzione della frequenza di risonanza:

$$\Delta l = \frac{gm}{k} = \frac{g}{\omega_p^2} = \frac{g}{(2\pi\nu)^2} \cong 0.25 \cdot \frac{1}{\nu^2}.$$

Per ottenere una frequenza di risonanza inferiore a 1 Hz, la compressione (o allungamento) dell'elemento elastico deve essere maggiore di 25 cm. Un allungamento di questo ordine di grandezza si può ottenere ad esempio usando funi elastiche, ma tenendo conto del fatto che l'allungamento relativo non può in generale superare il 100%, la lunghezza totale del sistema antivibrazione in equilibrio raggiunge il ½ metro. Se la riduzione del rumore meccanico richiesta è meno esigente si può contenere molto di più la dimensione del sistema: ad esempio per una frequenza di taglio di 10 Hz la compressione è di soli 2,5 mm, facilmente ottenibile con una torre di placche metalliche intercalate da spaziatori in gomma.

Per proteggere teste di misura SPM vengono usati con successo anche sistemi antivibrazione attivi, costituiti da un dispositivo elettromeccanico con sensore di vibrazioni e attuatore che stabilizza in retroazione una piattaforma, come schematizzato in Fig. 19.

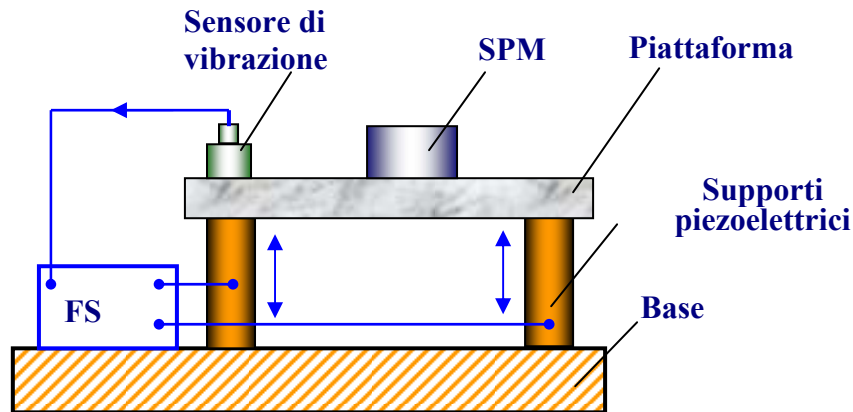


Fig. 19. Schematizzazione di un sistema antivibrazione attivo

Il principio di funzionamento è il seguente. Il sensore di vibrazioni (accelerometro) posto sulla piattaforma genera un segnale che viene passato al sistema di retroazione (FS) che lo inverte, lo amplifica e lo usa per pilotare attuatori piezoelettrici che riducono l'accelerazione della piattaforma. Se la piattaforma, per effetto di una forza esterna, oscilla alla frequenza  $\otimes$  con ampiezza  $u$ :

$$u = u_0 \sin(\omega t)$$

L'accelerazione della piattaforma è:

$$\ddot{u} = -\omega^2 u_0 \sin(\omega t).$$

Il sistema di retroazione fornisce un segnale in controfase  $u_f = -a \sin(\omega t)$  agli attuatori e di conseguenza lo spostamento della piattaforma è il risultato della sovrapposizione di due eccitazioni:

$$u_1 = u + u_f = (u_0 - a) \sin(\omega t).$$

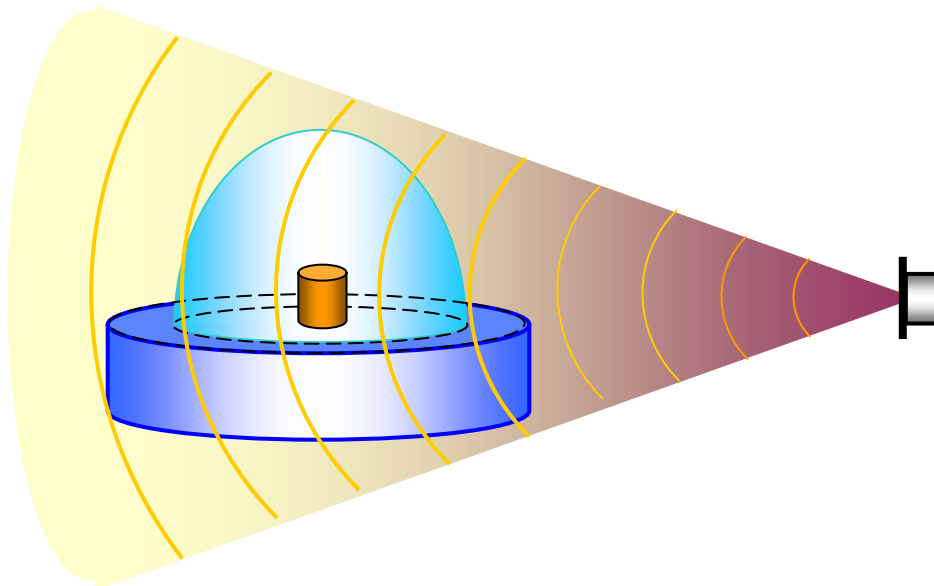
Il sistema di retroazione aggiusta in tempo reale l'ampiezza del segnale fornito agli attuatori in modo da annullare l'accelerazione della piattaforma  $a(t) = u_0(t)$

$$\ddot{u} = -\omega^2 (u_0 - a) \sin(\omega t).$$

Sono stati realizzati anche sistemi antivibrazione attivi costituiti da stadi multipli che consentono una maggiore protezione da vibrazioni indotte dall'esterno.

### **Protezione contro rumore acustico**

Un'altra sorgente di vibrazioni nella testa di misura SPM è il rumore acustico.



**Fig. 20. Schermaggio di un SPM da rumore acustico**

Le onde sonore possono eccitare la testa SPM, provocando oscillazioni della distanza punta-campione. Schermature di vario tipo possono ridurre notevolmente questo effetto: i sistemi più efficaci sono quelli che pongono la testa di misura in una camera sotto vuoto.

### **Riduzione della deriva termica**

Un requisito importante negli SPM è la stabilizzazione della posizione della punta sopra il campione. La principale sorgente di instabilità è la variazione della temperatura ambiente o il riscaldamento di parti dell'SPM durante il funzionamento. Infatti la variazione di temperatura in un solido produce deformazioni termoelastiche:

$$u_{ik} = \alpha_{ik} \Delta T,$$

dove  $u_{ik}$  è il tensore deformazione,  $\alpha_{ik}$  sono le componenti del tensore di espansione termica,  $\Delta T$  è la variazione di temperatura. Per materiale isotropo il coefficiente di espansione termica è uno scalare:

$$\alpha_{ik} = \alpha \cdot \delta_{ik},$$

dove  $\delta_{ik}$  è il tensore di Kronecker e  $\alpha$  il coefficiente di espansione termica. L'allungamento  $\Delta l$  di una parte meccanica può quindi essere stimata attraverso le seguenti relazioni:

$$u = \frac{\Delta l}{l_0} = \alpha \cdot \Delta T; \quad \Delta l = l_0 \alpha \cdot \Delta T.$$

Valori tipici di  $\alpha$  sono nell'intervallo  $10^{-5} - 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Quindi scaldando un pezzo lungo 10 cm di  $1^\circ\text{C}$  lo si allunga di circa 1 micron. Il comportamento di un SPM risente notevolmente di deformazioni di questo ordine di grandezza. Per ridurre la deriva termica si può termoregolare la testa dell'SPM, o usare nella struttura della testa elementi che provvedano ad una compensazione delle deformazioni termiche. Il principio di funzionamento della compensazione termica è il seguente. Dato che ogni SPM può essere schematizzato come serie di elementi con diversi coefficienti di espansione termica (Fig. 21(a)), per ridurre la deriva termica si possono usare geometrie che portano a zero la somma delle dilatazioni di tutti gli elementi come mostrato in Fig. 21(b).

$$\Delta L = \sum_i \Delta l_i = \Delta T \sum_i \alpha_i l_i \Rightarrow 0$$

Quando la temperatura della testa di misura cambia gli allungamenti delle diverse parti si compensano riducendo notevolmente la variazione della distanza punta-campione. Teste di misura con simmetria radiale stabilizzano la posizione della punta anche nel piano X,Y.

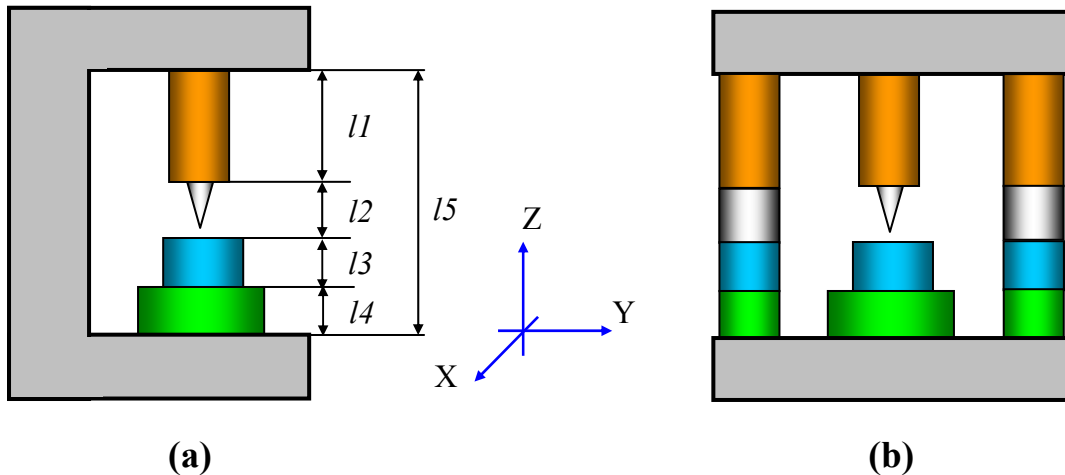
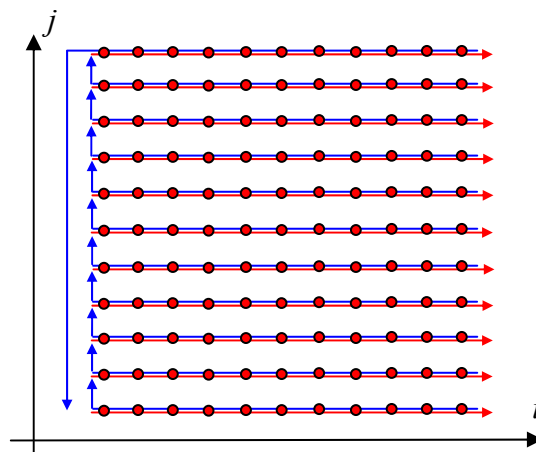


Fig. 21. Compensazione delle spansioni termiche in un SPM

## 1.5. Acquisizione e manipolazione di immagini SPM

Scansionare una superficie con un SPM è come muovere il fascio di elettroni nel tuo catodico di un televisore. La punta segue una linea prima in una direzione e poi in direzione opposta in una scansione orizzontale (*line scan* o *fast scan*), quindi passa alla linea successiva (*frame scan* o *slow scan*). Il movimento della punta è prodotto, in piccoli passi, dallo scanner che è pilotato da un segnale a dente di sega prodotto da convertitori analogico-digitali (ADC). L'informazione topografica della superficie viene memorizzata di solito durante la scansione in avanti.

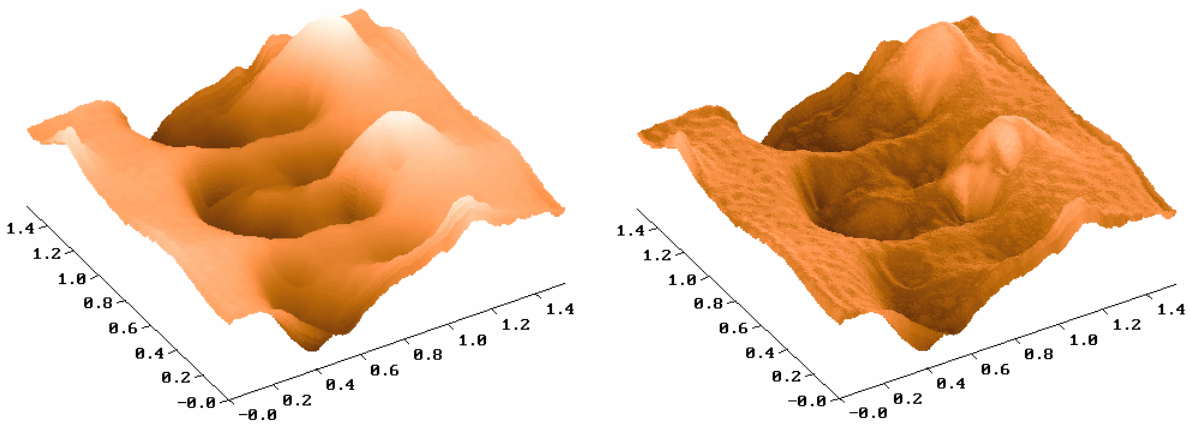


**Fig. 22. Schema del processo di scansione: la direzione del movimento della punta durante la scansione orizzontale è indicata dalle frecce rosse, il percorso di ritorno è indicato dalle frecce blu. La memorizzazione dei dati avviene durante la scansione orizzontale.**

L'informazione raccolta dall'SPM durante la scansione è immagazzinata come archivio dati bidimensionale costituito da numeri  $a_{ij}$  (matrice). Il significato fisico di questi numeri è determinato dal tipo di interazione che è stata misurata durante la scansione. Ad ogni coppia di indici  $ij$  pair corrisponde un singolo punto della superficie entro l'area scansionata. Le coordinate dei punti dell'area campionata sono calcolati semplicemente moltiplicando i corrispondenti indici per il valore della separazione tra i punti:

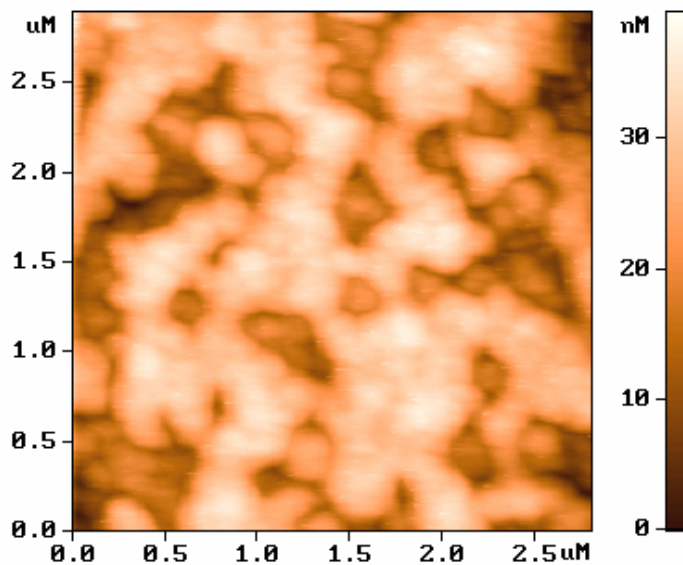
$$x_i = x_0 \cdot i, \quad y_j = y_0 \cdot j.$$

Qui  $x_0$  e  $y_0$  sono le distanze tra punti adiacenti lungo gli assi X e Y, ove l'informazione è stata raccolta. Normalmente le immagini SPM sono matrici quadrate di 256x256 o 512x512 elementi. La rappresentazione della immagine su monitor di PC è ottenuta di solito mediante programmi di grafica computerizzata come immagine tridimensionale (3D) o come immagine bidimensionale (2D) a mappatura di colore (o di scala di grigi). Nella rappresentazione 3D l'immagine di una superficie  $Z = f(x,y)$ , è tracciata in vista assonometrica per punti o per linee. Vengono anche usati svariati modi di colorare i singoli pixel in funzione della coordinata topografica verticale. Un modo molto comune di colorare l'immagine 3D è quello che simula una illuminazione prodotta da una sorgente puntiforme collocata in un punto a piacere (Fig. 23). In questo modo si possono meglio evidenziare piccole modulazioni della superficie. Con strumenti di grafica computerizzata si possono scalare e ruotare immagini 3D.



**Fig. 23. Immagine 3D con luminosità proporzionale all'altezza (a) e con illuminazione laterale (b)**

Nella rappresentazione 2D (detta anche immagine “*Top View*” =”Vista dall’alto”) ad ogni punto della superficie  $Z = f(x,y)$  è assegnato un colore (o una luminosità) che corrisponde al suo valore in  $z$  in base ad una particolare scala di colori (o scala di grigi). Un esempio di una immagine 2D è mostrato in Fig. 24.



**Fig. 24. Immagine 2D con rappresentazione in scala di grigi**

Il significato fisico di una immagine SPM dipende dal parametro che si è usato nell’anello di retroazione. Ad esempio il valore memorizzato nella matrice  $Z=f(x,y)$  può dipendere dalla corrente elettrica che ha attraversato il contatto punta-campione, polarizzato a tensione costante, o può dipendere dalla principale forza di interazione tra punta e superficie (elettrica, magnetica, etc.). Oltre a queste “mappe” della interazione punta-campione nell’area scansionata, con un SPM si possono ottenere altri tipi di informazione. Per esempio in un singolo punto della superficie del campione si può misurare la dipendenza della corrente di tunnel dalla tensione di polarizzazione, oppure la dipendenza della forza di interazione dalla distanza punta-superficie, etc. Queste informazioni vengono memorizzate in un file dati come matrice di dimensione  $2 \times N$ , che può essere tracciato su monitor, o stampato, o esportato per ulteriori manipolazioni su PC. Le immagini SPM possono essere affette da diversi tipi di distorsioni, dovute ad imperfezioni dell’apparato o a vari



tipi di effetti dovuti ad interazioni con l'ambiente. Un sunto schematico di tali sorgenti di distorsione è riportato in Fig. 25.

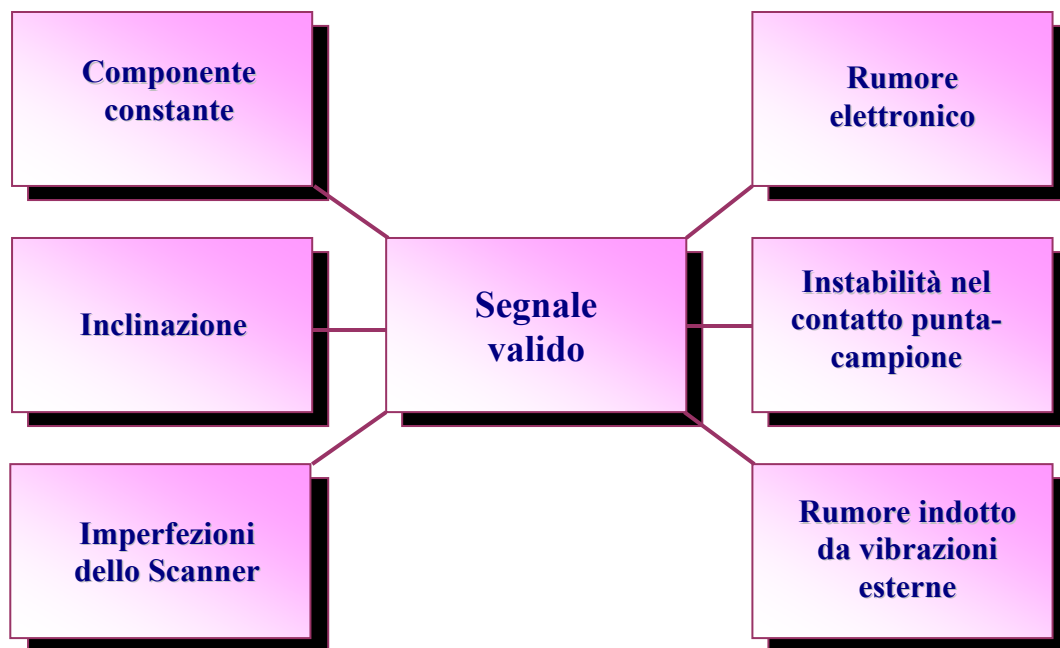


Fig. 25. Possibili sorgenti di distorsione in immagini SPM

### Sottrazione di una costante

Normalmente una immagine SPM è definita a meno di una costante, che non contiene alcuna informazione sul campione e dipende solo dalla accuratezza con cui si è eseguito l'avvicinamento punta-campione. Questo valore costante può essere rimosso da tutti i valori della matrice mediante la seguente trasformazione di variabili:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}, \quad \text{where } \bar{Z} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij}.$$

### Sottrazione di un piano inclinato

Le immagini SPM risultano normalmente inclinate, per effetto di diverse cause. Innanzitutto il campione, anche se piatto, può essere stato montato inclinato, oppure il campione stesso non è piatto e quindi ogni piccola area campionata ha una diversa inclinazione. Poi ci può essere stato un riscaldamento durante l'acquisizione con conseguente deriva termica che ha fatto avvicinare la punta al campione. O ancora può essere presente una forte non-linearità dello scanner. Immagini molto inclinate occupano una grande porzione sull'asse Z, cosicché piccoli dettagli dell'immagine risultano scarsamente contrastati.

Per eliminare questo inconveniente si è soliti sottrarre un piano inclinato alla immagine originale. Il primo passo consiste nel calcolare con il metodo dei minimi quadrati il piano geometrico  $P^{(1)}(x, y)$  che meglio interpola la superficie topografica  $Z = f(x, y)$  (Fig. 26). Il secondo passo può essere compiuto in due modi: uno è quello di una trasformazione di variabili che porta l'asse Z, per rotazione, a coincidere con la direzione  $\hat{n}$  ortogonale al piano ottenuto mediante interpolazione

(questo procedimento tuttavia può portare ad una funzione  $Z=f(x,y)$  a più valori). Un secondo modo è la sottrazione, punto per punto, dei valori calcolati per il piano  $P^{(1)}(x,y)$  ai corrispondenti valori della matrice che costituisce l'immagine SPM originale:  $Z'_{ij} = Z_{ij} - P^{(1)}_{ij}$ .

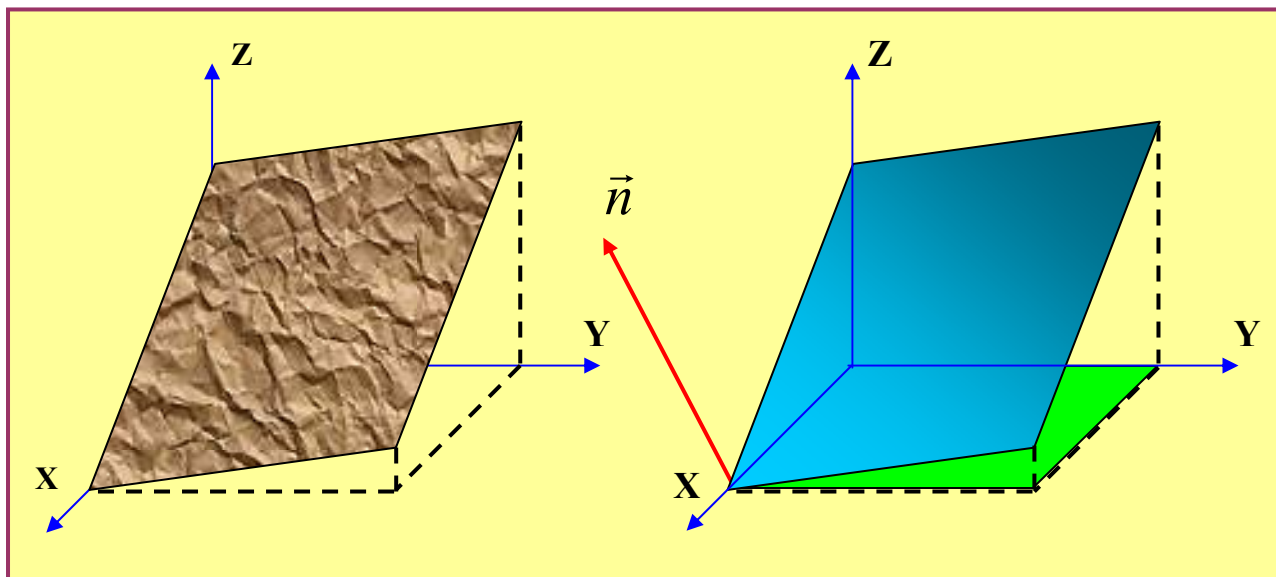


Fig. 26. Piano inclinato che meglio interpola l'immagine SPM

Con la procedura descritta si ottiene una matrice i cui valori occupano una porzione molto minore dell'asse Z che consente di risolvere dettagli più fini, aumentando il contrasto della immagine (più livelli di grigio vengono attribuiti ad un più piccolo intervallo in valori di  $z$ ).

Un esempio di tale trasformazione è mostrato in Fig. 27.

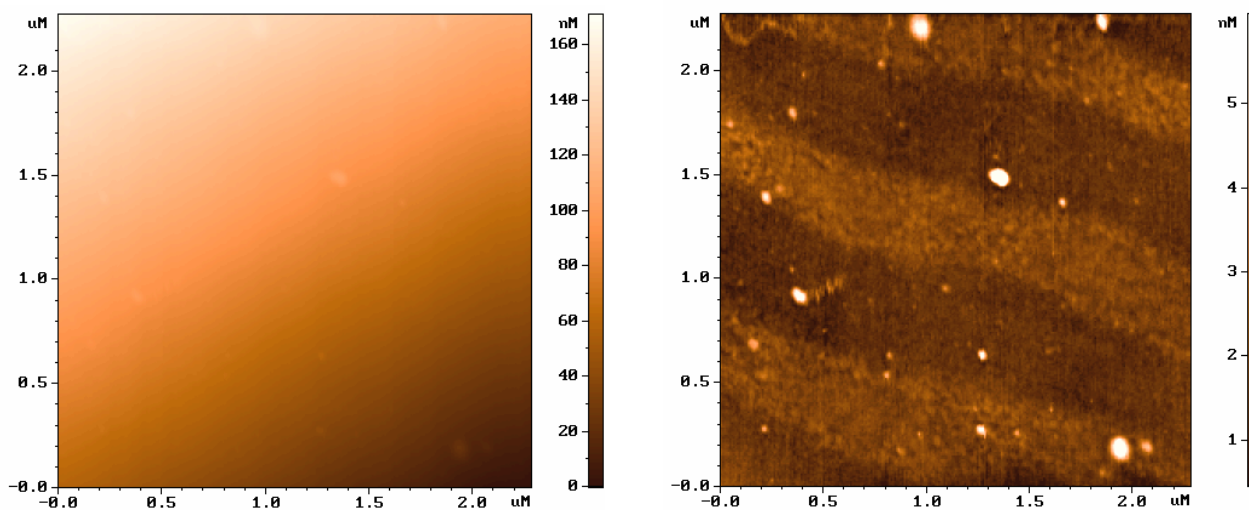
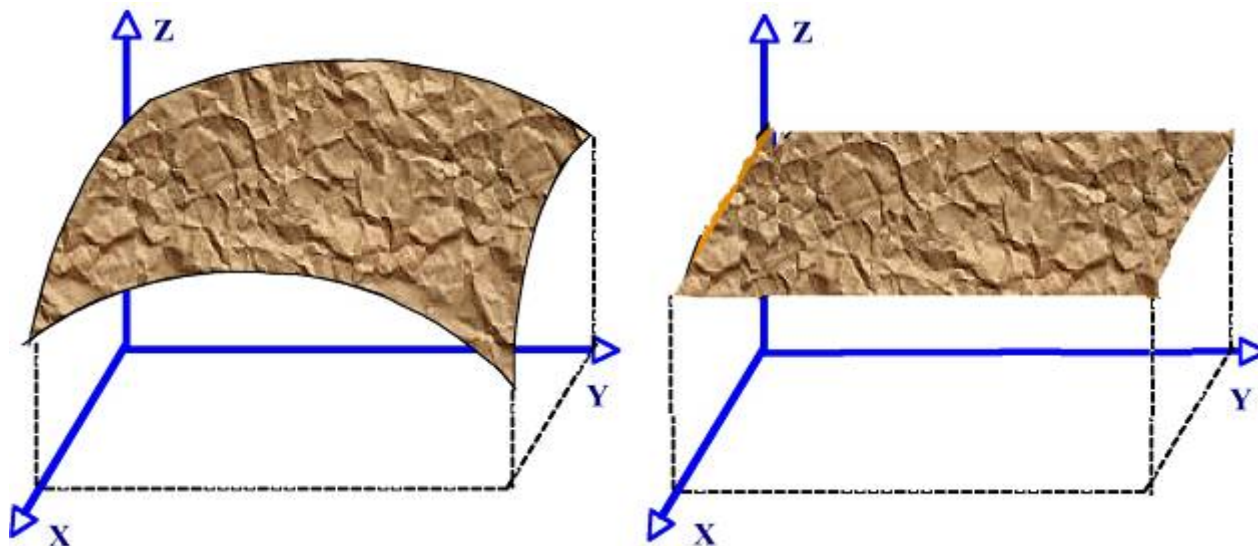


Fig. 27. Sottrazione di un piano inclinato in una immagine AFM

### Eliminazione delle distorsioni dovute ad imperfezioni dello scanner

Imperfezioni dello scanner introducono distorsioni nella immagine SPM. I fenomeni della isteresi (differenze negli spostamenti in avanti e all'indietro), del creep e della non-linearità possono essere minimizzati con opportune scelte dell'hardware e delle modalità di scansione. Ma restano sempre distorsioni che non possono essere ulteriormente ridotte via hardware. In particolare, dato che i movimenti dello scanner nelle direzioni X e Y modificano la distanza punta-campione (asse Z), le immagini SPM risultano sempre sovrapposizioni della topografia reale ad una qualche superficie d'ordine due o superiore (Fig. 28).

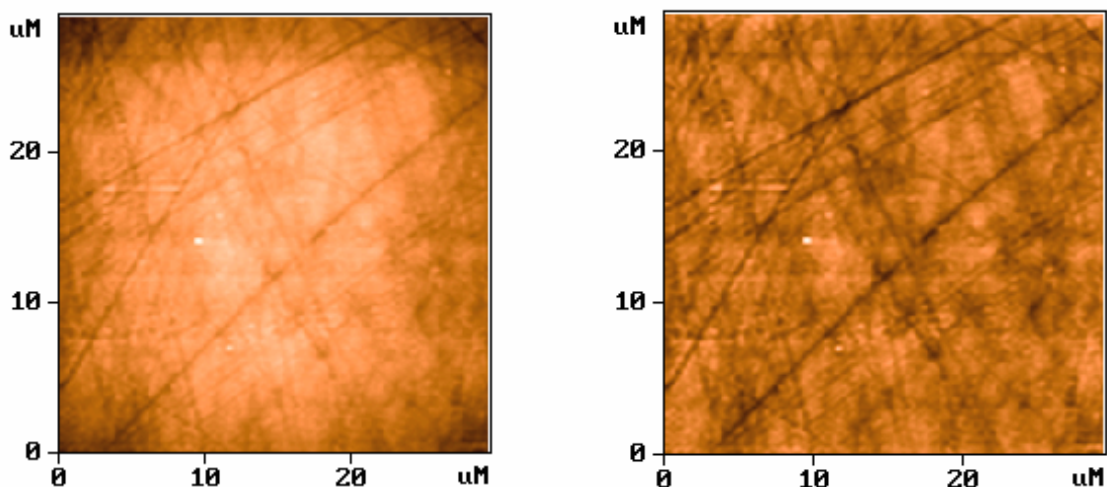


**Fig. 28. Sottrazione di una superficie del secondo ordine da una immagine SPM**

Per ridurre questo effetto, si può calcolare, con il metodo dei minimi quadrati, la superficie del secondo ordine  $P^{(2)}(x,y)$  che meglio interpola l'immagine acquisita  $Z = f(x,y)$ , e poi si sottrae tale superficie all'immagine originale, punto per punto:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P_{ij}^{(2)}.$$

L'effetto di questa operazione su una immagine AFM è mostrato in Fig. 29.



**Fig. 29. Sottrazione di una superficie del secondo ordine da una immagine AFM**

Un altro tipo di distorsione è quello dovuto alla non-linearità dello scanner e alla non-otogonalità dei movimenti nel piano X,Y. Questi difetti modificano le proporzioni geometriche tra varie parti della immagine SPM .

Per ridurre queste distorsioni si può ricorrere a correzioni (calibrazione dello scanner) che utilizzano coefficienti ricavati mediante acquisizione di immagine su una struttura di cui è nota a priori la topografia.

**Filtraggio di immagini SPM**

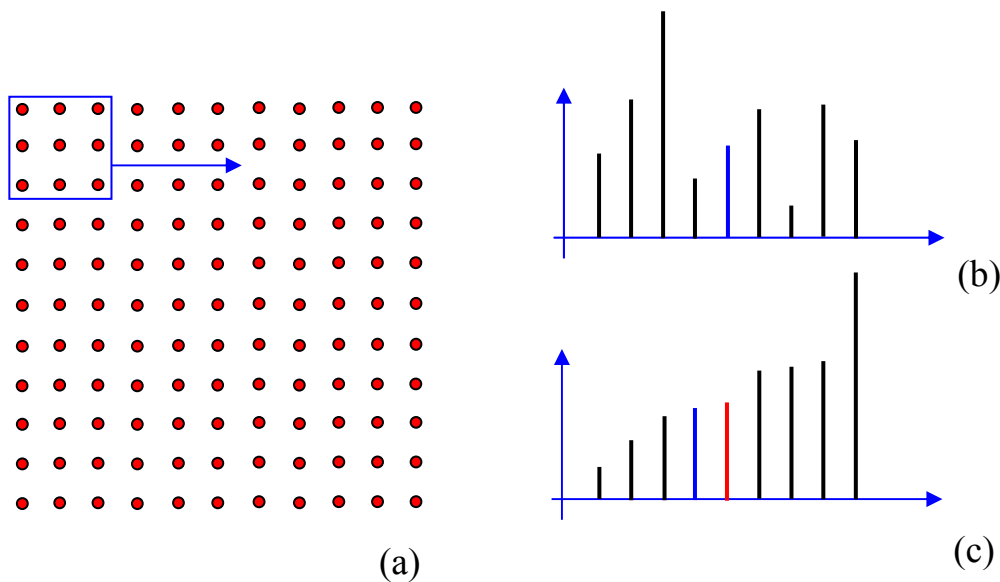
Le immagini SPM possono essere affette da “rumore” indotto da cause diverse: rumore elettrico del sistema di retroazione, instabilità del contatto punta-campione, vibrazioni esterne ... Questo rumore può essere in parte rimosso dalle immagini SPM utilizzando filtri spaziali di vario tipo.

**Filtro mediano**

Il filtraggio mediano dà buoni risultati nella riduzione del rumore casuale ad alta frequenza. Si tratta di una manipolazione non-lineare che può essere brevemente riassunta come segue.

Si seleziona una finestra di lavoro consistente di  $n \times n$  punti (come esempio in Fig. 30. prendiamo una finestra  $3 \times 3$ , ovvero 9 pixel). Durante il filtraggio la finestra si muove di un punto alla volta ed ogni volta si esegue la operazione seguente: i valori selezionati dalla finestra sono ordinati in ordine crescente, si sceglie il valore medio e lo si assegna al punto centrale della finestra.

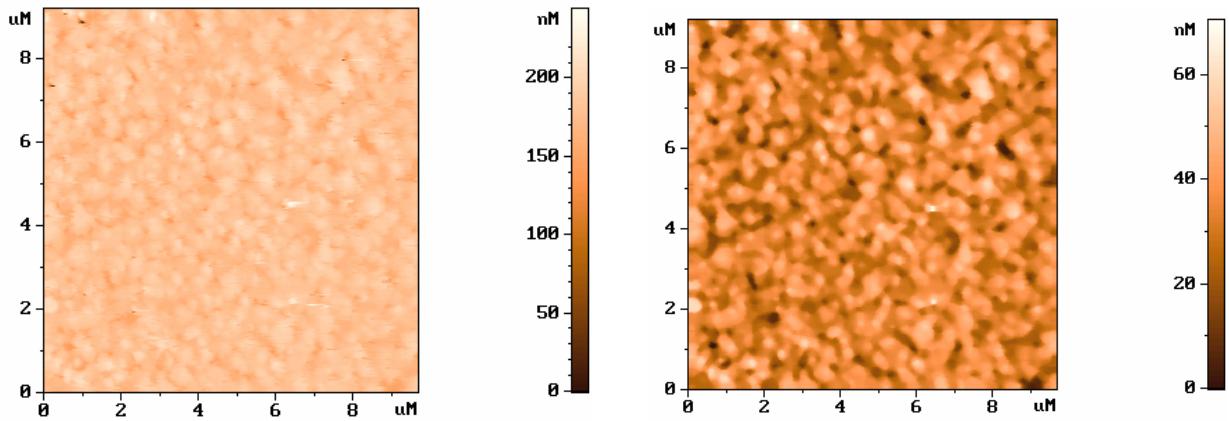
L’effetto di questa procedura è quello di spostare ai bordi della immagine filtrata i picchi casuali di massimo e minimo valore.



**Fig. 30. Principio di funzionamento del filtro mediano con finestra 3x3**

- (a) – spostamento della finestra durante il filtraggio;
- (b) –disposizione originale dei valori nella finestra (l’elemento centrale è marcato in blu);
- (c) – disposizione dei valori in ordine crescente (il nuovo elemento centrale è marcato in rosso)

Si noti che con questo procedimento restano aree non filtrate ai bordi della immagine originale. Il risultato di un filtraggio mediano su una immagine AFM è mostrato come esempio in Fig. 31.



**Fig. 31. Risultato di un filtraggio mediano con finestra 5x5 su immagine AFM**

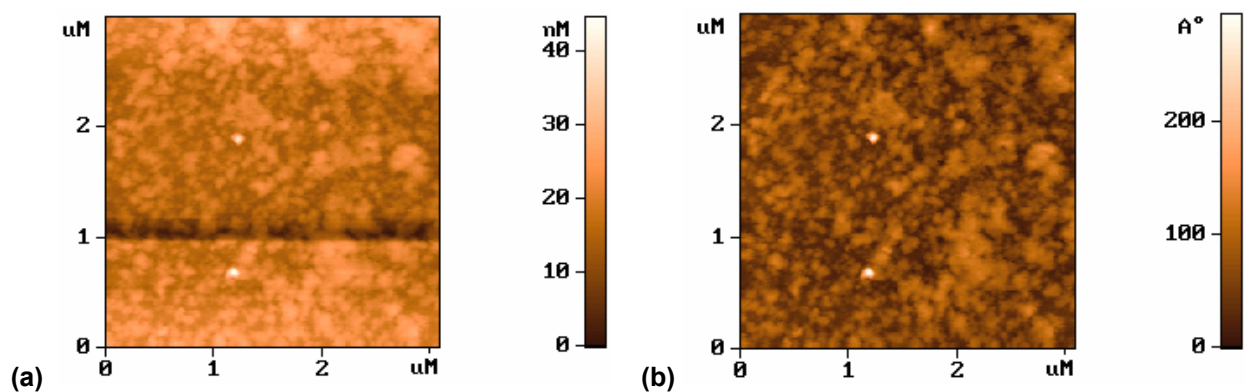
**Media su linea (line averaging)**

Nella acquisizione di una immagine SPM la frequenza di campionamento lungo una linea è almeno due ordini di grandezza maggiore della frequenza di passaggio alla linea successiva. Di conseguenza ciascuna linea contiene rumore ad alta frequenza, ma la posizione media di una linea rispetto alle linee adiacenti è affetta da rumore a bassa frequenza. Inoltre la distanza punta-campione può cambiare spesso durante una scansione, per effetto di microspostamenti in elementi della testa di misura, o per variazioni nella punta (ad esempio cattura di microparticelle da parte dell'apice della punta), e questo produce nella immagine SPM gradini paralleli alla direzione di scansione, come mostrato nell'esempio di Fig. 32 (a). E' possibile eliminare questo tipo di distorsione mediante una procedura (*line-by-line average*) che sottrae ad ogni valore il valor medio  $\bar{Z}_j$  calcolato su tutta la linea:

$$\bar{Z}_j = \frac{1}{N} \sum_i Z_{ij} \quad Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}_j,$$

cosicché in ogni linea della nuova immagine SPM il valor medio è zero  $\bar{Z}'_j = 0$ .

Il risultato di tale procedura è mostrato in Fig. 32 (b).



**Fig. 32. Esempio di filtraggio linea per linea  
(a) – immagine originale; (b) – immagine filtrata.**

## **Filtri di Fourier**

I filtri di Fourier sono un potente metodo di manipolazione delle immagini basati sulle trasformate di Fourier dello spettro spaziale del segnale acquisito. Qualsiasi funzione può essere descritta da un integrale di Fourier. Nel caso della funzione  $Z=f(x,y)$  che contiene la topografia SPM, la trasformata di Fourier  $F_{\alpha\beta}$  è costituita da valori discreti:

$$F_{\alpha\beta} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij} \exp \left[ 2\pi v \left( \frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

ove l'unità immaginaria  $\sqrt{-1}$  è indicata con il simbolo  $v$ , ed  $i$  e  $j$  sono gli indici negli assi X, Y.

La trasformata di Fourier inversa  $Z_{ij}$  è:

$$Z_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \exp \left[ -2\pi v \left( \frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

Il filtro di Fourier consiste nell'applicare la seguente modifica alla trasformata di Fourier della immagine SPM

$$F'_{\alpha\beta} = F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta},$$

ove  $H_{\alpha\beta}$  è la funzione spettrale del filtro applicato. L'immagine filtrata si ottiene come trasformata inversa dello spettro modificato  $F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta}$ :

$$Z'_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta} \exp \left[ -2\pi v \left( \frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

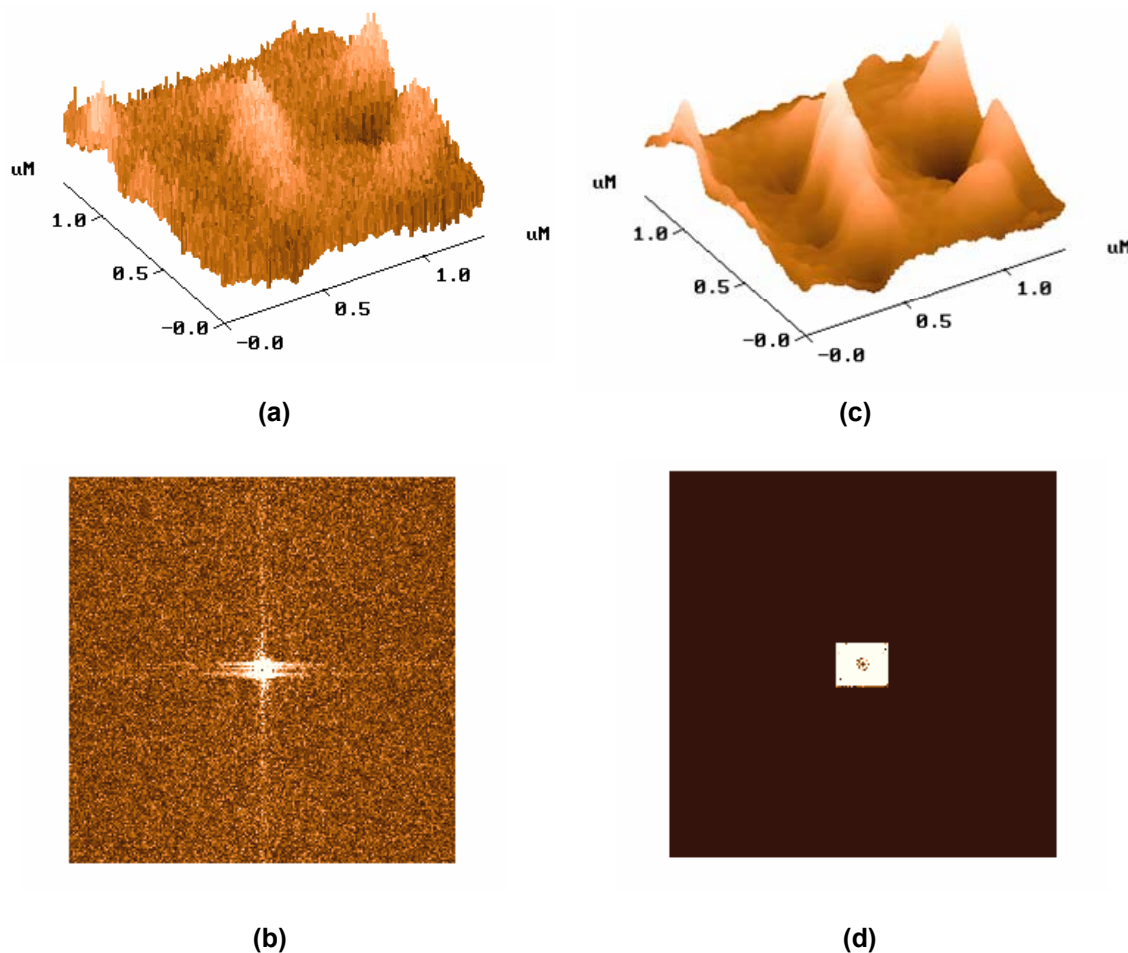
I filtri più usati per basse ed alte frequenze sono quelli a finestra circolare  $H_{\alpha\beta}^{cir}$  o quadrata  $H_{\alpha\beta}^{sqr}$ . Nel caso di basse frequenze le relative funzioni spettrali sono descritte dalle relazioni:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 1 & \text{for } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 0 & \text{for } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 1 & \text{for } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 0 & \text{for } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases},$$

dove i valori  $R$  e  $A$  sono rispettivamente il raggio della finestra circolare e il lato della finestra quadrata. Analogamente per le alte frequenze:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 0 & \text{for } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 1 & \text{for } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 0 & \text{for } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 1 & \text{for } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases}.$$

Un esempio di filtraggio di Fourier di una immagine of one AFM è mostrato in Fig. 33.



**Fig. 33. Esempio della applicazione di un filtro di Fourier ad una immagine AFM:**

- (a) – immagine originale      (b) – spettro della immagine  
 (c) – immagine filtrata      (d) – filtro quadrato per bassa frequenza

Per evitare gli effetti di bordo-immagine e gli effetti delle brusche discontinuità al bordo del filtro si possono adottare funzioni spettrali più complesse. E' anche possibile calcolare interessanti proprietà della superficie del campione attraverso la analisi spettrale della trasformata di Fourier spaziale della immagine SPM. In particolare, la densità spettrale è:

$$S_{\alpha\beta} = |F_{\alpha\beta}|^2 = F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^*$$

e la funzione di autocorrelazione:

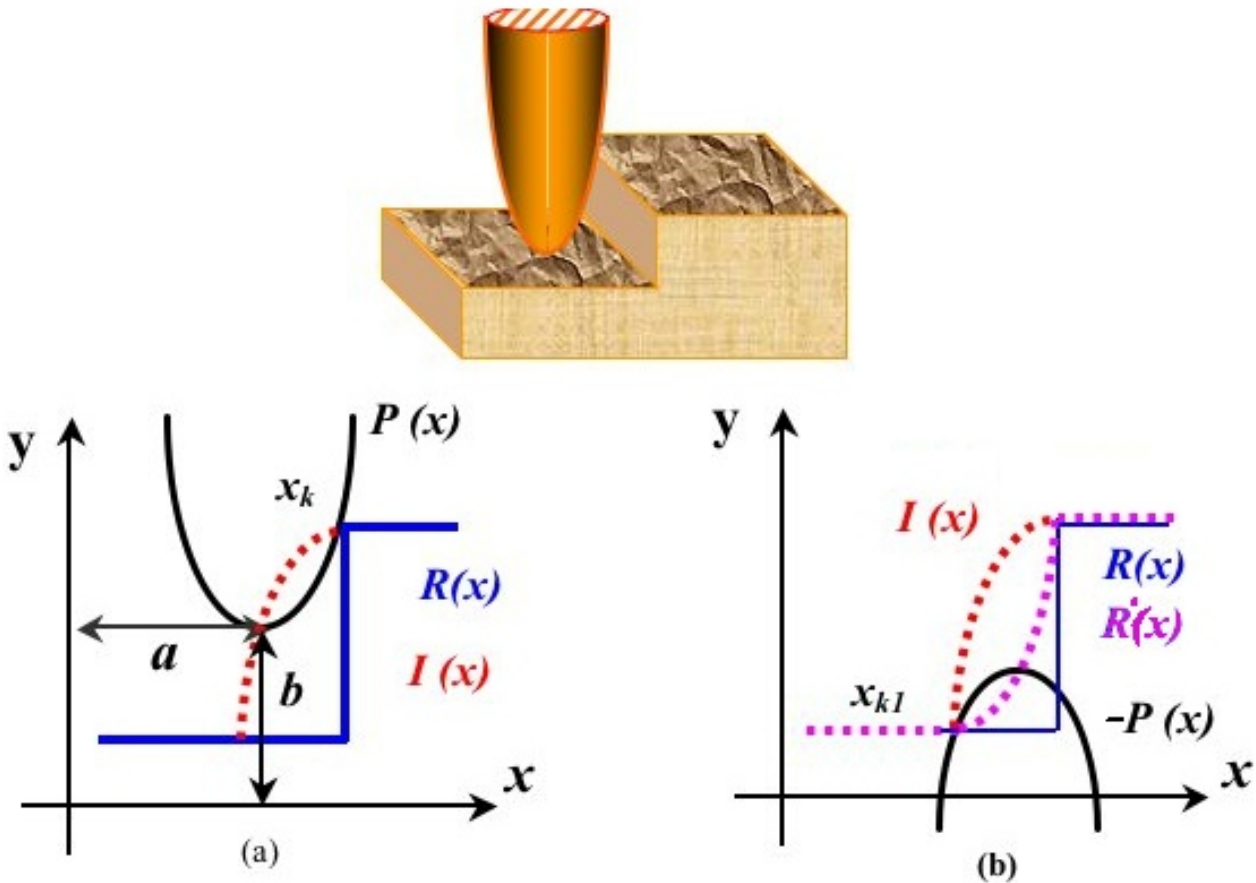
$$C_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^* \exp \left[ 2\pi v \left( \frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right]$$

Il software standard di un SPM include una ampia scelta di strumenti per la visualizzazione e la manipolazione delle immagini. Queste poi possono essere memorizzate in diversi formati utilizzabili da sofisticati programmi di grafica computerizzata che consentono ulteriori manipolazioni.

**Ricostruzione di una topografia acquisita con una punta di forma nota**

Uno dei limiti intrinseci a tutti i modi di scansione SPM è la dimensione finita dell’apice della punta. Questo produce un deterioramento della risoluzione spaziale e a significative distorsioni delle immagini SPM quando si scansionano superfici con elevata rugosità, ovvero strutture superficiali ad elevato “*aspect ratio*” (= rapporto tra dimensioni verticali e orizzontali di un oggetto, sia esso la punta o una struttura sulla superficie).

L’immagine SPM è sempre una “convoluzione” tra la geometria della punta e quella del campione. Il caso di una “convoluzione” unidimensionale è schematizzato in Fig. 34.



**Fig. 34. Schema del processo di convoluzione e deconvoluzione**  
 (a) – superficie del campione  $R(x)$  e immagine iniziale  $I(x)$   
 (b) – immagine parzialmente deconvoluta  $R'(x)$ , mediante una punta di forma  $P(x)$

Una immagine SPM può essere solo parzialmente ricostruita mediante manipolazione digitale se si conosce la precisa forma della punta utilizzata per acquisire i dati [17, 18]. Il modo più efficace per ricostruire l’immagine topografica è la deconvoluzione numerica che usa una immagine della punta ottenuta scansionando strutture la cui topografia (con elevato *aspect ratio*) è nota a priori [18]. Illustriamo qui la procedura con un esempio monodimensionale. Se la forma della punta è descritta dalla funzione  $P(x)$ , e la topografia della superficie dalla funzione  $R(x)$ , allora l’immagine SPM  $I(x)$  è data dalla seguente relazione:

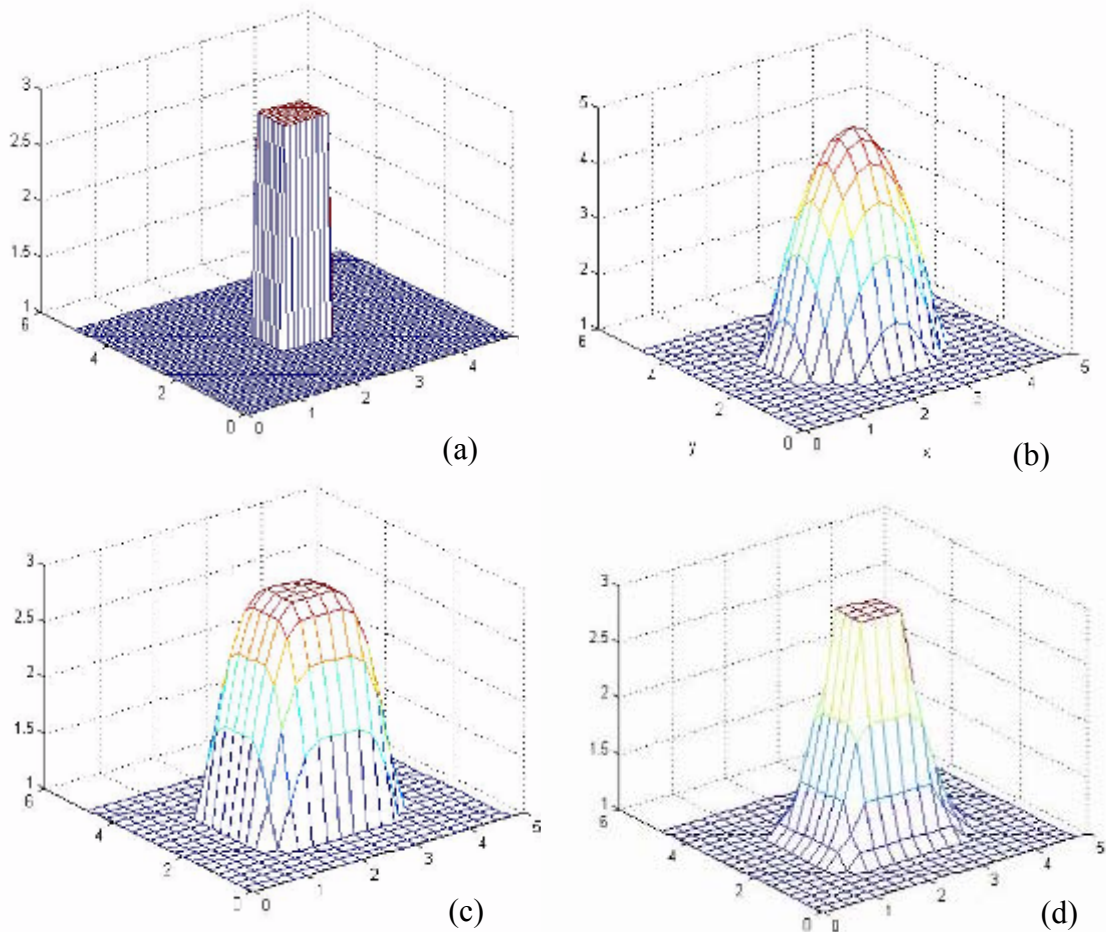
$$I(x) = R(x_k) - P(x_k - a), \text{ sotto la condizione che sia } dR/dx = dP/dx \text{ nei punti di contatto } x_k.$$



ove  $a$  è la coordinata della punta. Un restauro parziale della topografia della superficie si ottiene mediante la trasformazione inversa: l'immagine SPM viene scansionata da una punta *invertita*. La immagine ricostruita  $R'(x)$  è:

$R'(x) = I(x_{kl}) - P(x - x_{kl})$ , sotto la condizione che sia  $dI/dx = dP/dx$  nei punti di contatto  $x_{kl}$ .

Qui  $x_{kl}$  è la coordinata del punto di contatto della superficie dell'immagine SPM con la superficie della punta invertita (ovvero l'immagine della punta con gli assi  $y$  e  $x$  invertiti).



**Fig. 35. Schema del processo di ricostruzione della superficie per deconvoluzione**

- (a) – superficie originale con una struttura a forma di parallelepipedo;**
  - (b) – modello di punta come paraboloido;**
  - (c) – risultato della convoluzione tra punta e superficie originale;**
  - (d) – immagine della superficie ricostruita per deconvoluzione**
- (Le dimensioni sugli assi X, Y, Z sono in unità relative).**

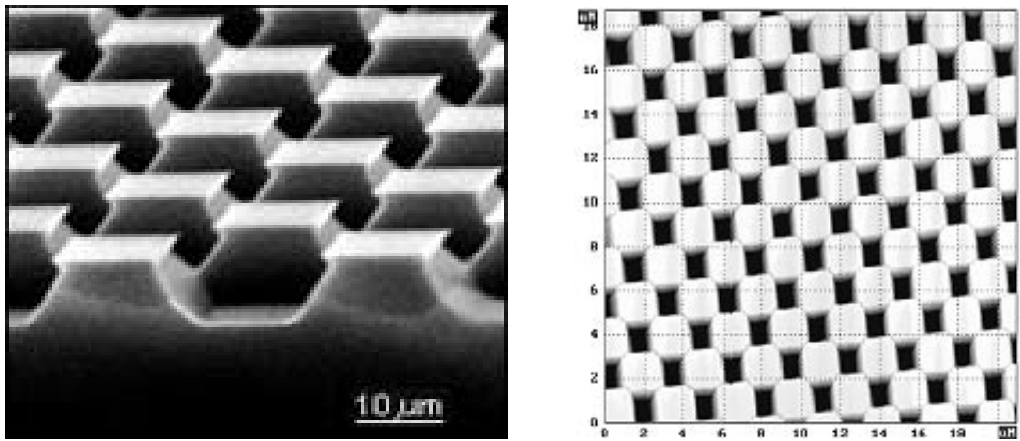
Va sottolineato che una piena ricostruzione sarebbe possibile solo se fossero soddisfatte le seguenti condizioni: primo, durante la scansione la punta tocca *tutti* i punti della superficie, e secondo, la punta tocca sempre *solo un punto* della superficie. Se la punta non riesce a toccare alcune regioni della superficie (per esempio se il campione ha porzioni aggettanti) si può ottenere solo una ricostruzione parziale della topografia. In conclusione, più punti vengono toccati dalla punta durante la scansione, più fedele sarà la ricostruzione.

Nelle situazioni reali l'immagine SPM e le forme di punta ottenute sperimentalmente sono matrici numeriche bidimensionali per le quali la derivata spaziale è un valore mal definito. Per questa ragione invece che usare nella deconvoluzione l'operazione di derivazione, si impone la condizione di minimo per la distanza punta-superficie con altezza media costante [17]:

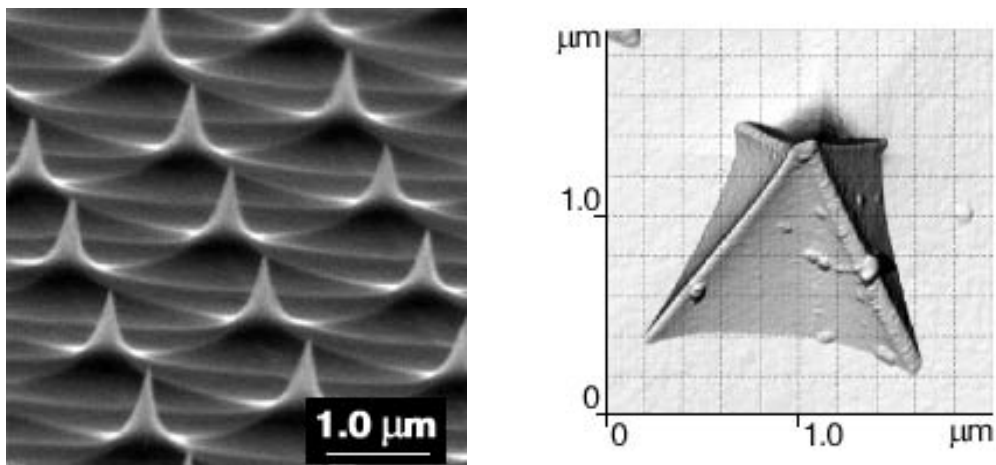
$$\text{Min } \{I(xk1) - P(x-xk1)\}.$$

In questo caso è possibile assumere come altezza topografica per ogni punto dell'area scansionata la distanza minima tra punta e superficie. Questa condizione equivale alla condizione di uguaglianza tra le derivate spaziali e consente di ridurre sostanzialmente il tempo richiesto per il calcolo della deconvoluzione numerica.

Speciali campioni con topografia ben nota vengono utilizzati per eseguire calibrazioni dello scanner, ma anche per determinare la forma dell'apice della punta. Nelle figure Fig. 36 e Fig. 37 sono riportate due immagini SEM delle strutture più comuni utilizzate per eseguire tali misure, con le corrispondenti topografie SPM.

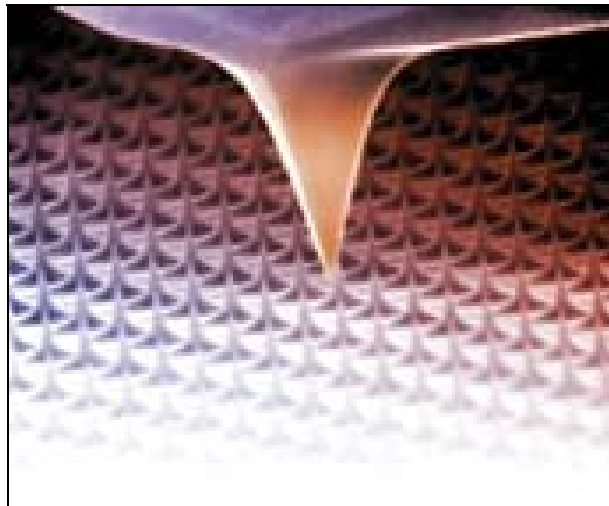


**Fig. 36. Reticolo di calibrazione con strutture quadrate e corrispondente immagine SPM**



**Fig. 37. Reticolo di calibrazione con strutture a punta e corrispondente immagine SPM ottenuta con punta piramidale**

Un reticolo di calibrazione costituito da una matrice di punte sottili permette di misurare la forma dell'apice di una punta mentre un reticolo di strutture rettangolari permette di ricostruirne la forma laterale. Combinando le misure ottenute scansionando i due tipi di reticoli si può ricostruire completamente la forma di una punta.



**Fig. 38. Immagine SEM di una punta per SPM presa durante una scansione di un reticolo di calibrazione.**

## 2. Diversi tipi di SPM

### 2.1. STM (Scanning tunneling microscopy)

Storicamente, il primo, nella grande famiglia di microscopi a scansione di sonda, è il microscopio ad effetto tunnel. Il principio di funzionamento dell'STM si basa sul fenomeno del tunneling elettronico, che consiste in elettroni che attraversano una sottile barriera di potenziale, tra una punta metallica ed un campione conduttore, in presenza di un campo elettrico esterno.

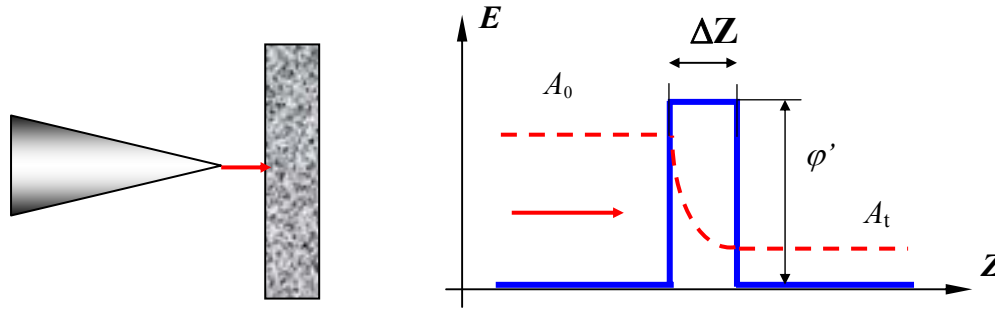


Fig. 39. Tunneling elettronico attraverso una barriera di potenziale in STM

In STM la distanza punta-campione è di pochi Angstrom. In questa situazione la altezza della barriera di potenziale è determinata dai potenziali di estrazione degli elettroni dalla punta ( $\varphi_T$ ) e dal campione ( $\varphi_S$ ), e si può approssimare la forma della barriera con un rettangolo di altezza pari al valor medio dei due potenziali di estrazione  $\varphi^*$ :

$$\varphi^* = \frac{1}{2}(\varphi_T + \varphi_S).$$

In meccanica quantistica la probabilità di tunnel elettronico [19, 20], (il coefficiente di trasmissione attraverso una barriera rettangolare) è:

$$W = \frac{|A_t|^2}{|A_0|^2} \cong e^{-k\Delta Z}$$

ove  $A_0$  è l'ampiezza della funzione d'onda elettronica incidente sulla barriera,  $A_t$  l'ampiezza della funzione d'onda elettronica trasmessa,  $k$  il coefficiente di attenuazione della funzione d'onda entro la barriera, e  $\Delta Z$  la larghezza della barriera. Se l'effetto tunnel avviene tra due metalli il coefficiente vale:

$$k = \frac{4\pi\sqrt{2m\varphi^*}}{h}$$

ove  $m$  è la massa elettronica,  $\varphi^*$  il potenziale di estrazione,  $h$  la costante di Planck. Se si applica una differenza di potenziale  $V$  tra i due conduttori, si osserva una corrente di tunnel.

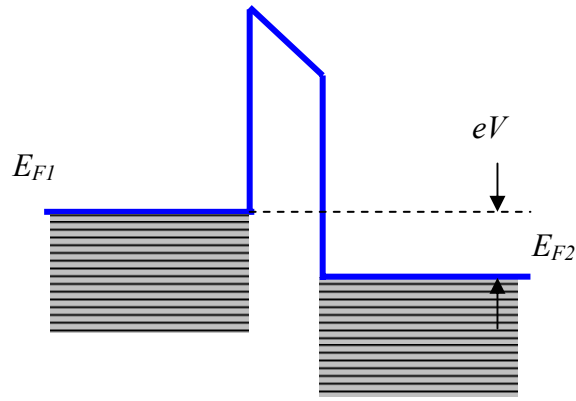


Fig. 40. Diagramma dell'energia in un effetto tunnel tra due metalli

In sostanza solo gli elettroni con energia prossima al livello di Fermi  $E_F$  danno contributo alla corrente di tunnel. In una approssimazione monodimensionale [21, 22]: la densità di corrente di tunnel tra due metalli vale:

$$j_t = j_0 \left[ \varphi^* \exp(-A\sqrt{\varphi^*} \Delta Z) - (\varphi^* + eV) \exp(-A\sqrt{\varphi^* + eV} \Delta Z) \right], \quad (1)$$

ove i parametri  $j_0$  e  $A$  sono esprimibili come:

$$j_0 = \frac{e}{2\pi h (\Delta Z)^2}, \quad A = \frac{4\pi}{h} \sqrt{2m}.$$

Per piccoli valori della tensione di polarizzazione ( $eV < \varphi$ ) la densità di corrente è approssimabile con una espressione più semplice, dato che la espansione in serie del termine  $\exp(-A\sqrt{\varphi^* + eV} \Delta Z)$  nella relazione (1) è:

$$j_t = j_0 \exp(-A\sqrt{\varphi^*} \Delta Z) \cdot \left( \varphi^* - (\varphi^* + eV) \cdot \left( 1 - \frac{AeV\Delta Z}{2\sqrt{\varphi^*}} \right) \right).$$

per  $eV \ll \varphi^*$ , si ottiene:

$$j_t = j_0 \frac{A\sqrt{\varphi^*} eV\Delta Z}{2} \exp(-A\sqrt{\varphi^*} \Delta Z) = \frac{e^2 \sqrt{2m\varphi^*}}{h^2} \cdot \frac{V}{\Delta Z} \exp\left(-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta Z\right).$$

Poiché la dipendenza esponenziale è molto forte, si può approssimare la densità di corrente con una formula ancora più semplice, utile per fare valutazioni qualitative:

$$j_t = j_0(V) \exp\left(-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta Z\right) \quad (2)$$

ove si è assunto  $j_0(V)$  indipendente dalla distanza punta-campione. Con i normali valori del potenziale di estrazione ( $\varphi \sim 4 \text{ eV}$ ) il coefficiente di attenuazione  $k$  vale circa  $2 \text{ \AA}^{-1}$ , e così con variazioni di  $\Delta Z$  di circa  $1 \text{ \AA}$ , la densità di corrente cambia di un ordine di grandezza. Nei casi reali il contatto non è unidimensionale: ha una geometria più complessa, ma la dipendenza della corrente dalla distanza punta-campione resta la stessa, come è provato da risultati sperimentali.

Per grandi valori della tensione di polarizzazione ( $eV > \varphi^*$ ), dalla relazione (1) si ricava la nota formula di Fowler – Nordheim per l’emissione di elettroni nel vuoto per effetto di campo:

$$J = \frac{e^3 V^2}{8\pi h \varphi^* (\Delta Z)^2} \exp \left[ -\frac{8\pi \sqrt{2m} (\varphi^*)^{\frac{3}{2}} \Delta Z}{3ehV} \right]$$

La relazione esponenziale (2) consente di controllare la distanza punta-campione con grande accuratezza. Un STM è un sistema elettromeccanico a retroazione negativa che mantiene la corrente di tunnel ad un valore costante ( $I_0$ ), scelto dall’operatore. Il controllo della corrente, e quindi della distanza punta-campione, si ottiene muovendo la punta lungo l’asse Z mediante un attuatore piezoelettrico (Fig. 41).

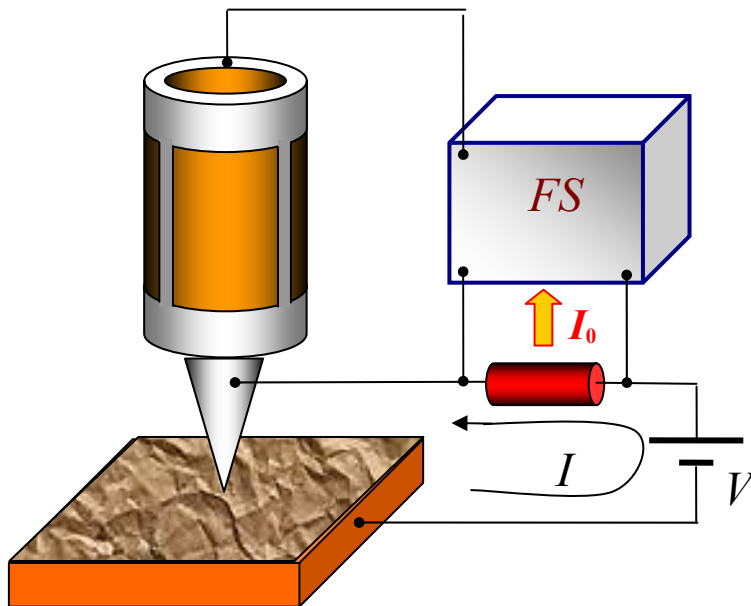


Fig. 41. Diagramma a blocchi in un STM

L’immagine topografica della superficie può essere ottenuta in due modi. Nel modo *a corrente costante*, illustrato in Fig. 42 (a), la punta si muove sopra la superficie mentre il sistema di retroazione (FS) mantiene costante la distanza punta-campione ed il segnale  $Z=f(x,y)$  fornito all’elettrodo Z del piezoelettrico viene memorizzato, ed in seguito visualizzato come topografia.

Un secondo modo, ad *altezza costante* ( $Z = \text{cost}$ ), risulta più efficace nell'analizzare superfici straordinariamente piatte. In questo caso la punta si muove sopra la superficie ad una distanza di alcuni Angstrom, e si memorizza il segnale di corrente  $I=f(x,y)$  come immagine STM (Fig. 42 (b)). La scansione può essere effettuata in assenza di retroazione, oppure ad una velocità così elevata che il sistema di retroazione riesce a seguire solo parzialmente le modulazioni della topografia. Questa modalità di acquisizione permette altissime velocità di scansione consentendo di osservare cambiamenti della superficie praticamente in tempo reale.

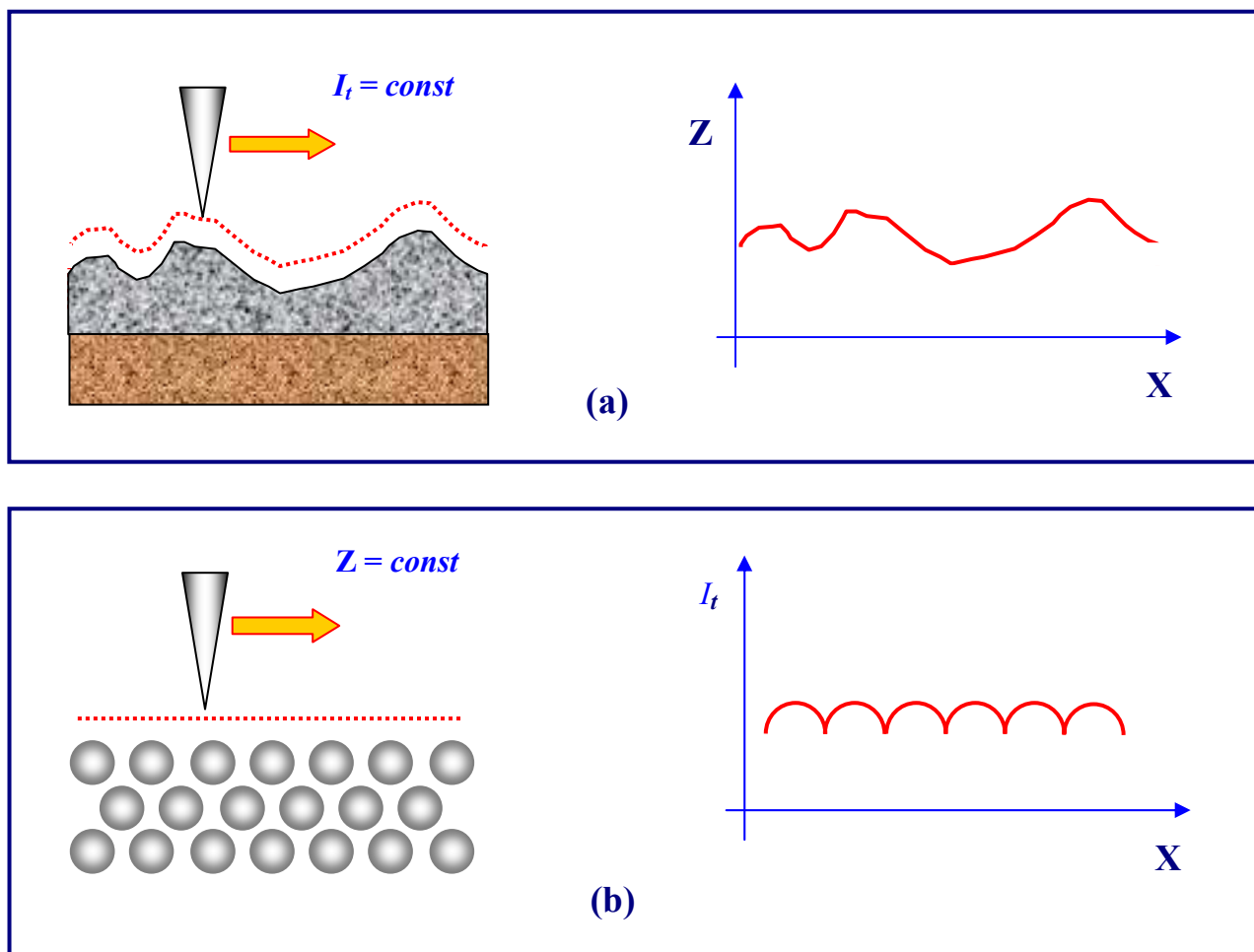


Fig. 42. Formazione delle immagini STM nel modo a corrente costante (a) e nel modo a distanza media costante (b)

La risoluzione di un STM lungo la direzione verticale, data la dipendenza esponenziale della corrente dalla distanza, raggiunge la frazione di Angstrom. La risoluzione laterale invece dipende dalla qualità della punta ed è determinata non tanto dal raggio di curvatura dell'apice quanto dalla struttura atomica dell'apice. Se la punta è stata preparata adeguatamente essa avrà, o un singolo atomo, o un piccolo gruppo di atomi sporgenti la cui dimensione sarà molto minore del raggio di curvatura dell'apice. La corrente di tunnel fluisce dagli atomi alla superficie del campione agli atomi della punta. L'atomo che sporge dalla punta si avvicina a quelli alla superficie del campione a distanze paragonabili alle distanze interatomiche nei reticoli cristallini, e, data la dipendenza esponenziale della corrente dalla distanza, essa fluisce praticamente dalla superficie al singolo atomo che maggiormente sporge dalla punta.

Usando punte ben preparate è possibile ottenere una risoluzione atomica in STM, come dimostrato da molti gruppi di ricerca con campioni di materiali diversi.

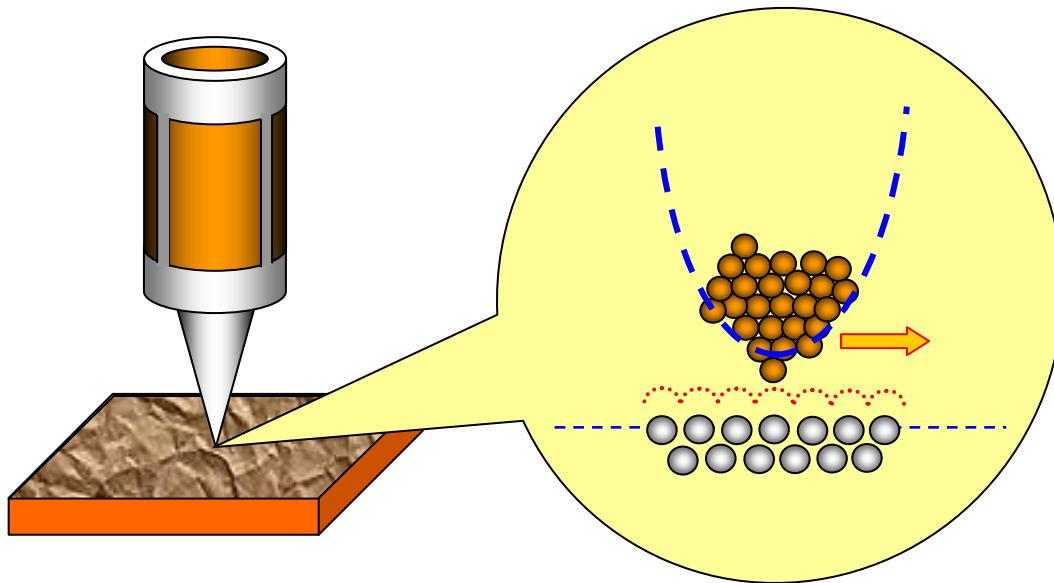


Fig. 43. Risoluzione atomica con STM

### Punte per STM

Negli STM vengono usati vari tipi di punte. Agli inizi esse venivano ottenute da un filo di tungsteno mediante attacco elettrochimico. Questa tecnologia era già usata nei microscopi ad emissione per effetto di campo. Il procedimento è essenzialmente il seguente (Fig. 44): un pezzo di filo di tungsteno (W) è posizionato in modo che un estremo passa attraverso un anellino metallico (D) che trattiene una goccia di KOH in soluzione acquosa.



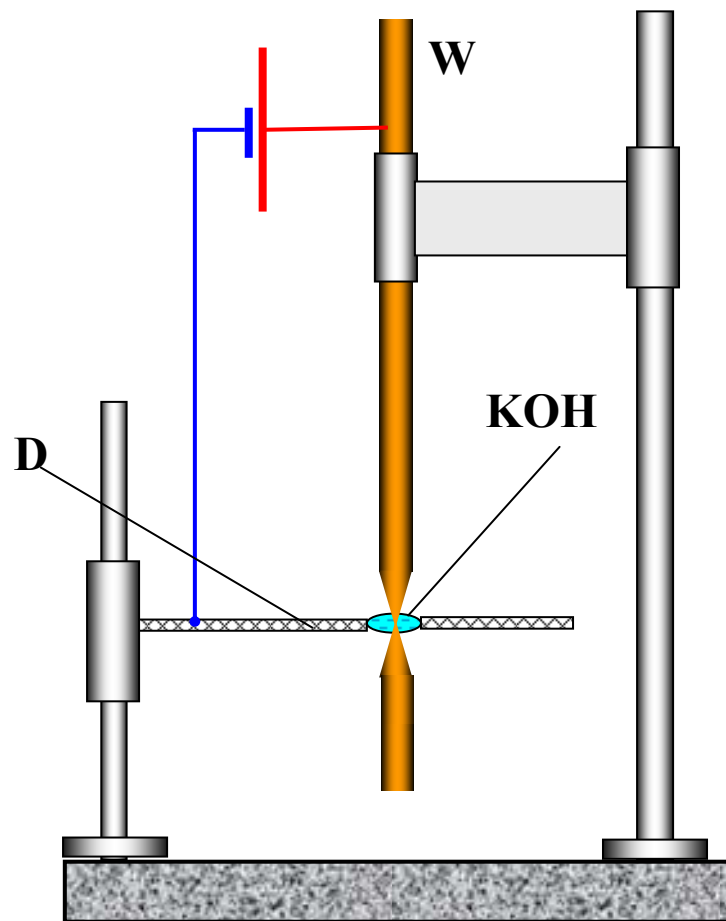


Fig. 44. Schema di dispositivo per attacco elettrochimico di filo di tungsteno per fare punte STM

Facendo passare una corrente elettrica tra il filo e la soluzione di KOH, il tungsteno subisce attacco chimico cosicchè la sezione del filo si restringe fino a che il filo si spezza per la trazione dovuta al peso del frammento inferiore. Il frammento di filo si stacca, interrompendo il flusso di corrente e il processo elettrochimico finisce.

Un'altra tecnica frequentemente usata per preparare punte STM consiste nel tagliare con le forbici un sottile filo di Platino-Iridio. Il taglio viene eseguito ad un angolo di circa 45 gradi, mantenendo il filo in trazione (Fig. 45).

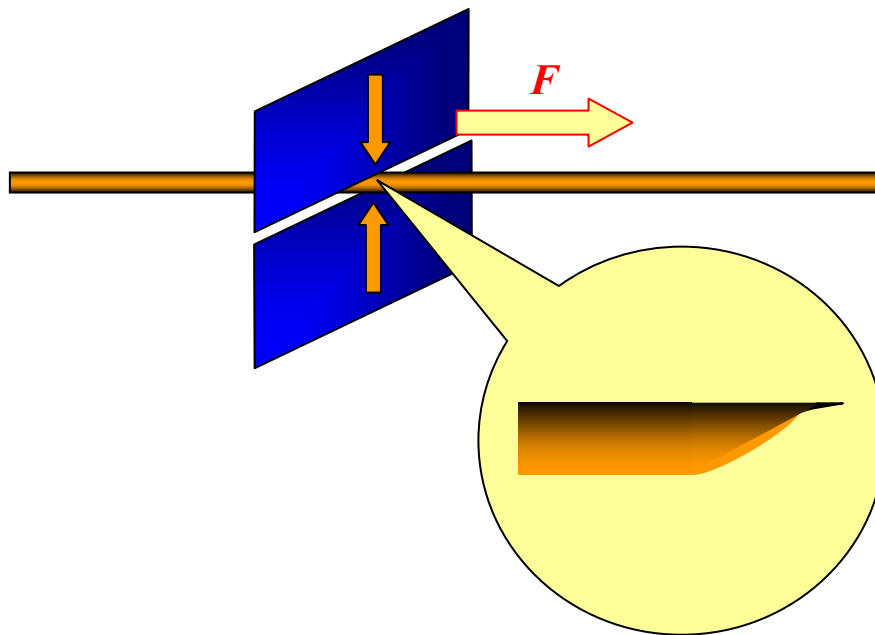


Fig. 45. Schema della preparazione di una punta mediante taglio di un filo in lega di Pt-Ir

Applicando una forza  $F$  al filo durante il taglio produce una deformazione plastica che genera nella zona di rottura del filo un apice acuminato con molte micropunte una delle quali diventa l'elemento efficace nella corrente di tunnel. Questa tecnica è ora usata in molti laboratori e quasi sempre consente di ottenere risoluzione atomica.

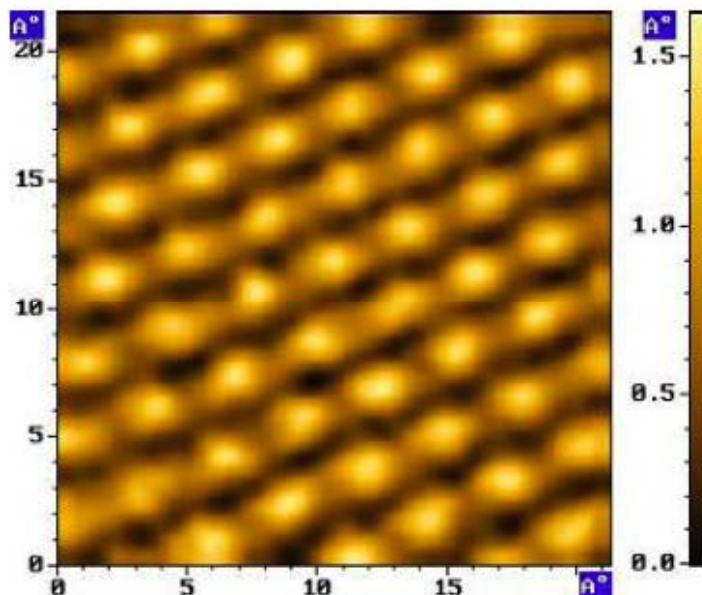


Fig. 46. Immagine STM con risoluzione atomica di grafite pirolitica

### Misura locale del potenziale di estrazione

In campioni non omogenei la corrente di tunnel è funzione non solo della distanza punta-campione, ma anche del valore locale del potenziale di estrazione  $\phi$ . Per ottenere una mappa di  $\phi$  si usa il metodo della modulazione della distanza punta-campione, ovvero si aggiunge, durante la scansione, una tensione alternata a frequenza  $\omega$  al segnale che pilota l'elettrodo Z dello scanner. Il segnale fornito all'elettrodo Z è quindi:

$$U(t) = U_0 + U_m \sin(\omega t).$$

La distanza punta-campione viene quindi modulata alla frequenza  $\omega$ :

$$\Delta Z(t) = \Delta Z_0 + \Delta Z_m \sin(\omega t),$$

ove  $\Delta Z_m$  e  $U_m$  dipendono dal coefficiente piezoelettrico  $K$ :

$$K = \frac{\Delta Z_m}{U_m}$$

Il valore della frequenza  $\omega$  deve essere maggiore del massimo valore della banda passante dell'anello di retroazione cosicché il sistema di retroazione non possa annullare la modulazione della distanza punta-campione. L'ampiezza della tensione  $U_m$  deve essere piccola, in modo da rendere trascurabile la debole dipendenza della corrente di tunnel dalla polarizzazione.

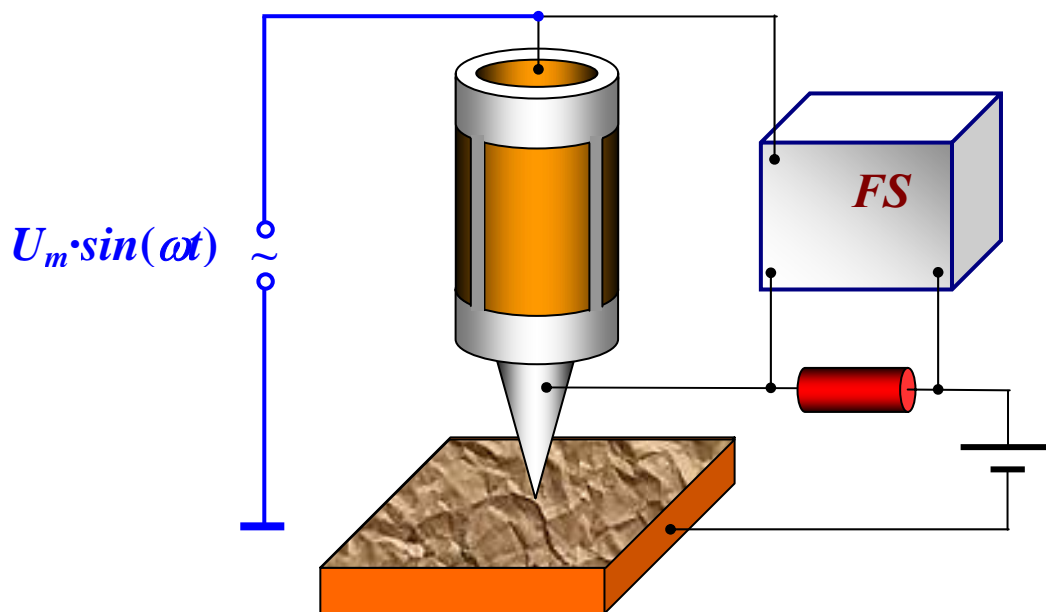


Fig. 47. Configurazione per una misura locale del potenziale di estrazione

Le oscillazioni della distanza punta-campione modulano la corrente di tunnel alla frequenza  $\omega$ :

$$I_t \cong I_0(V) e^{-\alpha \sqrt{\phi^*} [\Delta Z_0 + \Delta Z_m \sin(\omega t)]}, \text{ dove } \alpha = \frac{2}{\hbar} \sqrt{2m}.$$

Dato che la modulazione  $\Delta Z_m$  è piccola si può approssimare la corrente di tunnel con:

$$I_t(\omega t) \cong I_o(V) e^{-\alpha \sqrt{\phi} \Delta Z_0} \left[ 1 - \alpha \sqrt{\phi} \Delta Z_m \sin(\omega t) \right]$$

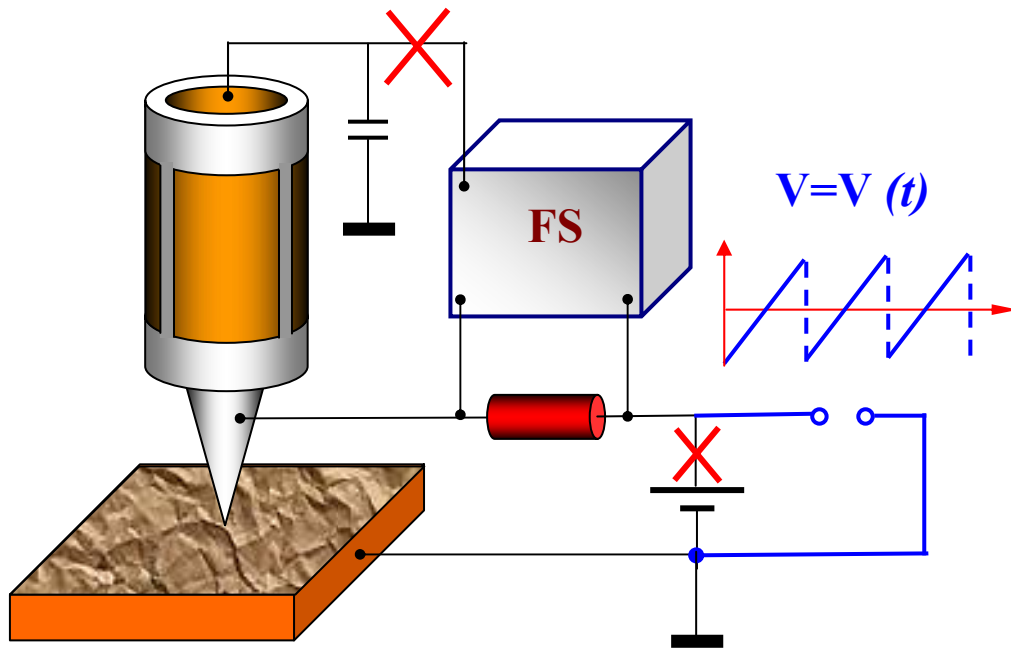
In conclusione: l'ampiezza della piccola modulazione della corrente di tunnel a frequenza  $\omega$  è proporzionale alla radice quadrata del potenziale di estrazione locale:

$$I_\omega = I_0 \frac{2KU_m}{h} \sqrt{2m\phi^*(x,y)}$$

Misurando l'ampiezza di oscillazione della corrente di tunnel in ogni punto si ottiene una mappatura del potenziale di estrazione  $\phi(x, y)$  insieme alla mappa topografica  $Z = f(x, y)$  dell'area scansionata.

**Misura della caratteristica voltamperometrica della giunzione tunnel**

La caratteristica voltamperometrica (curva I-V) di una giunzione tunnel fornisce informazioni sulla densità locale degli stati elettronici. Con STM si usa la seguente procedura. Si scelgono alcuni punti nella immagine STM precedentemente acquisita; si porta la punta su uno di tali punti, e per un tempo molto breve si interrompe la retroazione per acquisire una curva I-V (come tensione di polarizzazione si usa una rampa di tensione  $V(t)$  e si misura la corrente di tunnel  $I(t)$ ).



**Fig. 48. Schema della configurazione per acquisire le curve I-V della giunzione tunnel**

In ogni punto si misurano varie curve I-V e poi si memorizza la curva media, ove si è ridotto l'effetto del rumore.

## Il sistema di controllo di un STM

In Fig. 49 è riportato il diagramma a blocchi del sistema di controllo di un STM. Esso consiste di una parte digitale di solito implementata da un PC, ed una parte analogica di solito costituita da una elettronica separata. La parte digitale è fatta da un blocco DAC e da un blocco ADC racchiusi da un tratteggio rosso nello schema in figura, e la parte analogica è racchiusa da un tratteggio blu. La tensione  $U$  che polarizza la giunzione tunnel è scelta dall'operatore tramite un DAC, e la corrente di tunnel  $I$ , controllata dal sistema di retroazione, è anche fissata tramite un DAC. Due convertitori analogico digitali (DAC-X e DAC-Y) forniscono i segnali per la scansione orizzontale e verticale (*raster-scanning*). L'anello di retroazione è fatto da un preamplificatore PA (posto nella testa di misura STM), dall'amplificatore differenziale DA, dal filtro passa-basso LFF, dagli amplificatori A4 e A5, e dal piezo-scanner che controlla la distanza punta-campione.

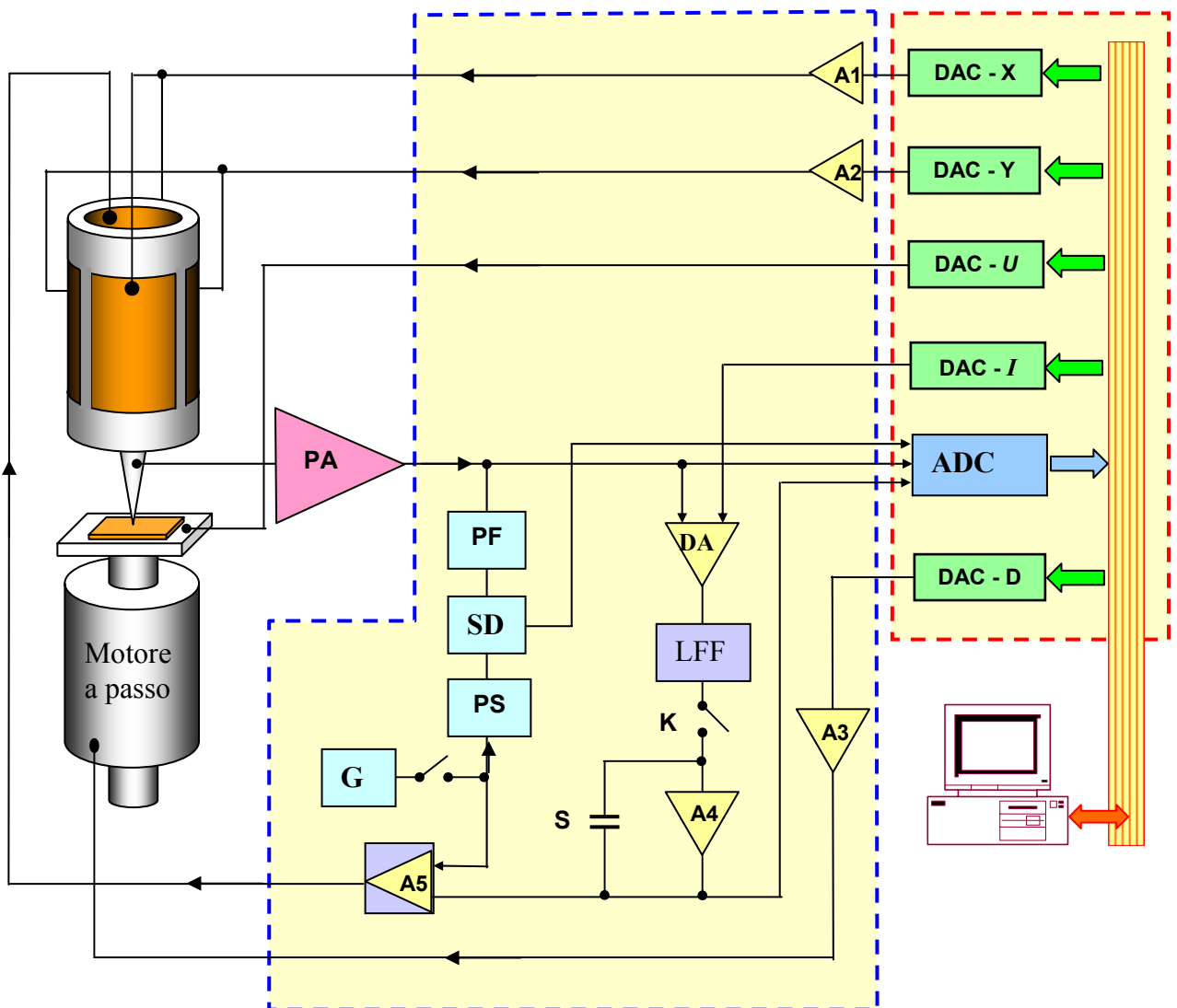


Fig. 49. Diagramma a blocchi del sistema di controllo di un STM

L'operatore dapprima sceglie opportuni valori per i parametri di lavoro (la corrente di tunnel e la tensione di polarizzazione), e poi avvia il processo di avvicinamento punta-campione, passando un segnale al motore tramite il convertitore DAC-D. All'inizio non passa corrente nell'anello di retroazione, lo scanner è esteso al massimo verso il campione ed il motore a passo muove il campione verso la punta. Quando compare una corrente di tunnel il sistema di retroazione si

aggancia ed inizia a contrarre lo scanner. Il motore a passo avanza ancora la punta fino a che la corrente compare con lo scanner nella posizione di estensione a metà corsa. In queste condizioni il sistema di retroazione mantiene la corrente al valore  $I_0$  scelto dall'operatore.

La scansione del campione avviene fornendo un segnale a dente di sega agli elettrodi esterni dello scanner tubolare tramite i DAC-X e DAC-Y e gli amplificatori A1 e A2. Per mantenere costante il valore della corrente di tunnel  $I_t$  durante la scansione, il valore istantaneo di  $I_t$  viene confrontato dall'amplificatore differenziale al valore  $I_0$ . Un segnale proporzionale alla differenza ( $I_0 - I_t$ ) è amplificato (da A4 e A5) e passato all'elettrodo Z dello scanner, e memorizzato (dopo la conversione operata dall'ADC) nel computer come immagine topografica.

Per ottenere anche una mappa del potenziale di estrazione l'amplificatore A5 aggiunge alla tensione fornita all'elettrodo Z il segnale prodotto dal generatore G. In questo modo il segnale proporzionale alla modulazione della corrente di tunnel a frequenza  $\omega$  è estratto dal filtro passa-banda PF e dall'amplificatore sincrono (*lock-in*) SD, che usa come segnale di riferimento quello prodotto dal generatore G. La fase del segnale di riferimento può essere aggiustata dallo sfasatore PS. L'ampiezza della modulazione della corrente di tunnel viene memorizzata in quanto proporzionale alla radice quadrata del valore locale del potenziale di estrazione.

La misura delle curve I-V in un punto prescelto del campione si ottengono come segue. Si interrompe la retroazione (con l'interruttore K) per un breve tempo. La tensione dell'elettrodo interno del piezotubo è mantenuta costante dalla capacità C cosicché la punta si blocca alla distanza che era stata regolata dal sistema di retroazione. Un segnale a dente di sega  $U(t)$  prodotto dal convertitore DAC -  $U$ , viene sommato alla tensione di polarizzazione della punta ed il valore della corrente di tunnel viene digitalizzata e memorizzata dal computer. A questo punto l'interruttore K viene chiuso e il sistema di retroazione riprende il controllo della corrente di tunnel.

### **Struttura di un STM**

Al giorno d'oggi centinaia di tipi diversi di STM sono reperibili in letteratura, dato che si sono dovute trovare particolari soluzioni per assolvere a compiti specifici svariati. Qui si ricordano alcune caratteristiche che sono comuni a molti modelli.

La struttura della testa di misura di un STM deve soddisfare molti requisiti per poter offrire una buona efficienza. Il requisito più importante è la alta immunità al rumore, data la estrema sensibilità della larghezza della barriera di potenziale per l'effetto tunnel alle vibrazioni esterne, alle derive termiche, e alle interferenze elettriche ed acustiche.

Nell'ultimo decennio si è accumulata notevole esperienza nello schermaggio degli STM da agenti esterni, e il sistema antivibrazione e di compensazione termica può essere ormai scelto tra molte possibilità, in base alla specifica convenienza.

Un esempio di testa STM, dotata di compensazione della deriva termica per il posizionamento della punta rispetto al campione è mostrato in Fig. 50.

La base (1) porta due piezotubi coassiali: il tubo interno (2) funziona da scanner X,Y,Z mentre il tubo esterno (3) ha una doppia funzione: compensa le derive termiche stabilizzando la distanza punta-campione e inoltre è parte di un motore a passo inerziale che serve ad avvicinare la punta al campione. L'intera struttura della testa STM ha simmetria assiale che riduce le derive termiche nel piano X,Y parallelo alla superficie del campione.

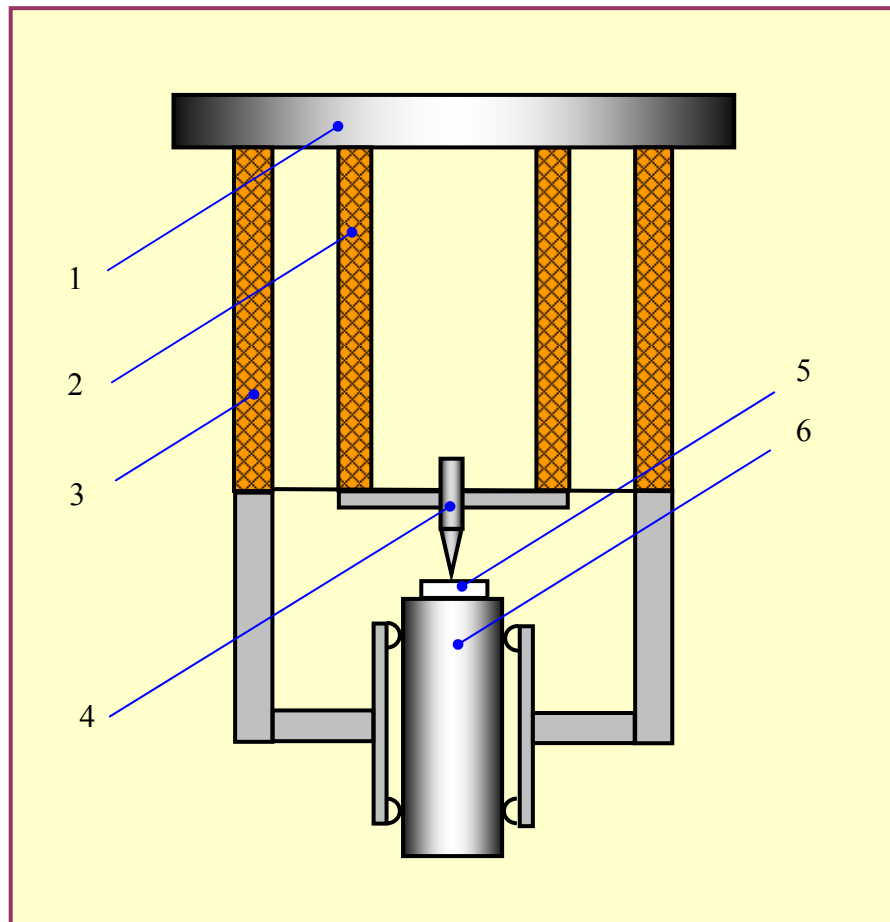


Fig. 50. Un esempio di struttura per testa di misura STM  
 1 – base; 2 – piezo-scanner tubolare;  
 3 – piezo-tubo per compensare la deriva termica esso fa parte di un motore piezo inerziale; 4 – punta; 5 – campione;  
 6 – cilindro portacampioni

### Spettroscopia STM

Per studiare le proprietà elettriche locali di una superficie il microscopio STM consente di misurare punto per punto le caratteristiche voltamperometriche (VAC) della giunzione tunnel. Polarizzando la giunzione con una tensione di circa 0.1–1 V e con correnti dell'ordine di 0.1÷1 nA, la resistenza della giunzione  $R_t$  risulta dell'ordine di  $10^8 \div 10^{10}$  Ohm. Di regola la resistenza  $R_S$  dei campioni studiati in STM è molto minore di  $R_t$ , perciò le curve VAC sono determinate sostanzialmente solo dalle proprietà di una microscopica area del campione intorno alla giunzione.

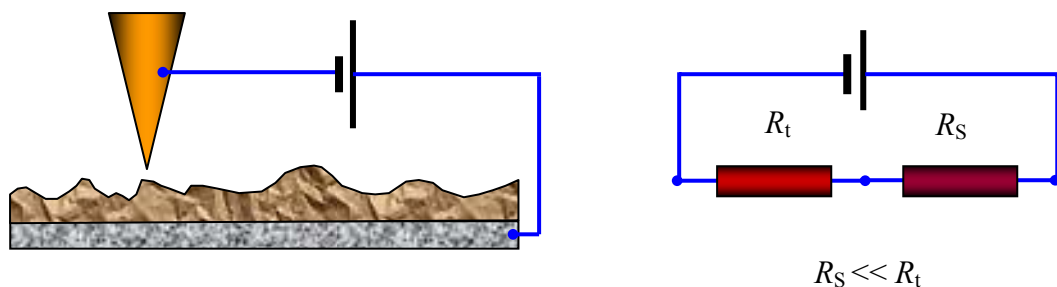
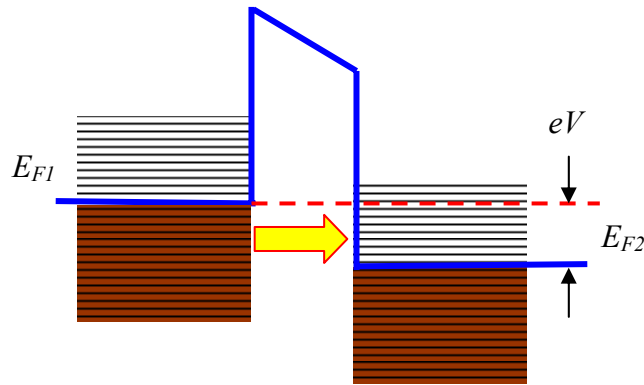


Fig. 51. Schema equivalente della giunzione tunnel

Le caratteristiche I-V in una giunzione tunnel dipendono essenzialmente dalla distribuzione degli stati energetici degli elettroni nel campione, come illustrato schematicamente in Fig. 52 .



**Fig. 52. Diagramma schematico degli stati elettronici in una giunzione tunnel tra due metalli**

Alla corrente di tunnel contribuiscono principalmente gli elettroni negli stati con energia prossima al livello di Fermi. Con polarizzazione positiva (Fig. 52) gli elettroni passano dagli stati occupati nella banda di conduzione (BdC) della punta agli stati liberi nella BdC del campione. Con polarizzazione inversa gli elettroni passano dal campione alla punta. Il valore della corrente di tunnel è determinato dalla tensione di polarizzazione, dalla larghezza della barriera e dalla densità degli stati in prossimità del livello di Fermi. Nel caso di uno spettro discreto di livelli energetici la espressione della corrente di tunnel è stato calcolato teoricamente [23-25], ed una approssimazione valida per uno spettro energetico quasi continuo [22, 26] è la seguente:

$$dI = A \cdot D(E) \rho_p(E) f_p(E) \rho_s(E) (1 - f_s(E)) dE ,$$

dove A è una costante;  $D(E)$  il coefficiente di trasmissione,  $\rho_p(E)$ ,  $\rho_s(E)$  la densità degli stati rispettivamente nella punta e nel campione e  $f(E)$  la funzione di distribuzione di Fermi. Nel caso più semplice di una barriera rettangolare a bassa temperatura e con l'assunzione che la densità degli stati in prossimità del livello di Fermi sia praticamente costante, la corrente di tunnel può essere scritta:

$$I(V) = B \int_0^{eV} \rho_s(E) dE$$

che mostra come la dipendenza della corrente di tunnel dalla tensione di polarizzazione sia in questo caso funzione solo della densità degli stati nel campione. Di conseguenza si può calcolare  $\rho_s(E)$  come derivata della corrente rispetto alla tensione applicata:

$$\rho_s(eV) \approx \frac{\partial I}{\partial V} .$$

Le misure di spettroscopia STM vengono di solito eseguite in vuoto (perché la corrente di tunnel è molto sensibile allo stato della superficie) e a bassa temperatura (perché le eccitazioni termiche introducono notevole rumore).



### La giunzione tunnel metallo - metallo

L'effetto tunnel per elettroni attraverso una barriera tra due metalli è stato studiato sperimentalmente assai prima dell'invenzione dell'STM [27, 28]. Come si è già ricordato per piccole tensioni di polarizzazione la corrente di tunnel ha un andamento lineare, e la conduttività della giunzione dipende essenzialmente dalla forma della barriera:

$$j_t = j_0(V) \exp\left[-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\phi^*} \Delta Z\right].$$

Per tensioni di polarizzazione più grandi la forma della barriera cambia e l'andamento della corrente è ben descritta dalla formula di Fowler-Nordheim. Una tipica curva I-V, per giunzione metallo-metallo è schematizzata in Fig. 53.

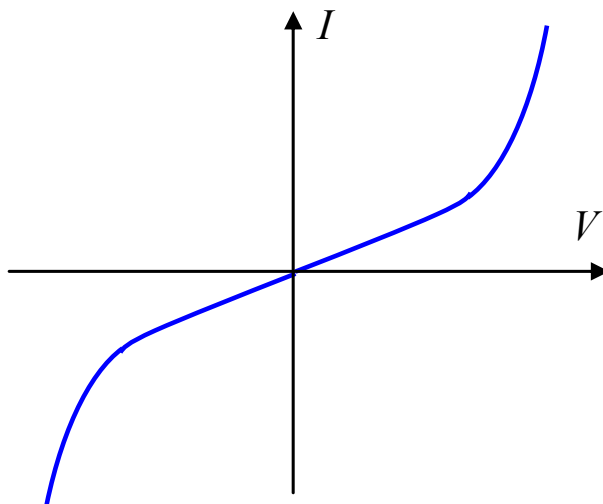


Fig. 53. Tipica curva I-V per giunzione metallo-metallo

La figura mostra come la curva sia, in questo caso, non lineare e praticamente simmetrica

### La giunzione tunnel metallo-semiconduttore

I campioni semiconduttori hanno una struttura più complessa per la densità degli stati elettronici.

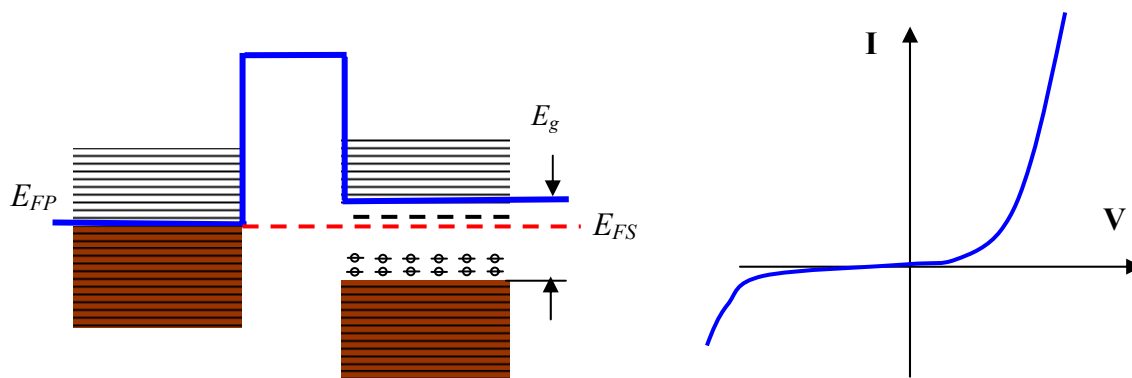


Fig. 54. Livelli energetici e curva I-V tipica per giunzione tunnel metallo-semiconduttore

La presenza di una banda di energia proibita e di livelli energetici dovuti alle impurezze rende fortemente non lineari e non simmetriche le curve I-V in giunzioni metallo-semiconduttore. In questo caso un ruolo importante hanno gli stati elettronici superficiali e i livelli energetici discreti introdotti dagli atomi di impurezze adsorbiti alla superficie. Per questo gli spettri STM nei semiconduttori vengono di solito eseguiti in vuoto spinto: la presenza incontrollabile di atomi adsorbiti dalla superficie complica in modo importante l'interpretazione degli spettri. Le eccitazioni termiche hanno l'effetto di allargare i livelli energetici discreti corrispondenti agli stati localizzati e di smussare i bordi delle bande di conduzione e di valenza. Un esempio di uno spettro ottenuto con un campione di GaAs [29] è mostrato in Fig. 55.

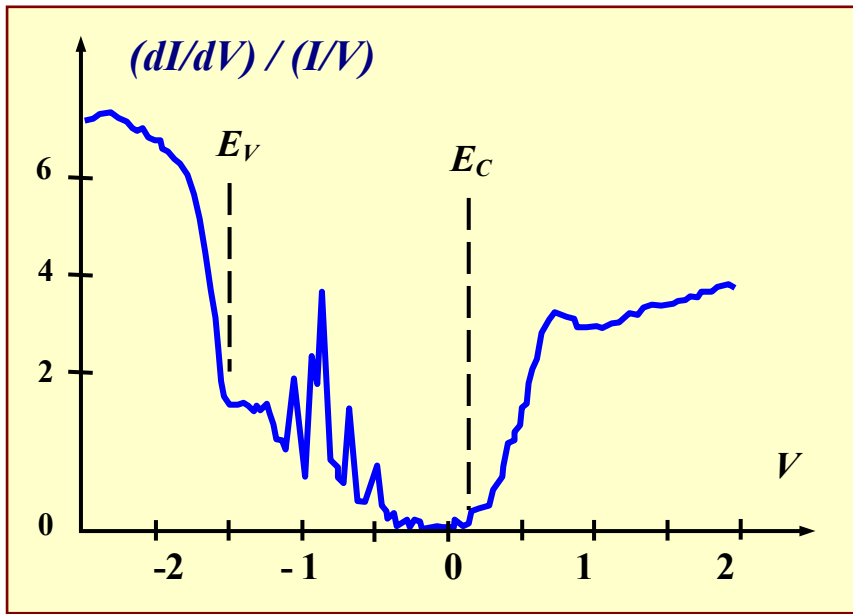


Fig. 55. Spettro STM di una superficie di cristallo n-GaAs

Gli spettri STM permettono di misurare la posizione dei bordi delle bande di conduzione e di valenza rispetto al livello di Fermi e di identificare entro la banda proibita i picchi dovuti agli stati di impurezze.

**La giunzione tunnel metallo-superconduttore**

Nei materiali superconduttori, al di sotto della temperatura critica avviene una transizione di fase in cui i livelli energetici degli elettroni cambiano. A bassa temperatura gli elettroni formano le coppie di Cooper e condensano su livelli energetici al di sotto della banda di conduzione, e da essa separati da una banda proibita  $\Delta$  [30]. La situazione è quella schematizzata in Fig. 56.

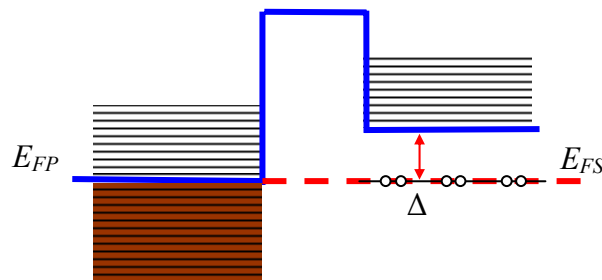
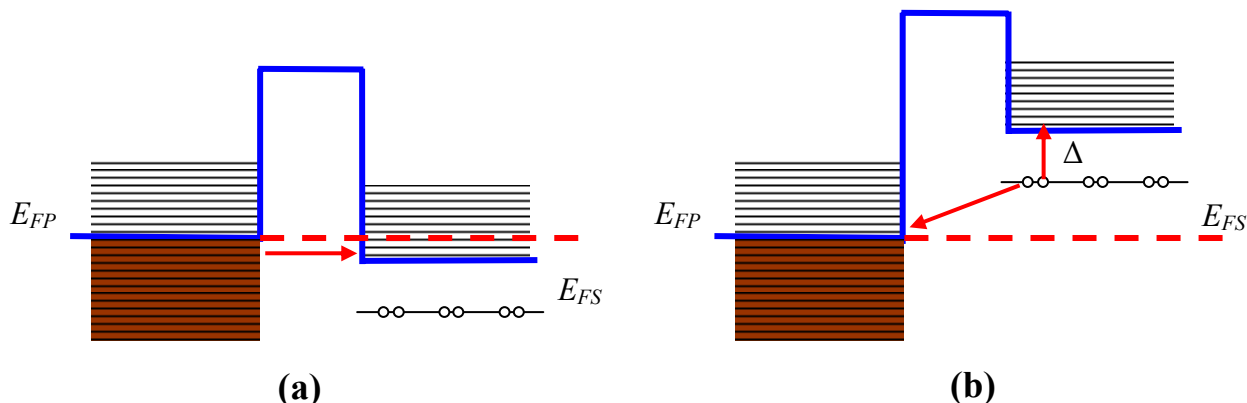


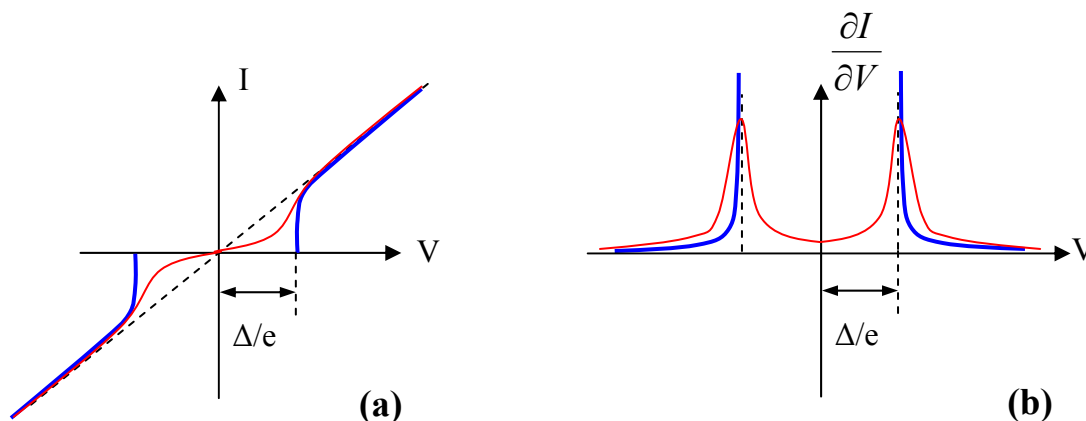
Fig. 56. Livelli energetici degli elettroni in una giunzione metallo-superconduttore

Con polarizzazioni positive la corrente di tunnel fluisce solo per tensioni tali che  $eV > \Delta$ . Nello schema semplificato, illustrato in Fig. 57 (a), trascuriamo la caduta di potenziale attraverso la barriera e il flusso di elettroni dalla punta agli stati liberi nella banda di conduzione del superconduttore



**Fig. 57. Livelli energetici degli elettroni in una giunzione metallo-superconduttore con polarizzazione diretta (a) e con polarizzazione inversa (b)**

Con polarizzazioni negative (Fig. 57(b)) la situazione è più complicata. Dato che l'energia si conserva, l'effetto tunnel avviene come segue. La coppia di elettroni si scinde; uno dei due elettroni perde energia passando ad uno stato libero vicino al livello di Fermi nella punta e l'altro acquista l'energia  $\Delta$  passando in uno stato eccitato nella BdC del superconduttore. La caratteristica I-V in una giunzione tunnel metallo-superconduttore alla temperatura  $T = 0$  contiene due rami per  $|eV| > \Delta$  (Fig. 58 (a)). Il corrispondente spettro della densità degli stati elettronici nel superconduttore è schematizzato in Fig. 58 (b).



**Fig. 58. Curve I-V per una giunzione metallo-superconduttore (a) e densità degli stati elettronici (b) a  $T = 0$  (in colore blu). (in colore rosso i grafici per  $T \neq 0$ )**

A temperature diverse da zero lo spettro STM viene smussato, descrivendo con minore precisione la densità degli stati elettronici nel superconduttore.

Una delle applicazioni della spettroscopia STM è lo studio delle proprietà elettriche in campioni disomogenei, ove la misura simultanea della morfologia e delle curve voltamperometriche punto

per punto permette di determinare la distribuzione delle diverse fasi delle strutture eterogenee. Ad esempio in un campione superconduttore si può memorizzare, insieme alla topografia, anche una mappa di curve I-V, dalle quali si può ottenere una mappa dei valori locali della banda di energia proibita  $\Delta = f(x,y)$  che caratterizza la distribuzione delle diverse aree superconduttive del campione.

## 2.2. Microscopia a forza atomica

La microscopia a forza atomica (AFM) fu inventata nel 1986 da Gerd Binnig, Calvin F. Quate e Christopher Herber [31]. Il principio di funzionamento di un AFM consiste nella misura della forza di interazione tra la punta e il campione, usando sonde particolari costituite da una leva elastica con una punta acuminata posta sulla estremità libera (Fig. 59). 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.

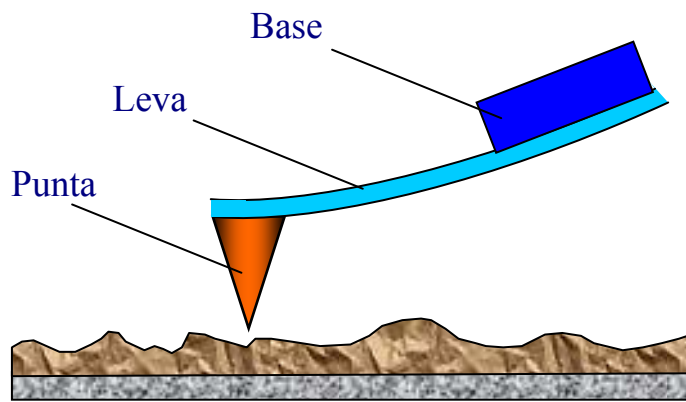


Fig. 59. Schema di una sonda AFM

Il funzionamento dell'AFM può essere esemplificato considerando ad esempio le forze di van der Waals [32]. L'energia potenziale di van der Waals tra due atomi, posti ad una distanza  $r$  l'uno dall'altro, è descritta dal potenziale di Lennard-Jones:

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left( \frac{r_0}{r} \right)^6 + \left( \frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}.$$

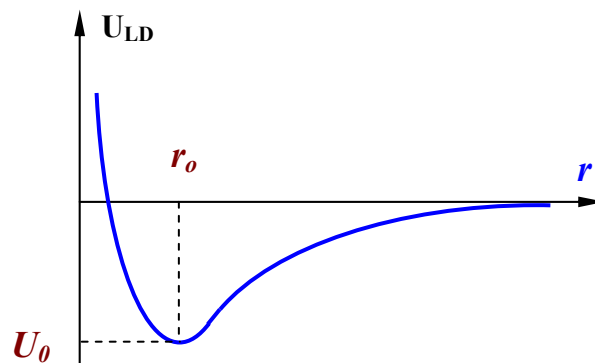


Fig. 60. Andamento qualitativo del potenziale di Lennard-Jones

Il primo termine descrive la forza attrattiva causata sostanzialmente dalla polarizzazione dipolo-dipolo e il secondo termine descrive la repulsione a corto raggio dovuta al principio di esclusione di Pauli. Il parametro  $r_0$  è la distanza di equilibrio tra gli atomi, ove il potenziale ha un minimo (Fig. 60).

Il potenziale di Lennard-Jones consente di stimare la forza di interazione punta-campione [33], sommando su tutti gli atomi della punta e del campione (Fig. 61).

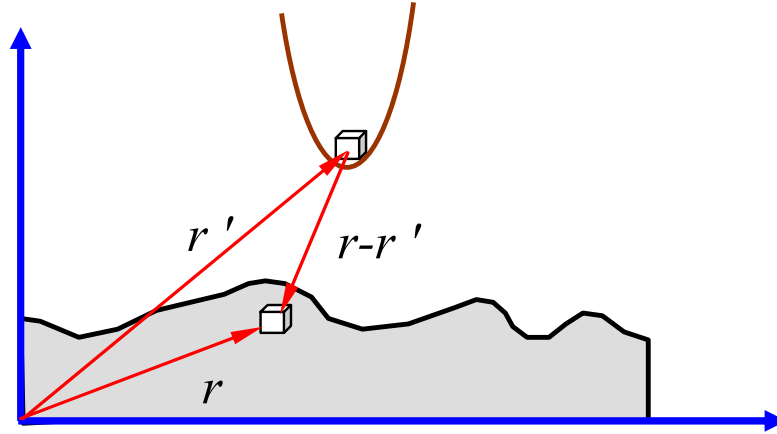


Fig. 61. How to calculate the energy of interaction between tip and sample atoms

L'energia di interazione punta-campione diventa:

$$W_{PS} = \iint_{V_P V_S} U_{LD}(r - r') n_P(r') n_S(r) dV dV',$$

dove  $n_S(r)$  e  $n_P(r')$  sono le densità di atomi nel campione e nella punta. Il calcolo della forza si ottiene per derivazione spaziale:

$$\vec{F}_{PS} = -grad(W_{PS}).$$

In generale la forza di interazione ha una componente normale alla superficie ed una laterale (che giace nel piano della superficie del campione), e la reale interazione è descritta da una funzione assai più complicata, ma le caratteristiche essenziali restano le stesse: la punta AFM viene attratta a grandi distanze e respinta a brevi distanze dal campione

L'acquisizione di una topografia AFM si può fare registrando le piccole deflessioni della leva, ad esempio utilizzando il metodo della leva ottica (tecnica detta *beam-bounce*) (Fig. 62)

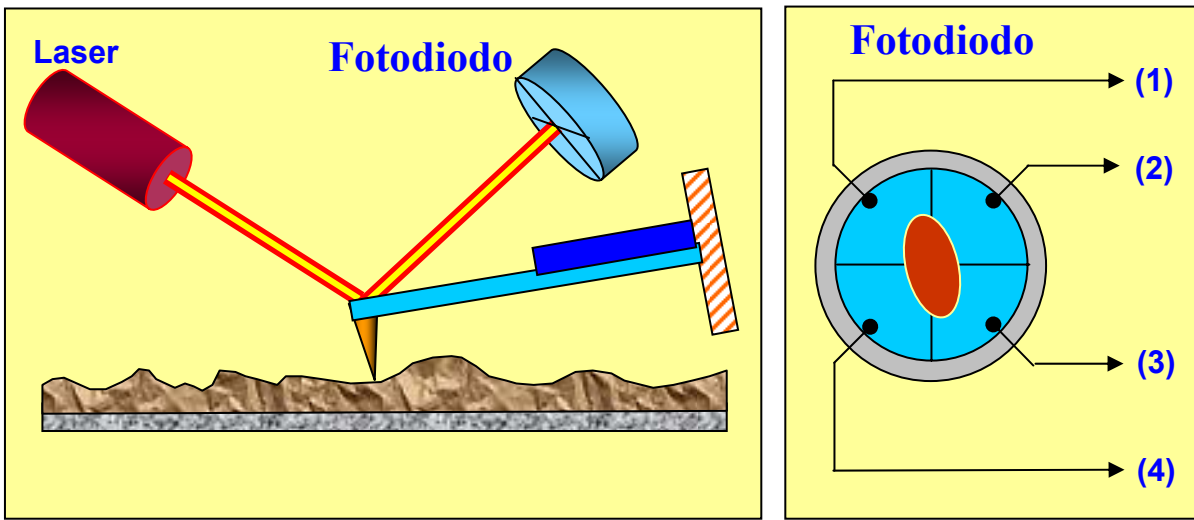


Fig. 62. Schema per rilevare le flessioni della leva con metodo ottico

Il sistema ottico è allineato in modo che il fascio emesso da un diodo laser viene focalizzato sulla leva, e il fascio riflesso colpisce il centro di un sensore ottico costituito da un fotodiodo diviso in quattro settori .

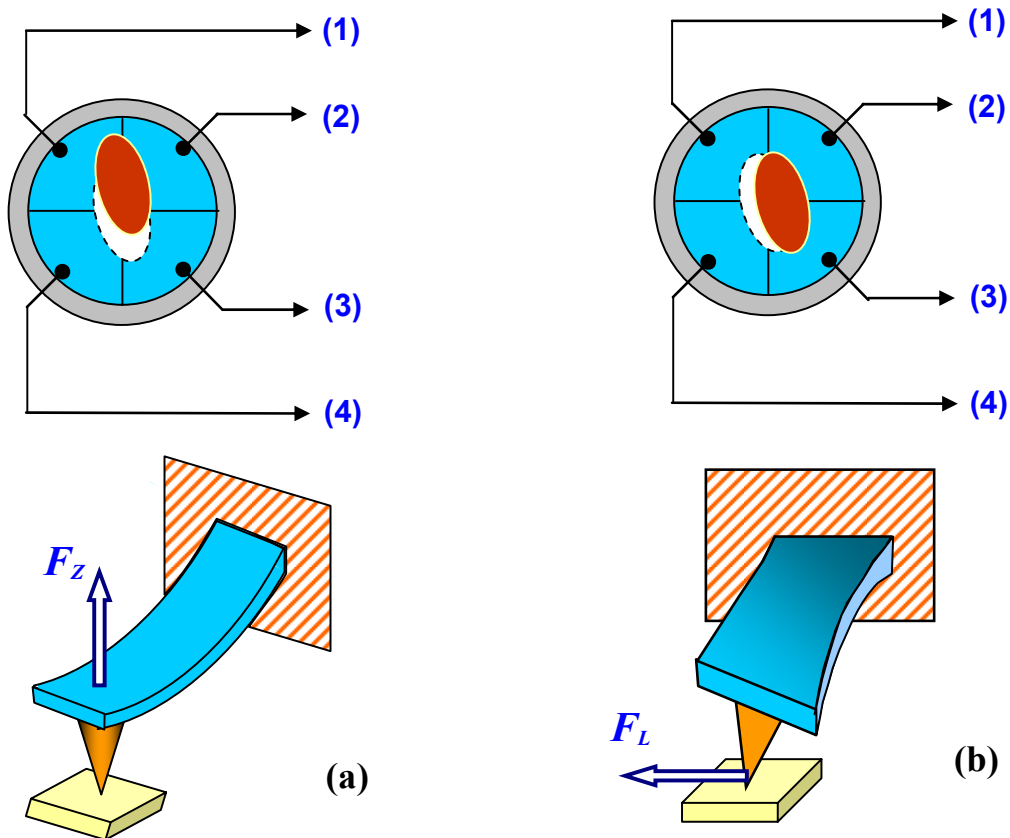


Fig. 63. Relazione tra i modi di flessione della leva (sotto) e gli spostamenti del fascio riflesso sul fotodiodo (sopra)

Questo dispositivo ottico può rivelare due tipi di forze: la flessione della leva soggetta a forza attrattiva o repulsiva ( $F_z$ ) e la torsione dovuta alla componente laterale ( $F_L$ ) delle interazioni punta-campione. Se i valori di riferimento delle fotocorrenti prodotte dai quattro settori del fotodiodo sono

detti  $I_{01}$ ,  $I_{02}$ ,  $I_{03}$ ,  $I_{04}$ , e  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$ ,  $I_4$  sono i corrispondenti valori quando la leva si è mossa, allora le differenze tra i diversi valori  $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$  caratterizzeranno l'intensità e la direzione dello spostamento della leva (per flessione o per torsione). Ad esempio la differenza

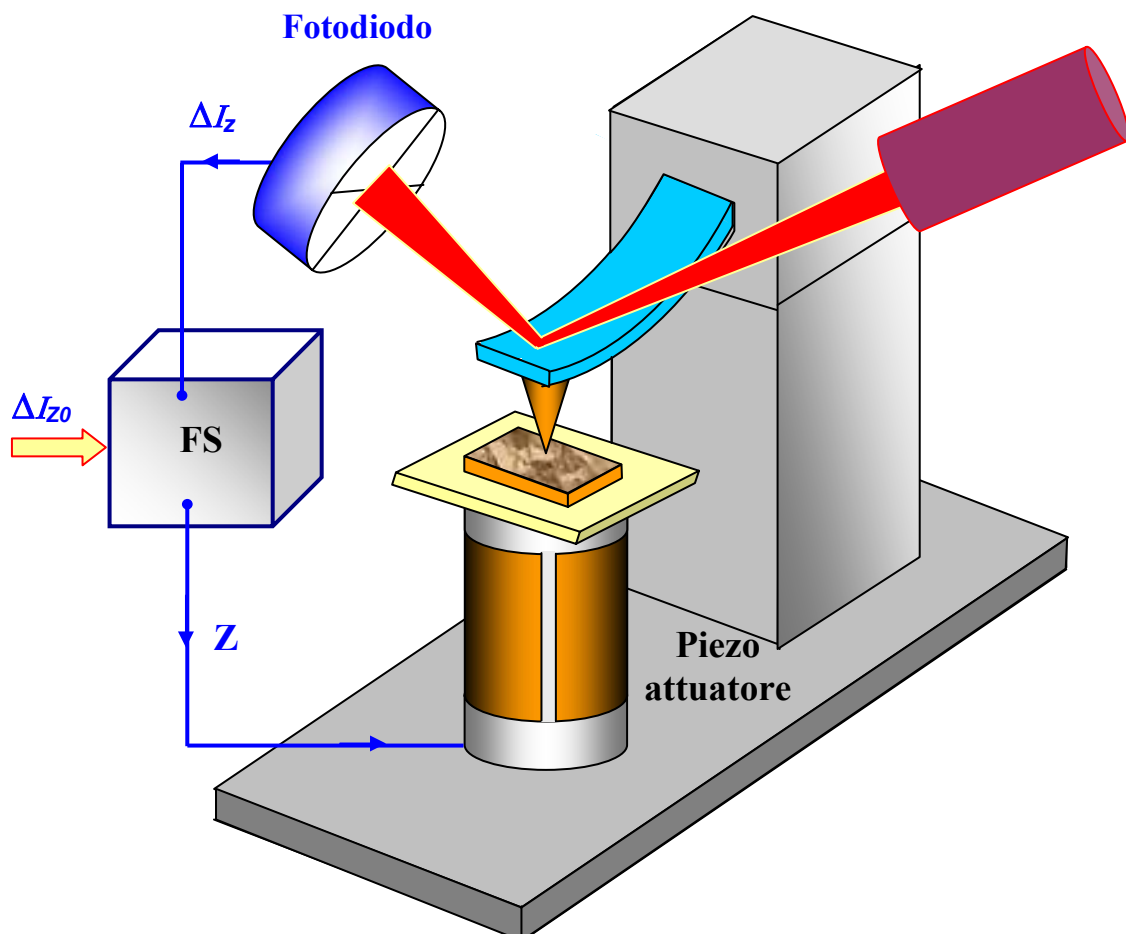
$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4)$$

è proporzionale alla flessione dovuta ad una forza normale alla superficie (Fig. 63(a)), mentre la seguente somma di differenze

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3)$$

misura la torsione dovuta alle forze laterali (Fig. 63(b)).

Il valore  $\Delta I_z$  è usato come segnale di ingresso nell'anello di retroazione dell'AFM (Fig. 64). Il sistema di retroazione (FS) mantiene  $\Delta I_z$  costante mediante l'attuatore piezoelettrico (scanner), che controlla la distanza punta-campione mantenendo la flessione  $\Delta Z$  uguale al valore  $\Delta Z_0$  prefissato dall'operatore.



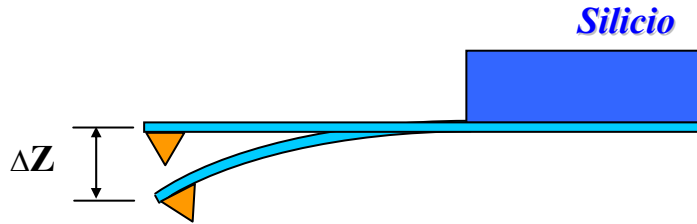
**Fig. 64. Schema semplificato della retroazione in un AFM con sensore a leva ottica**

Quando si scansiona un campione nella modalità  $\Delta Z = \text{costante}$  la tensione che pilota l'elettrodo  $Z$  dello scanner viene memorizzata in una matrice i cui indici sono numeri interi proporzionali ai valori delle tensioni fornite agli elettrodi  $X, Y$  tale matrice  $Z = f(x, y)$  costituisce l'immagine

topografica AFM. La risoluzione laterale di tale immagine dipende, oltre che dal raggio di curvatura della punta anche dalla sensibilità del sistema di rivelazione delle flessioni della leva. I moderni AFM sono in grado di fornire risoluzione atomica.

**Le sonde per AFM**

Le sonde per AFM sono di solito microscopiche leve elastiche dotate di una sottile punta all'estremità (Fig. 65), prodotte mediante fotolitografia ed attacco chimico di strati di silicio, SiO<sub>2</sub> o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> depositati su un wafer di silicio.



**Fig. 65. Disegno schematico di una sonda per AFM**

Una estremità della leva è bloccata alla base di silicio, e la punta è collocata alla estremità libera. Il raggio di curvatura dell'apice di una punta AFM è dell'ordine di 1 ÷ 50 nanometri a seconda del tipo di punta e di tecnologia di produzione. L'angolo di apertura all'apice è circa 10 ÷ 20°.

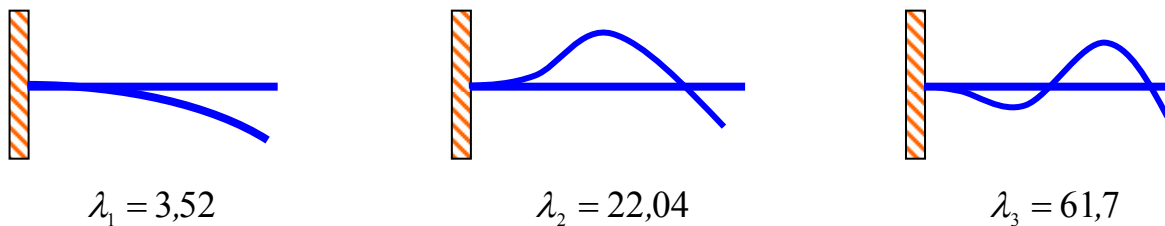
La forza F di interazione può essere stimata tramite la legge di Hooke:

$$F = k \cdot \Delta Z ,$$

ove *k* è la costante elastica della leva e  $\Delta Z$  lo spostamento della punta dovuto alla flessione della leva per effetto della interazione con il campione. Il valore di *k* varia nell'intervallo 10<sup>-3</sup> ÷ 10 N/m a seconda del materiale e della geometria della leva. La frequenza di risonanza è un parametro importantemell'uso di AFM con leva oscillante. Le frequenze dei modi normali di oscillazione di una leva sono dati dalla seguente relazione [34]:

$$\omega_{ri} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}} , \tag{3}$$

ove *l* è la lunghezza della leva; *E* il modulo di Young; *J* il momento di inerzia della sezione trasversale della leva;  $\rho$  la densità; *S* la sezione;  $\lambda_i$  un coefficiente numerico (nell'intervallo 1÷100) che dipende dal modo di oscillazione, come illustrato in Fig. 66.



**Fig. 66. Modi principali di oscillazione di una leva**



Le frequenze giacciono di solito nell'intervallo 10÷1000 kHz. Il fattore di merito  $Q$  delle oscillazioni dipende dal mezzo in cui la leva oscilla: tipici valori in vuoto sono  $10^3 - 10^4$ , il valore di  $Q$  scende a 300 – 500, e in liquido sotto a 10 – 100.

I due tipi principali di leve AFM sono a forma rettangolare o a forma triangolare a due bracci. Una rappresentazione schematica di leva rettangolare è mostrata in Fig. 67.

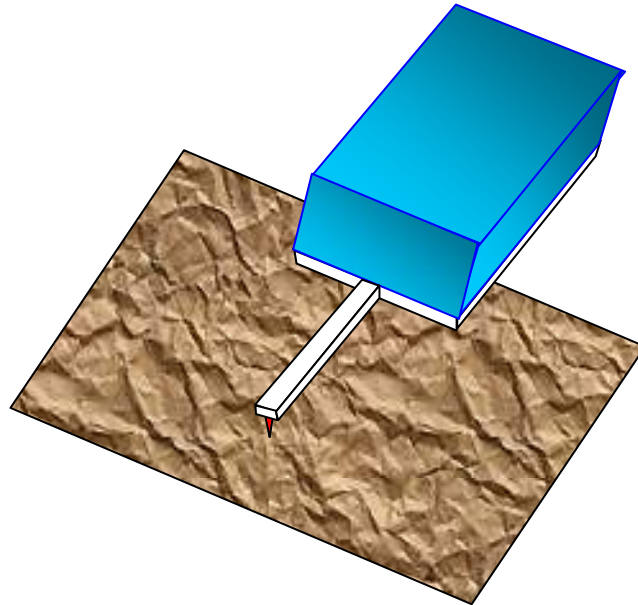


Fig. 67. Leva rettangolare

In Fig. 68, sono riportate fotografie SEM di una leva rettangolare commerciale (modello NSG - 11 prodotto da “NT-MDT”)

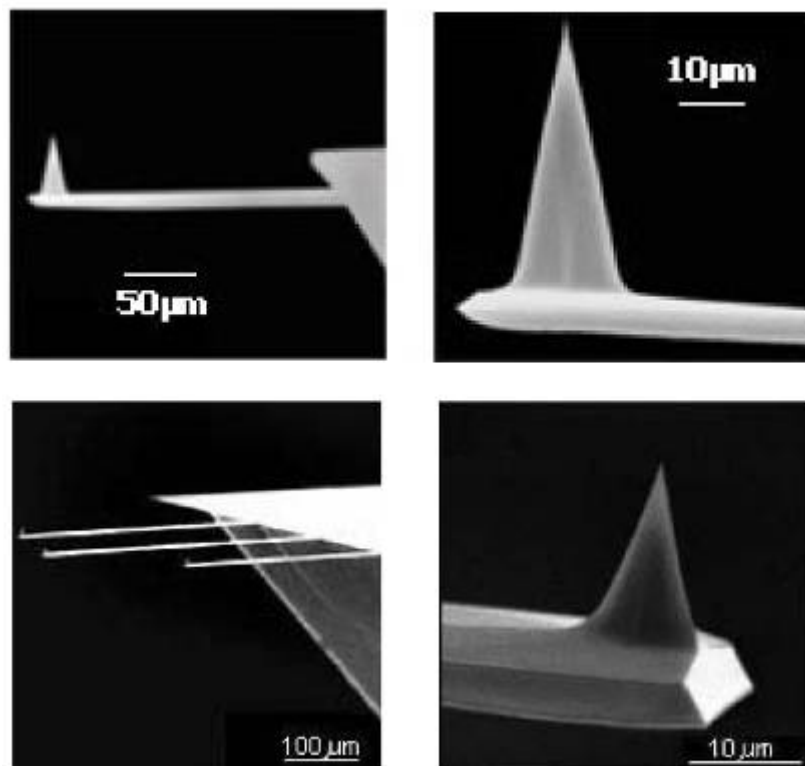
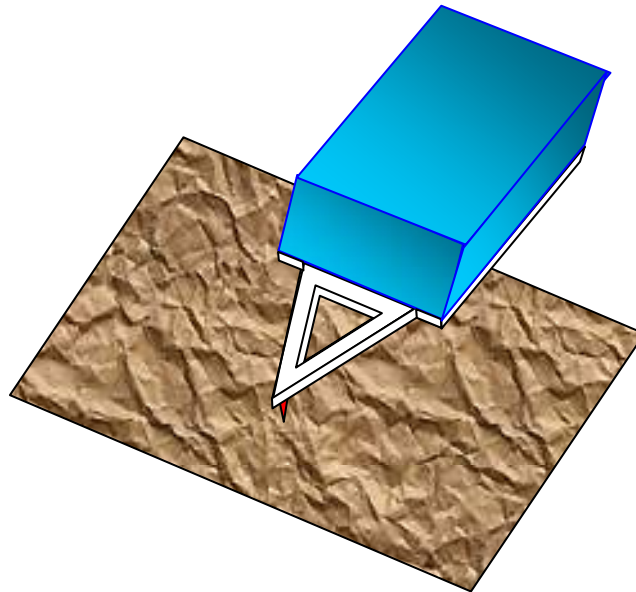


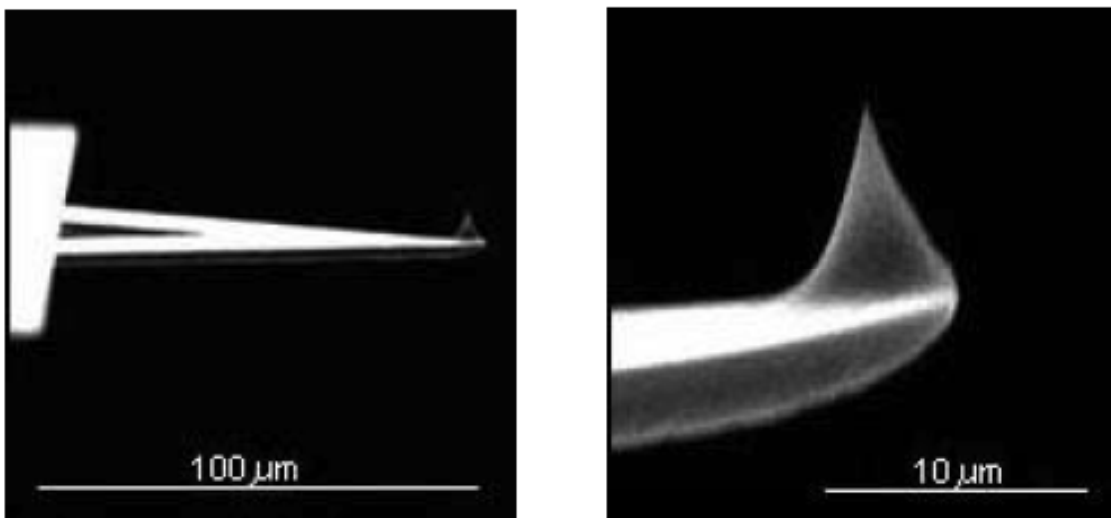
Fig. 68. Immagine SEM di leve rettangolari e dettagli delle punte [54]

Talvolta le sonde AFM portano leve di varie lunghezze (e quindi di diversa rigidità) su un unico supporto. In tal caso la leva viene selezionando focalizzando su di essa il fascio laser. Sonde con leva triangolare hanno maggiore rigidità, e quindi frequenza di risonanza più alta, e sono di solito usate con tecniche AFM con leva oscillante.



**Fig. 69. Leva triangolare**

Una rappresentazione schematica di leva triangolare è mostrata in Fig. 69 ed fotografia SEM in Fig. 70.

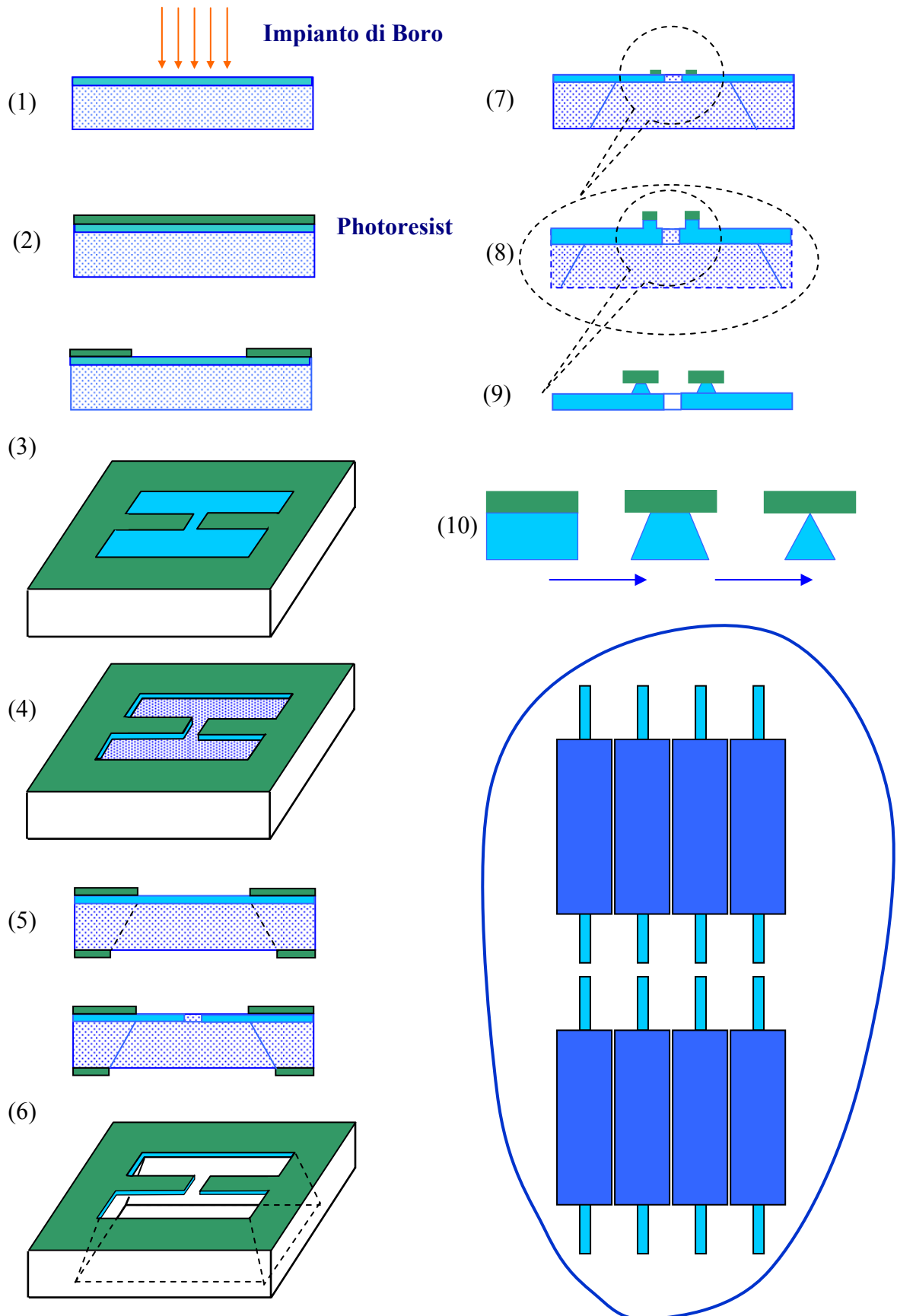


**Fig. 70. SEM images of AFM tip on a triangular cantilever [54].**

La produzione di sonde AFM è un processo tecnologicamente complesso che include fotolitografia impianto ionico e operazioni di attacco chimico e plasma-assistito. I passi essenziali di un esempio di processo di produzione di microleve AFM sono riassunti in Fig. 71.

**Le tecniche di produzione di sonde AFM**

Una delle tecniche possibili per la produzione di sonde è la seguente (Fig. 71).



**Fig. 71. Diversi stadi in una produzione di sonde AFM**

Si utilizza un wafer di silicio monocristallino (110): ed il primo passo consiste nella impiantazione di atomi di boro nel silicio fino alla profondità di circa 10 micron, seguita da riscaldamento (*annealing*) per far diffondere gli atomi impiantati nel reticolo cristallino. Il silicio drogato boro costituisce uno strato detto strato d'arresto (*stop-layer*), capace di fermare alcuni tipi di attacco chimico selettivo. Il secondo passo consiste nella deposizione di un sottile film di photoresist\* (Fig. 71, passo 2), che viene impressionato attraverso una maschera e poi rimosso per attacco chimico per la formazione delle microleve (passo 3). Parte delle aree non protette dal boro vengono rimosse mediante *plasma etching* (passo 4). Sulla faccia opposta del wafer una seconda fotolitografia produce una replica del photoresist sulle aree corrispondenti alle microleve (passo 5). Poi il wafer è coperto da un sottile strato di  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (passo 4). Poi il photoresist è rimosso e, sciogliendosi strappa via il sottile strato di  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nelle aree sovrastanti (passo 5). Il silicio viene sciolto da un attacco chimico selettivo che non aggredisce lo strato d'arresto (passo 6), e il photoresist viene lavato da uno speciale agente chimico. A questo punto si depositano per fotolitografia isole di photoresist sul retro delle microleve (passo 7). Poi si rimuove il silicio con un attacco chimico che lascia colonne solo sotto alle isole di photoresist (passo 8). Le punte vengono formate per attacco chimico assistito da plasma (RIE- *plasma etching*) a partire dalle colonne di silicio (passi 9,10).

Il risultato di queste operazioni è che su un wafer vengono prodotte alcune centinaia di microleve con la punta ad un estremo. Il retro delle leve viene ricoperto da un sottile film di metallo (Al, Au) per aumentare la riflettanza.

Per eseguire misure elettriche le sonde vengono ricoperte da un sottile strato di materiale conduttivo (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti,  $\text{W}_2\text{C}$ , etc.) e per eseguire misure magnetiche si usa uno strato in materiale ferromagnetico (Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt, etc.).

### **Le misure AFM in contatto (Contact-Mode)**

I metodi usati in AFM per acquisire immagini (sia topografiche che correlate alle varie proprietà locali del campione) si possono dividere in due gruppi: i modi *in contatto* (quasi-statici) e i modi *in non-contatto* (oscillatori).

Nelle modalità del primo gruppo la punta resta in contatto diretto con la superficie e la forza (attrattiva o repulsiva) che agisce tra gli atomi della punta e del campione è bilanciata dalla forza elastica generata dalla flessione della leva. Le leve che si usano in *contact-mode* hanno costante elastica relativamente piccola, il che offre maggiore sensibilità e riduce il rischio di eccessiva interazione tra punta e campione.

La modalità *in contatto* può essere eseguita sia a *forza costante* che a *distanza media costante* (tra punta e campione). Durante una scansione a forza costante il sistema di retroazione garantisce una flessione costante della leva e di conseguenza una forza di interazione (Fig. 72). In questa situazione la tensione applicata dal sistema di retroazione all'elettrodo Z dello scanner risulta proporzionale in ogni punto della superficie alla quota topografica.

Una scansione che mantiene costante la distanza media tra punta e campione ( $Z = \text{cost}$ ) si può usare con campioni la cui rugosità è molto piccola (pochi Angstrom). In questa modalità (detta anche *ad altezza costante*) la sonda, praticamente in assenza di retroazione, si muove ad una distanza dal

\* Il *photoresist* è usato in elettronica per predisporre le basette ramate alla fotoincisione, molto usata per la produzione di circuiti stampati. Ha la proprietà di poter essere "sciolto" facilmente dalla soda caustica nel caso venga impressionato dai raggi UV-A; inoltre è molto resistente alla corrosione da parte del cloruro ferrico se non impressionato (e quindi non sciolto dalla soda caustica).

campione  $Z_{av}$  che è circa costante (Fig. 73) e sono i valori  $\Delta Z$  della flessione della leva, proporzionali alla forza di interazione, che vengono registrati punto per punto. L'immagine AFM in questo caso descrive la distribuzione spaziale della forza di interazione.

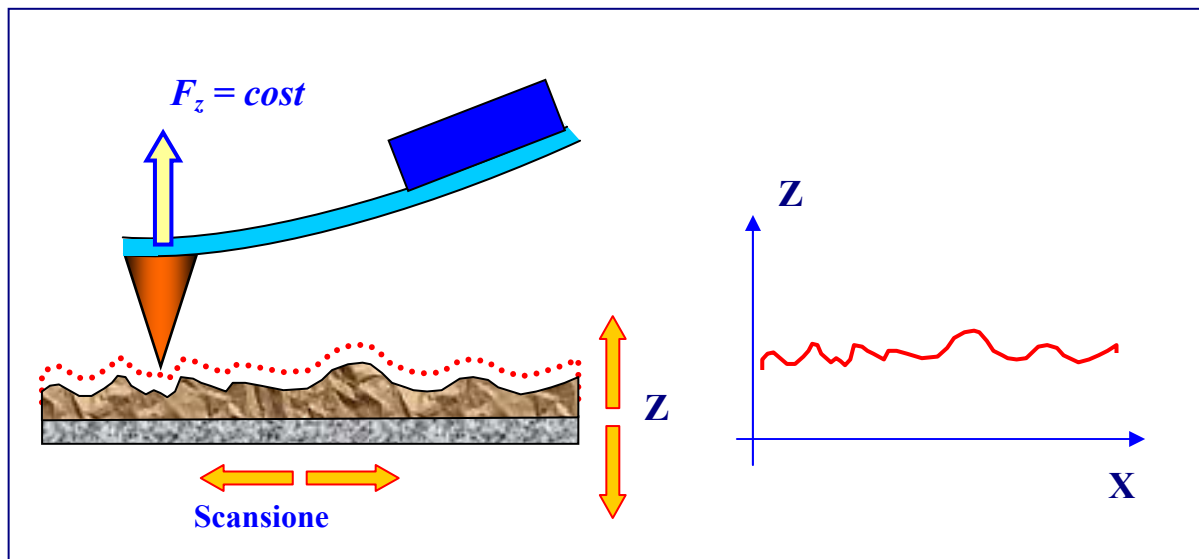


Fig. 72. Immagine AFM acquisita a forza costante

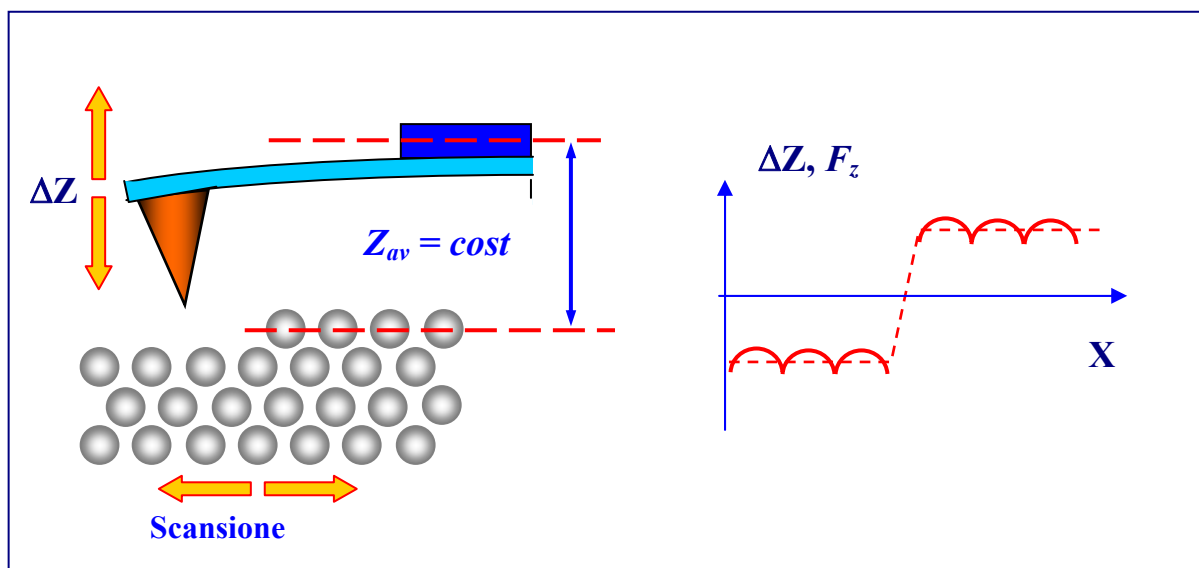


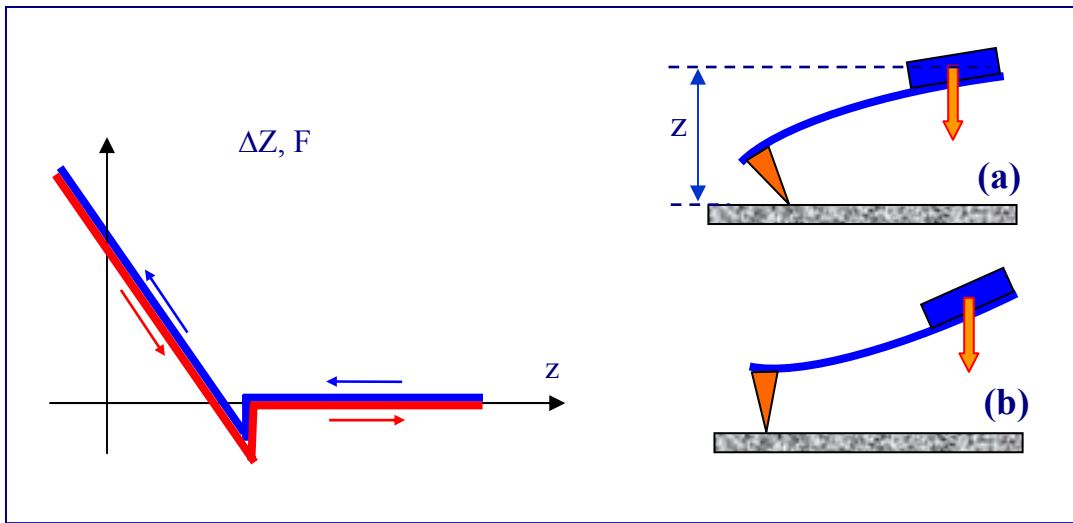
Fig. 73. Immagine AFM acquisita a distanza media costante (o altezza costante)

Uno svantaggio dei modi *in contatto* è l'interazione meccanica diretta tra punta e campione, che spesso produce il danneggiamento della punta o della superficie del campione. Si tratta quindi di tecniche non adatte a studiare campioni soffici quali sono ad esempio i materiali organici o biologici.

### Dipendenza della forza di interazione dalla distanza punta-campione

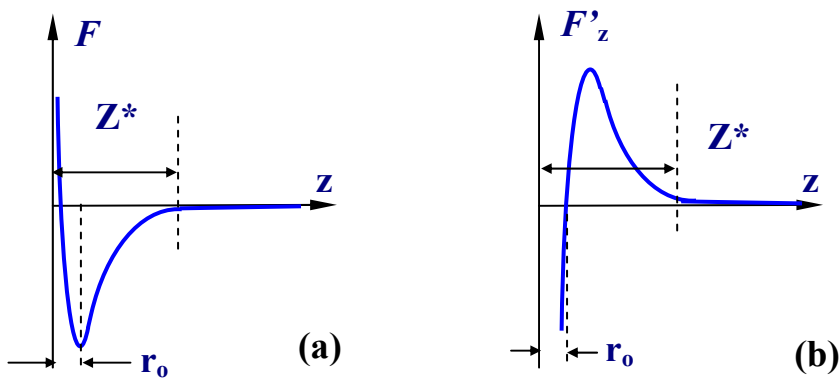
Le proprietà locali di una superficie possono essere caratterizzate con AFM anche misurando la dipendenza della forza di interazione dalla distanza, con la punta che si avvicina o che si allontana dalla superficie. Le cosiddette *curve forza-distanza* sono in realtà grafici della flessione  $\Delta Z$  della

leva in funzione della coordinata  $z$  (la distanza sonda-campione). Una tipica curva  $\Delta Z = f(z)$  è mostrata in Fig. 74.



**Fig. 74. Descrizione schematica della flessione  $\Delta Z$  della leva (proporzionale alla forza  $F$ ) in funzione della distanza  $z$  sonda-campione. Blu: avvicinamento. Rosso: allontanamento**

Durante l'avvicinamento alla superficie la punta entra nel campo delle forze attrattive. Ciò provoca una flessione verso la superficie (Fig. 74 (a)). Il balzo della punta contro la superficie è dovuto al forte gradiente della forza attrattiva in prossimità della superficie. Per un potenziale alla Lennard-Jones l'intervallo  $Z^*$ , ove è grande il gradiente  $F'_z$ , è circa 1 nanometro. L'andamento di una forza Lennard-Jones e della sua derivata rispetto a  $z$   $F'_z = dF/dz$  è mostrato schematicamente in Fig. 75.



**Fig. 75. Grafico schematico della forza (a) e del suo gradiente (b) in funzione della distanza punta-campione  $z$**

Il balzo verso la superficie si osserva solo se la costante elastica della leva è inferiore al massimo valore del gradiente della forza di interazione, come si può dedurre dall'equazione del moto:

$$m\ddot{z}_1 = -kz_1 + F(d + z_1),$$

ove  $d$  è la distanza in condizione di equilibrio  $z_1$  lo spostamento dalla posizione di equilibrio,  $F(z)$  la forza di interazione punta-campione,  $k$  e  $m$  la costante elastica e la massa della leva. Con una approssimazione lineare della funzione  $F(z)$  otteniamo:

$$F(d + z_1) = F(d) + F'_z(d) \cdot z_1$$

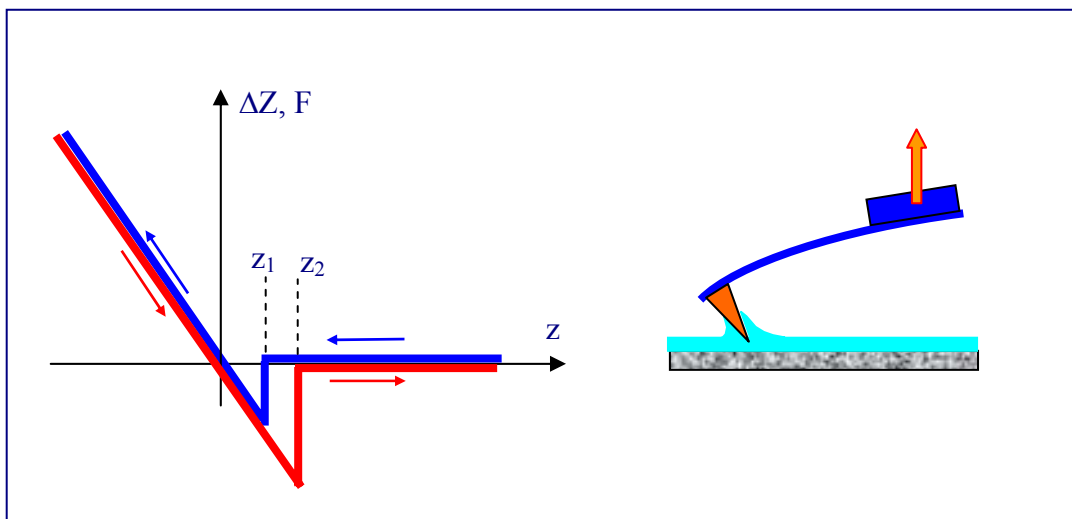
$$m z_1'' + [k - F'_z(d)] z_1 = F(d).$$

Con la sostituzione,  $z_2 = z_1 - \frac{F(d)}{k - F'_z(d)}$ , l'equazione si semplifica in:

$$z_2'' + \omega_0^2 z_2 = 0, \quad \omega_0^2 = \frac{k - F'_z(d)}{m}.$$

Da questa equazione risulta evidente che la frequenza di oscillazione  $\omega_0$  dipende dalla distanza  $d$ . Quando il gradiente della forza di interazione è maggiore di  $k$  allora  $\omega_0^2 < 0$ . Questa condizione corrisponde ad un equilibrio instabile di un pendolo invertito, che collassa facendo muovere la leva verso superficie.

Avvicinando ulteriormente la sonda al campione, la punta inizia a sentire una forza repulsiva, che flette la leva in direzione opposta (Fig. 74, (b)). La pendenza della curva  $\Delta Z = f(z)$  in questa regione è determinata dalle proprietà elastiche sia della leva che del campione. Se l'interazione è perfettamente elastica la curva registrata durante l'allontanamento della sonda dal campione coincide con quella registrata in avvicinamento, come in Fig. 74. Nel caso invece di campioni plastici (film di materiale organico o biologico) o anche per campioni coperti da uno strato sottile di materiale adsorbito, la forma della curva  $\Delta Z = f(z)$  è più complicata e dipende da effetti di plasticità o capillarità. Il caso di una curva di avvicinamento-allontanamento con un campione coperto da un film liquido è mostrato schematicamente in Fig. 76, ove è evidente una isteresi. In avvicinamento la punta viene bagnata dal liquido (distanza di "snap-on"  $z_1$ ), e si forma un menisco. La punta immersa nel liquido sente una forza aggiuntiva dovuta alla tensione superficiale, e in allontanamento si distacca dal liquido ad una distanza maggiore (distanza di "snap-off"  $z_2 > z_1$ ).

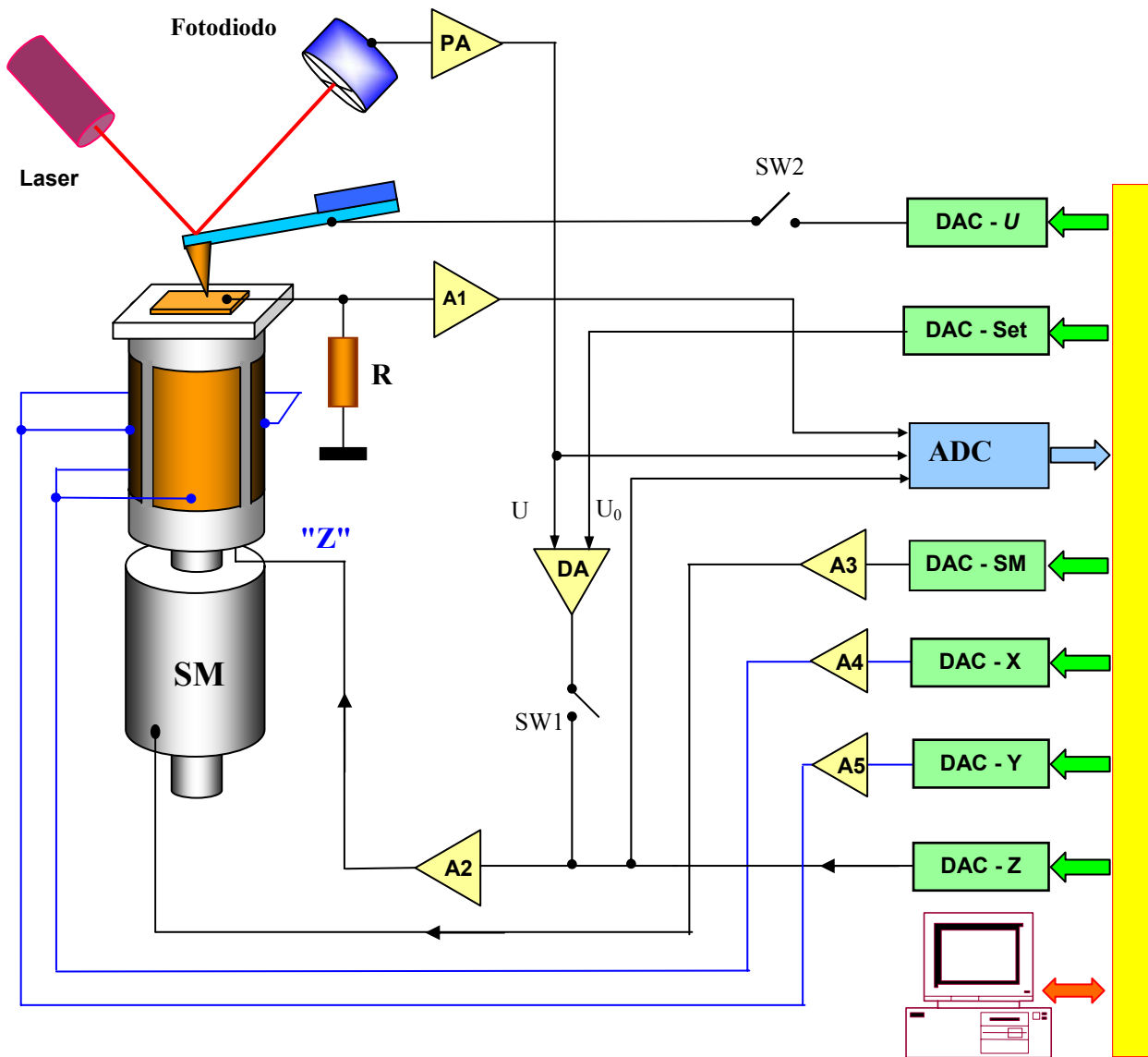


**Fig. 76. Diagramma schematico della flessione della leva  $\Delta Z$  (proporzionale alla forza  $F$ ) in funzione della distanza sonda-campione  $z$ , in presenza di un film liquido adsorbito.**

Di conseguenza la forma della curva  $\Delta Z = f(z)$  può fornire informazioni sulla interazione punta-campione, sulla durezza locale della superficie e sulla distribuzione delle forze di adesione.

**Il sistema di controllo di un AFM nella modalità a contatto**

La Fig. 77 mostra uno schema semplificato del sistema di controllo di un AFM nel caso di scansioni in *contact-mode*. Esso consiste di una parte digitale di solito implementata da un PC, ed una parte analogica di solito costituita da una elettronica separata. La parte digitale è fatta da un blocco di convertitori digitali/analogici (DAC) e da un blocco di convertitori analogico/digitali (ADC). I due convertitori DAC-X e DAC-Y provvedono alla scansione. L'anello di retroazione consiste di un preamplificatore PA integrato nella testa di misura, un amplificatore differenziale DA, un amplificatore di potenza A2 e l'attuatore piezoelettrico (canale Z dello scanner), che controlla la flessione della leva e quindi della interazione punta-campione. Nello stao iniziale l'interruttore analogico SW 1 è chiuso e SW2 è aperto.



**Fig. 77. Schema semplificato del sistema di controllo in modalità di contatto**

All'inizio si allinea il sistema ottico, focalizzando il fascio laser sulla leva, massimizzando la corrente totale del fotodiodo e minimizzando la differenza delle correnti prodotte dai settori contrapposti. Poi si sceglie, tramite il convertitore DAC-Set, un valore  $U_0$  per la tensione proporzionale alla flessione  $\Delta Z$  desiderata per la leva (che sarà mantenuta costante dal sistema di retroazione). A questo punto si inizia la procedura di avvicinamento punta-campione, fornendo, attraverso il convertitore DAC-SM il segnale di comando del motore a passo (SM). All'inizio il



segnale nell'anello di retroazione (proporzionale alla differenza tra le correnti erogate dai due settori del fotodiode) è inferiore al valore impostato dal DAC-Set, e lo scanner è esteso al massimo. Quando, durante l'avvicinamento, la leva si flette, il segnale differenziale cresce e il sistema avvia la procedura di ottimizzazione della dinamica dello scanner. Il motore a passo compie un ulteriore avvicinamento punta-campione e lo scanner si contrae (perché la retroazione mantiene costante la flessione) finché la superficie del campione raggiunge la posizione corrispondente al valore centrale dell'intervallo Z esplorato dallo scanner. A questo punto il microscopio è pronto per una scansione.

La scansione viene eseguita fornendo un segnale a dente di sega agli elettrodi esterni dello scanner tubolare tramite i due convertitori DAC-X e DAC-Y e i due amplificatori di potenza A4, A5. Durante la scansione il segnale differenziale del fotodiode (corrispondente ad una data flessione della leva) è mantenuto costante dalla retroazione, ( $F_z = \text{costante}$ ) e il segnale che pilota l'elettrodo Z dello scanner risulta proporzionale alla quota nella topografia della superficie. La retroazione agisce nel modo seguente: il segnale U, proporzionale alla corrente differenziale del fotodiode, è confrontato (tramite l'amplificatore differenziale DA), con il valore  $U_0$ , impostato all'inizio. Il segnale differenza  $\Delta U = U - U_0$  (detto anche "segnale di errore"), è amplificato da A2 e inviato all'elettrodo Z dello scanner. Lo scanner si estende o si contrae (rispetto alla posizione impostata dal DAC-Z), a seconda del segno di  $\Delta U$ , finché  $\Delta U$  diventa (praticamente) zero. In tal modo, durante la scansione, il segnale applicato all'elettrodo Z è proporzionale agli spostamenti in z eseguiti dallo scanner per mantenere costante la distanza punta-campione, ovvero alle modulazioni della superficie nella direzione z. Il segnale all'uscita del amplificatore differenziale viene memorizzato tramite il convertitore ADC come informazione sulla topografia della superficie ottenuta a forza costante.

Si può anche misurare, in punti prescelti della superficie, la dipendenza della flessione della leva dalla distanza sonda-campione:  $\Delta Z = f(z)$ . Per fare questo si interrompe la retroazione aprendo l'interruttore analogico SW1, e si applica un segnale a dente di sega all'elettrodo Z dello scanner tramite il convertitore DAC-Z. Contemporaneamente l'ADC registra l'uscita del preamplificatore PA, proporzionale alla flessione della leva, e quindi alla forza di interazione punta-campione.

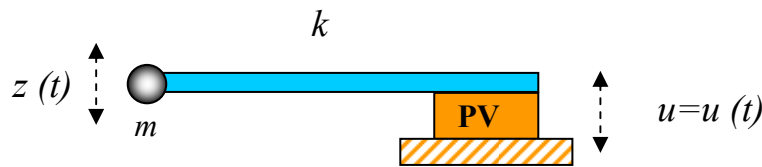
Le immagini AFM acquisite in modalità distanza media costante (detta anche ad altezza costante) si ottengono nel modo seguente. Si sceglie una (piccola) distanza punta-campione e si interrompe l'anello di retroazione (SW1 aperto) e si scansiona il campione memorizzando il segnale all'uscita del preamplificatore PA, proporzionale alla flessione della leva. In tal modo si ottiene una immagine che rappresenta la distribuzione spaziale  $F(x, y)$  della forza di interazione sull'area scansionata. In campioni con piccola rugosità le immagini ad altezza costante danno informazioni simili a quelle fornite dalle immagini a forza costante.

Si possono anche misurare curve I-V della corrente tunnel, su punti prescelti di un campione, se si usano leve conduttive. Per fare questo tipo di misura si chiude l'interruttore analogico SW2 e, tramite il convertitore DAC-U si applica alla leva un segnale a dente di sega di polarizzazione. Contemporaneamente si registra la tensione ai capi della resistenza R (amplificata da A1) che è proporzionale alla corrente di tunnel.

Come si è già detto, lo svantaggio delle modalità di acquisizione AFM in contatto è che nel contatto meccanico tra punta e campione si rischia il danneggiamento della punta, o anche del campione, nel caso si tratti di materiale soffice (organico o biologico). I campioni soffici si possono analizzare meglio usando una leva oscillante. Le modalità di acquisizione con leva oscillante riducono enormemente l'interazione punta-campione, e consentono inoltre di misurare un numero maggiore di proprietà locali della superficie.

**Oscillazioni forzate della leva**

La descrizione dettagliata delle oscillazioni di una leva AFM richiede una trattazione matematica complessa. Tuttavia gli aspetti essenziali della interazione di una leva oscillante con la superficie possono essere capiti usando modelli semplificati. In particolare, si può usare l'approssimazione di una leva con massa nulla e costante elastica  $k$ , caricata da una massa puntiforme  $m$  alla estremità libera [1]. Studiamo le oscillazioni indotte sulla leva per effetto di sollecitazioni prodotte da un piezovibratore PV, come schematizzato in Fig. 78.



**Fig. 78. Modello schematico di una leva elastica con massa puntiforme ad una estremità**

Il piezo-attuatore eccita la leva alla frequenza  $\omega$ :

$$u = u_0 \cos(\omega t).$$

L'equazione del moto del sistema è:

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0, \tag{4}$$

ove il termine  $\gamma\dot{z}$ , proporzionale alla derivata prima, descrive la forza viscosa, e  $F_0$  descrive la forza di gravità ed altre eventuali forze costanti. Una forza costante ha come unico effetto quello di spostare il punto di equilibrio del sistema e non influenza frequenza, fase e ampiezza dell'oscillazione. In equilibrio si ha  $F_0 = kz$ . Con la sostituzione di variabili:

$$z = z_1 + F_0 / k,$$

l'equazione del moto per lo spostamento  $z_1$  dalla posizione di equilibrio assume la forma:

$$m\ddot{z}_1 + \gamma\dot{z}_1 + kz_1 = ku_0 \cos(\omega t).$$

Definendo la frequenza di risonanza  $\omega_0 = \sqrt{k/m}$ , ed il fattore di merito  $Q = \omega_0 m / \gamma$ , otteniamo:

$$\ddot{z}_1 + \frac{\omega_0}{Q}\dot{z}_1 + \omega_0^2 z_1 = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t). \tag{5}$$

Riscriviamo l'equazione nel dominio dei numeri complessi  $\eta$ :

$$\ddot{\eta} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{\eta} + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t}. \tag{6}$$

dove  $i$  è l'unità immaginaria.

La soluzione generale è la sovrapposizione di una oscillazione smorzata con decremento  $\delta = \omega_0/2Q$  e una oscillazione forzata persistente con frequenza  $\omega$ . Cerchiamo la soluzione dello stato stazionario nella forma:

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t} . \quad (7)$$

Sostituendo la (7) nella equazione (6), otteniamo per l'ampiezza complessa a:

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}} .$$

Il modulo di a è l'ampiezza  $A(\omega)$  delle oscillazioni forzate:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}} . \quad (8)$$

La fase  $\varphi(\omega)$  dell'ampiezza complessa a è la differenza di fase tra la oscillazione stazionaria e la forzante  $u = u_0 \cos(\omega t)$ :

$$\varphi(\omega) = \arctg \left[ \frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \right] . \quad (9)$$

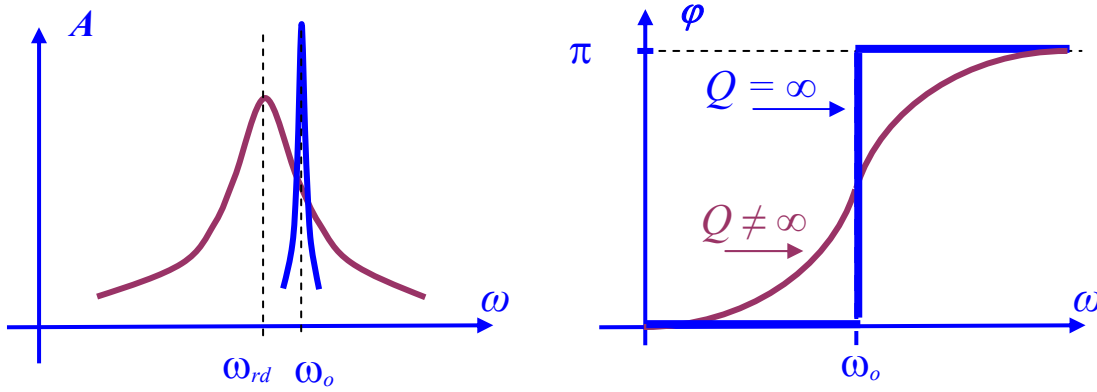
La relazione (8) descrive una oscillazione della punta con ampiezza  $A(\omega_0) = Q u_0$ , alla frequenza  $\omega_0$ , che è proporzionale al fattore di merito. Inoltre la presenza di dissipazione nel sistema (se  $\gamma \neq 0$  allora  $Q \neq \infty$ ) sposta la frequenza di risonanza. Infatti, differenziando il denominatore nella (6) rispetto a  $\omega^2$  e uguagliando a zero la derivata, otteniamo per la frequenza di risonanza  $\omega_{rd}$ :

$$\omega_{rd}^2 = \omega_0^2 \left( 1 - \frac{1}{2Q^2} \right) .$$

Lo spostamento della frequenza di risonanza per effetto della dissipazione è:

$$\Delta\omega = \omega_0 - \omega_{rd} = \omega_0 \left( 1 - \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \right) .$$

La curva di risposta nel grafico ampiezza-frequenza (campana di risonanza) si sposta a frequenza inferiore al crescere della dissipazione (Fig. 79).



**Fig. 79. Cambiamento della campana di risonanza e dello sfasamento al variare della dissipazione. In blu le curve in assenza di dissipazione.**

Per i valori normali del fattore di merito di leve in aria, la variazione della frequenza di risonanza dovuta alla dissipazione è piccola. Gli effetti principali della dissipazione sono la riduzione della ampiezza di oscillazione e l'allargamento della curva di risposta sia in ampiezza che in fase (Fig. 79).

**Oscillazioni della leva AFM in modalità non contatto**

Nelle scansioni condotte in modalità *non-contatto* l'ampiezza di oscillazione della leva è piccola: circa 1 nanometro. Durante l'avvicinamento, la leva sente una forza in più  $F_{PS}(z)$  dovuta all'interazione van der Waals con il campione. Per piccole oscillazioni attorno alla distanza  $z_0$  dalla superficie, questa forza può essere approssimata da una espansione in serie troncata al secondo termine:

$$F_{PS} = F_{PS0} + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot z(t) = F_{PS0} + F'_z \cdot z(t).$$

ove  $F'_z$  è il gradiente della forza alla distanza  $z_0$ . L'equazione del moto (4) diventa allora:

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0 + F_{PS0} + F'_z z.$$

Con la sostituzione di variabili:  $z = z + (F_0 + F_{PS0}) / k$ , si ottiene l'equazione:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + (k - F'_z) \cdot z = ku_0 \cos(\omega t),$$

ovvero, la presenza di un gradiente di forza produce una variazione della costante elastica efficace del sistema:

$$k_{eff} = k - F'_z.$$

L'equazione del moto (5) calcolata per una leva distante dalla superficie (il che rende trascurabile  $F'_z$ ) diventa, in presenza del gradiente di forza:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \left( \omega_0^2 - \frac{F'_z}{m} \right) \cdot z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t).$$

Le curve di risposta della ampiezza e della fase, in presenza del gradiente  $F'_z$ , diventano:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2 - F'_z/m)^2 + \omega^2 \omega_0^2 / Q^2}} \quad (10)$$

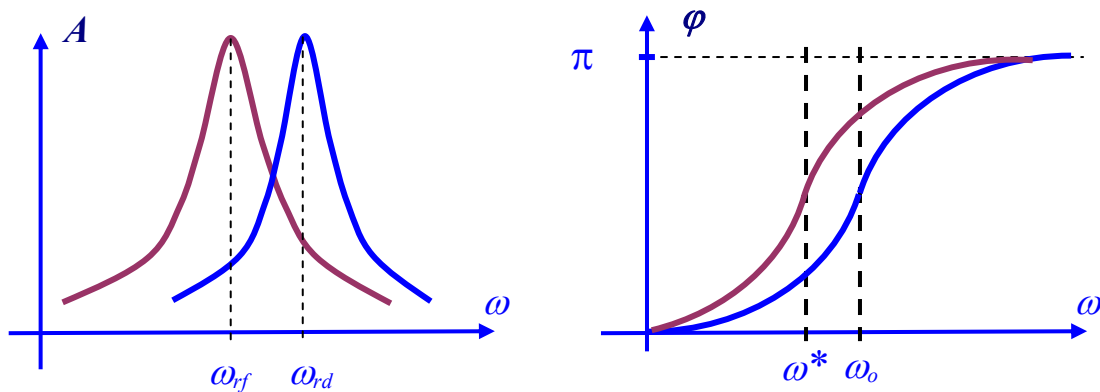
$$\phi(\omega) = \arctan \left[ \frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2 - F'_z/m)} \right] \quad (11)$$

Il gradiente di forza produce uno spostamento addizionale della frequenza di risonanza :

$$\omega_{rf}^2 = \omega_0^2 \left( 1 - \frac{1}{2Q^2} - \frac{F'_z}{k} \right) = \omega_{rd}^2 - \frac{F'_z}{m} .$$

ovvero:

$$\Delta\omega = \omega_{rf} - \omega_{rd} = \omega_{rd} \left( 1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{m\omega_{rd}^2}} \right) .$$



**Fig. 80. Cambiamento della campana di risonanza e dello sfasamento al variare del gradiente di forza**

La relazione (11) mostra che il gradiente di forza introduce uno spostamento della curva di risposta in fase tale che il punto di inflessione si ha alla frequenza  $\omega^*$ :

$$\omega^* = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \quad \text{e} \quad \Delta\omega = \omega_0 - \omega^* = \omega_0 \left( 1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \right) .$$

Se l'oscillazione forzata della leva lontano dalla superficie avviene alla frequenza  $\omega_0$ , lo sfasamento rispetto alla forzante vale  $\pi/2$ . Avvicinandosi alla superficie (assumendo  $F'_z < k$ ) lo sfasamento diventa:

$$\varphi(\omega_0) = \arctan\left[\frac{k}{QF'_z}\right] \approx \frac{\pi}{2} - \frac{QF'_z}{k}$$

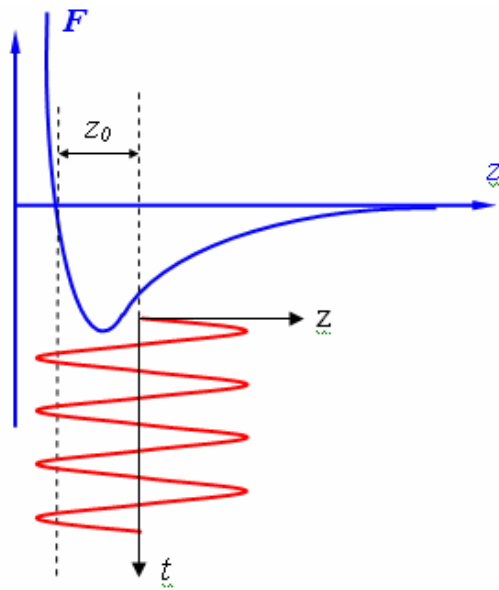
Ovvero la variazione di sfasamento dovuta al gradiente [35] vale:

$$\Delta\varphi = \frac{\pi}{2} - \varphi(\omega_0) \cong \frac{QF'_z}{k}$$

ed è quindi proporzionale al gradiente: questo effetto viene sfruttato per ottenere immagini AFM a contrasto di fase.

**Oscillazioni della leva AFM in modalità *semi-contacto***

Per rivelare variazioni in ampiezza e fase delle oscillazioni della leva in modalità *non contact* è richiesta una sensibilità molto elevata e una notevole stabilità nell’elettronica di controreazione. In pratica si usa più spesso la modalità detta "*semi-contact*" (“contatto intermittente” o anche "*tapping mode*”). In questa tecnica le oscillazioni forzate della leva vengono eccitate in prossimità della frequenza di risonanza con grande ampiezza (circa 10–100 nanometri). La leva in prossimità della superficie, durante la semioscillazione inferiore entra in contatto con la superficie del campione (ovvero entra nella regione delle forze repulsive come mostrato in Fig. 81).



**Fig. 81. Diagramma schematico di oscillazioni in modalità di "semi-contatto"**

Durante la scansione si registrano le variazioni di ampiezza e di fase. La forza di interazione consiste nella attrazione alla van der Waals forces più la forza elastica che si aggiunge durante il contatto. Se  $z_0$  è per la punta la distanza tra la posizione di equilibrio e il contatto, e  $F_{PS}(z(t))$  è la forza complessiva di interazione, allora l’equazione del moto della leva è:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 [z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)] = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS} [z(t)],$$

ove l’origine dell’asse  $z$  è sulla superficie. Va sottolineato che il “semi-contact mode” si realizza solo quando la distanza  $z_0$  è inferiore all’ampiezza di oscillazione:

$$z_0 < Q u_0 .$$

La descrizione teorica del "semi-contatto" è assai più complessa di quella del "non contatto", perché si tratta di risolvere una equazione non-lineare, in quanto la forza  $F_{PS}(z(t))$  non può essere linearizzata per piccoli valori di  $z$ . Tuttavia negli aspetti essenziali queste due tecniche si assomigliano – l'ampiezza e la fase delle oscillazioni dipendono dalla interazione punta-campione nella parte inferiore delle oscillazioni. E dato che in questo caso si ha contatto, si sente l'effetto della durezza locale della superficie.

Lo sfasamento tra il segnale di eccitazione e l'oscillazione stazionaria della leva può essere stimato considerando il processo di dissipazione che avviene durante l'interazione punta-campione. [36-38]. Un'oscillazione stazionaria l'energia fornita al sistema in un ciclo uguaglia l'energia dissipata in un ciclo. L'energia di eccitazione  $E_{EX}$  fornita dal piezo-vibratore è

$$E_{EX} = \int_t^{t+2\pi/\omega} k u_0 \cos(\omega t) \cdot \frac{dz}{dt} dt .$$

L'energia dissipata consiste di due termini: quello dovuto all'interazione della leva con l'aria  $E_{PA}$  e quello dovuto all'interazione di contatto punta-campione  $E_{PS}$ :

$$E_{PA} = \int_t^{t+2\pi/\omega} \frac{m\omega_0}{Q} \left( \frac{dz}{dt} \right)^2 dt \quad E_{PS} = \int_t^{t+2\pi/\omega} F_{PS}(z) \frac{dz}{dt} dt .$$

La condizione di stazionarietà è:

$$E_{EX} = E_{PA} + E_{PS} .$$

La soluzione stazionaria può essere scritta  $z = A \cdot \cos(\omega t + \varphi)$ , che, sostituita nella relazione precedente, dà:

$$E_{PS} = E_{EX} - E_{PA} = \frac{\pi k u_0 A}{Q} \sin(\varphi) - \frac{\pi k \omega A^2}{\omega_0 Q} ,$$

relazione che permette di ricavare lo sfasamento  $\varphi$  in funzione dell'energia dissipata nella interazione punta-campione  $E_{PS}$ :

$$\sin \varphi = \frac{\omega A}{\omega_0 u_0} + \frac{Q E_{PS}}{\pi k u_0 A} .$$

L'acquisizione delle immagini AFM nella modalità "semi-contatto" avviene come segue. Il piezo-vibratore eccita la leva alla frequenza  $\omega$  (prossima ad una risonanza) con ampiezza  $A_\omega$ . Durante la scansione la retroazione mantiene costante l'ampiezza di oscillazione al valore  $A_0$ , impostato dall'operatore ( $A_0 < A_\omega$ ). La tensione fornita dall'anello di retroazione all'elettrodo Z dello scanner viene memorizzata come immagine topografica. Contemporaneamente si memorizza la variazione dello sfasamento come immagine a "contrasto di fase". Un esempio di topografia e di immagine a contrasto di fase ottenuta da un film di polythene [12] con la modalità "semi-contatto" è mostrata in Fig. 82.

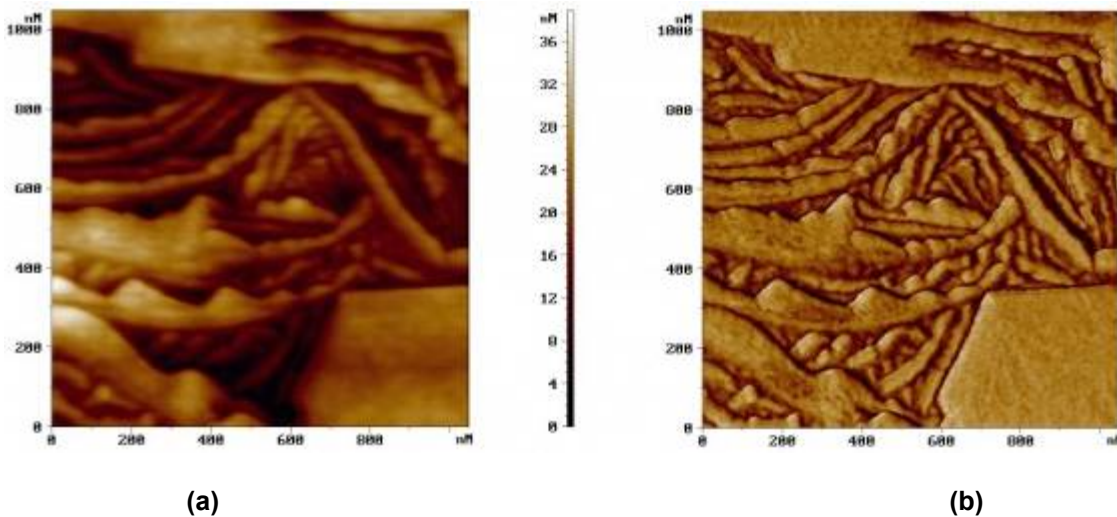


Fig. 82. Immagini AFM di film di polythene, ottenute in "semi-contatto" ("tapping mode")  
 (a) – topografia ottenuta mantenendo l'ampiezza costante;  
 (b) – corrispondente distribuzione dello sfasamento ("phase image")

### 2.3. Microscopia a forza elettrica (EFM)

In EFM si usano le interazioni punta-campione di tipo elettrico per studiare le proprietà locali della superficie. Si utilizza una sonda costituita da leva e punta ricoperte da un sottile strato conduttore.

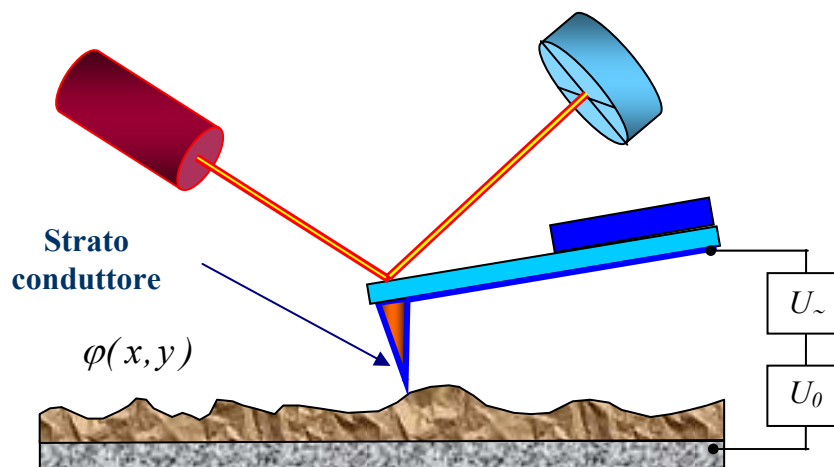


Fig. 83. Diagramma schematico di sonda per EFM

Tra sonda e campione si applica la somma di una tensione costante  $U_0$  ed un segnale sinusoidale  $U_{\sim} = U_1 \cdot \sin(\omega t)$ . Se lo strato superficiale del campione è un semiconduttore o un dielettrico, la carica indotta alla superficie produce una distribuzione di potenziale  $\varphi(x, y)$ . La differenza di potenziale tra punta e campione è quindi:

$$U = U_0 + U_1 \cdot \sin(\omega t) - \varphi(x, y)$$

e la capacità  $C$  tra punta e campione, per effetto della tensione  $U$ , immagazzina l'energia:

$$E = \frac{CU^2}{2}$$



La forza elettrica tra punta e campione può essere scritta come:

$$\vec{F} = -\text{grad}(E),$$

e in particolare la componente lungo Z della forza elettrica è:

$$F_z = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} = -\frac{1}{2} \left[ U_0 - \varphi(x, y) + U_1 \cdot \sin(\omega t) \right]^2 \frac{\partial C}{\partial z}.$$

che, ricordando l'identità  $\sin^2(\omega t) = [1 - \cos(2\omega t)]/2$ , può essere scritta:

$$F_z = -\frac{1}{2} \left\{ \left[ U_0 - \varphi(x, y) \right]^2 + 2 \left[ U_0 - \varphi(x, y) \right] U_1 \sin(\omega t) + \frac{1}{2} U_1^2 \left[ 1 - \cos^2(\omega t) \right] \right\} \frac{\partial C}{\partial z}$$

La forza può essere scritta come somma di tre componenti:0

$$F_{z(\omega=0)} = -\left\{ \frac{1}{2} \left( (U_0 - \varphi(x, y))^2 + \frac{1}{2} U_1^2 \right) \right\} \frac{\partial C}{\partial z} \quad \text{componente costante;}$$

$$F_{z(\omega)} = -\left[ (U_0 - \varphi(x, y)) \cdot U_1 \sin(\omega t) \right] \frac{\partial C}{\partial z} \quad \text{componente alla frequenza } \omega;$$

$$F_{z(2\omega)} = \left\{ \frac{1}{4} U_1^2 \cos(2\omega t) \right\} \frac{\partial C}{\partial z} \quad \text{componente alla frequenza } 2\omega.$$

Usando un lock-in si può misurare l'ampiezza della oscillazione alla frequenza  $2\omega$  e questo consente di ottenere una mappatura della quantità  $C'_z(x, y)$ , ovvero della derivata della capacità rispetto alla coordinata z. Questa tecnica, detta Scanning Capacitance Microscopy (SCM) [39]), consente di studiare le proprietà dielettriche locali di strati sepolti.

Per ottenere elevata risoluzione in SCM la forza elettrica deve essere essenzialmente quella dovuta alla interazione punta-campione  $F_{PS}$ , che nella semplice approssimazione di condensatore piano può essere scritta:

$$F_{PS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{\pi R^2}{h^2},$$

ove  $\alpha$  è una costante, R il raggio di curvatura dell'apice della punta, h la distanza punta superficie (o lo spessore di un film dielettrico sulla superficie). Analogamente la forza elettrica leva-campione  $F_{CS}$  può essere scritta:

$$F_{CS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{LW}{H^2},$$

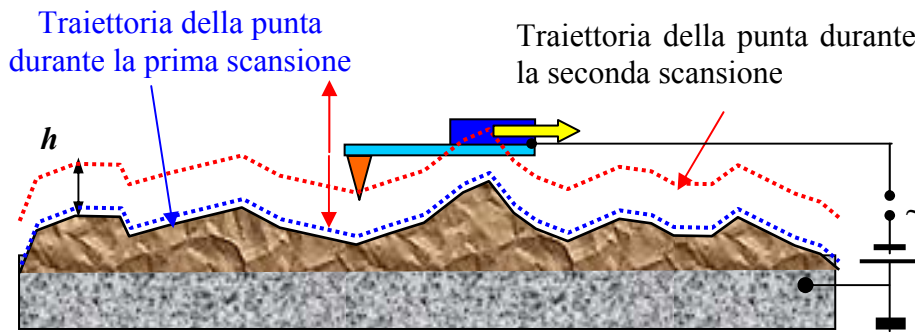
ove L e W sono lunghezza e larghezza della leva, e H la distanza leva- superficie (definita dalla lunghezza della punta). Affinchè sia  $F_{PS} > F_{CS}$  la distanza h deve essere molto piccola, ovvero:

$$h < \sqrt{\frac{\pi R^2 H^2}{LW}}.$$

Per valori tipici dei parametri delle normali sonde ( $L \sim 100 \mu\text{m}$ ,  $W \sim 30 \mu\text{m}$ ,  $H \sim 30 \mu\text{m}$ ,  $R \sim 10 \text{nm}$ ) si ottiene per  $h$  il valore limite:

$$h < 10 \text{ nm.}$$

Dato che il valore di  $\partial C / \partial z$  dipende dalla distanza punta-campione, in SCM si usa la tecnica della “doppia scansione”. Per ogni linea di scansione si usa la seguente procedura. Si esegue una prima scansione con la leva, eccitata dal piezo-vibratore ad una frequenza prossima ad una risonanza  $\omega_0$  e si memorizza la topografia AMF in modo “semi-contatto”. Poi la sonda viene allontanata dalla superficie alla distanza  $h$ , e si applica un segnale (alla frequenza  $\omega = \omega_0$ ) tra punta e campione e si ripete la scansione della linea (Fig. 84). Durante la seconda scansione la sonda passa sulla superficie seguendo una traiettoria che ripete la topografia precedentemente memorizzata. In questo modo, dato che la distanza  $h$  tra punta e campione resta costante, le variazioni di ampiezza di oscillazione alla frequenza  $2\omega$  saranno dovute a variazioni di capacità punta-campione (ovvero a variazioni locali delle proprietà dielettriche del campione).



**Fig. 84. La tecnica EFM a doppia scansione (SCM)**

La componente della modulazione di ampiezza a frequenza  $2\omega$  può essere rivelata mediante un lock-in pilotato da un segnale sincrono a frequenza  $2\omega$ . L'immagine EFM così ottenuta è la matrice  $C'_z(x, y)$  che descrive le proprietà dielettriche locali del campione.

Se invece si pilota il lock-in con frequenza di riferimento  $\omega$  si può studiare la distribuzione del potenziale superficiale  $\phi(x, y)$  (tecnica detta “*Kelvin probe microscopy*” [40]).

Anche la *Kelvin probe microscopy* è una tecnica a doppia scansione. Usando un generatore di segnale controllato in tensione (VCVS= *Voltage-Controlled-Voltage-Source*), il valore del segnale  $U_0$  è controllato da un sistema di retroazione in modo tale da annullare l'ampiezza delle oscillazioni della leva alla frequenza  $\omega$ . Ciò avviene quando  $U_0(x, y) = \phi(x, y)$  in ogni punto  $(x, y)$  della superficie. Un esempio di topografia e di mappatura del potenziale superficiale ottenuta in un film composito contenente azobenzene [41] è riportato in Fig. 85. Nella mappatura del potenziale superficiale sono evidenziate le molecole di azobenzene che sono dotate di forte momento di dipolo.

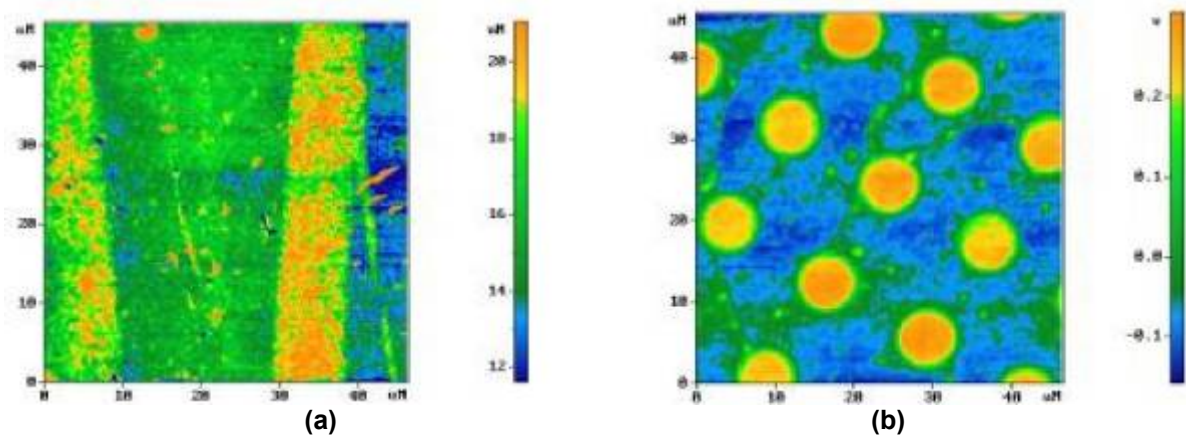


Fig. 85. Topografia (a) e mappa del potenziale superficiale (b) in un film di azobenzene

## 2.4. Microscopia a forza magnetica (MFM)

Il microscopio a forza magnetica (MFM) [42, 43] è stato inventato da Y. Martin e H.K. Wickramasinghe nel 1987. Si tratta di un AFM dotato di una sonda con punta ricoperta da un film di materiale magnetico  $\vec{M}(\vec{r})$ .

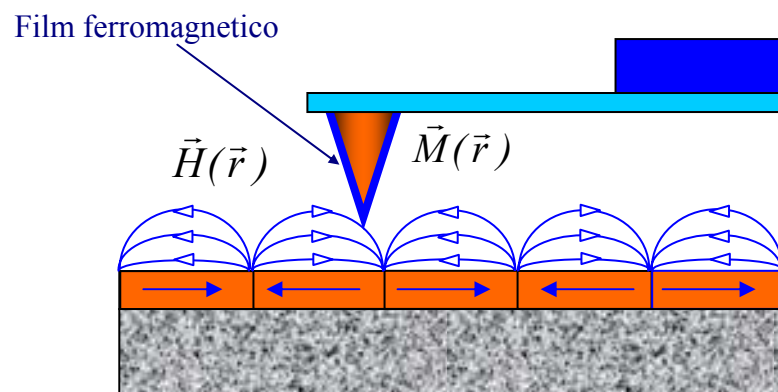


Fig. 86. La punta MFM nel campo magnetico di un campione

Una descrizione dettagliata della interazione di una sonda MFM con il campo magnetico locale  $\vec{H}(\vec{r})$  prodotto dal campione è piuttosto complicata. Qui assumiamo un modello semplificato che approssima la punta con un dipolo magnetico definito dal suo momento  $\vec{m}$  [44]. L'energia magnetica  $w$  del sistema è allora il prodotto scalare tra  $\vec{m}$  e  $\vec{H}$

$$w = -(\vec{m} \cdot \vec{H}).$$

Il dipolo magnetico nel campo  $\vec{H}$  sente la forza:

$$\vec{f} = -\text{grad}(w) = \nabla(\vec{m} \cdot \vec{H})$$

e il momento  $\vec{N}$  della forza è il prodotto vettoriale tra  $\vec{m}$  e  $\vec{H}$

$$\vec{N} = [\vec{m} \times \vec{H}].$$

In un campo magnetico omogeneo la forza  $\vec{f}$  è nulla. In un campo non uniforme il dipolo è attratto verso le regioni con intensità maggiore.

In generale il momento magnetico di una punta MFM è meglio descritto dalla sovrapposizione di dipoli nella forma seguente:

$$\vec{M}(\vec{r})dV,$$

dove  $\vec{M}$  è la magnetizzazione del ricoprimento e  $dV$  l'elemento di volume del ricoprimento.

In tal caso l'energia magnetica totale nella interazione punta-campione si ottiene integrando su tutto il volume dello strato ferromagnetico che ricopre la punta (Fig. 87):

$$W_{layer} = - \int_{V_{layer}} \vec{M}(\vec{r}') \cdot \vec{H}(\vec{r} + \vec{r}') dV'$$

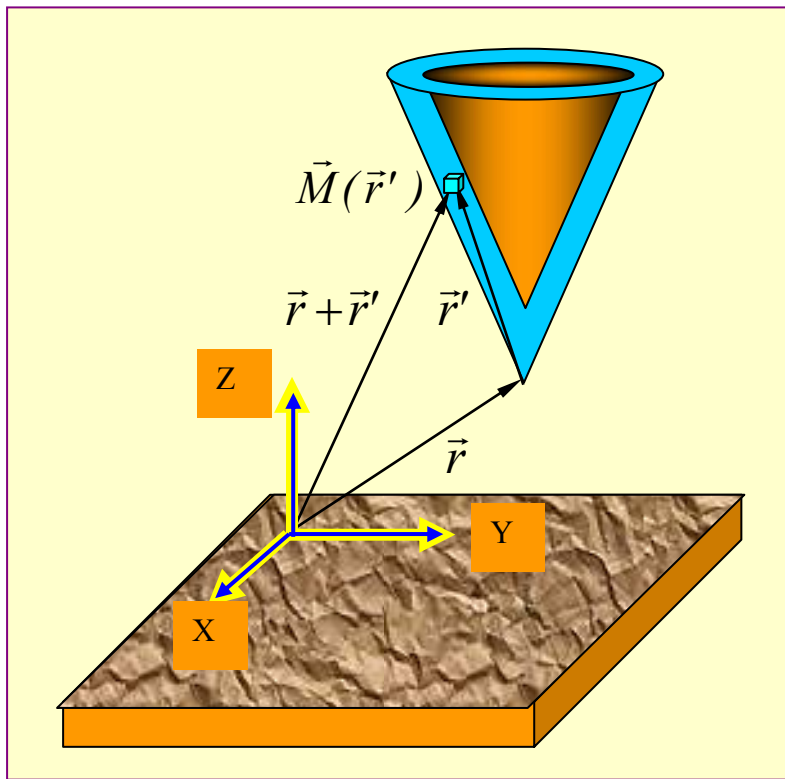


Fig. 87. Interaction of a MFM tip with the magnetic field of a sample

La forza di interazione tra la punta e il campo magnetico generato dal campione è

$$\vec{F} = -grad (W_{layer}) = \int_{V_p} \vec{\nabla}(\vec{M} \cdot \vec{H}) dV'$$

La cui componente lungo l'asse Z vale:

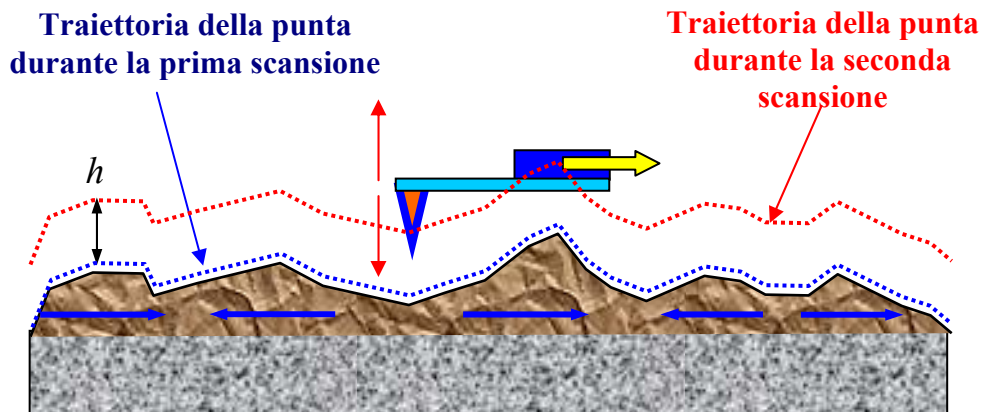
$$F_z = - \frac{\partial W_{layer}}{\partial z} = \int_{V_p} \left( M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV'$$

In MFM l'interazione magnetica punta-campione può essere studiata con una tecnica statica oppure con leva oscillante.

### La tecnica MFM statica

Nella tecnica MFM statica, durante la scansione la punta ad una distanza  $h = \text{cost}$  sopra il campione. Il valore della flessione della leva, rilevato dal sistema ottico, è memorizzato come immagine MFM  $F(x, y)$ , e mappa la distribuzione della forza magnetica di interazione punta-campione.

Per poter scansionare il campione, anche rugosi, a distanza costante si usa la tecnica della doppia scansione. Ogni linea è scansionata una prima volta registrando il profilo in modalità “contatto” o “semi-contatto”. Poi la punta è spostata all distanza  $h$  dalla superficie e si ripete la scansione (Fig. 88). Il valore della distanza  $h$  deve essere sufficientemente grande da rendere trascurabile l’interazione di van der Waals rispetto alla interazione magnetica.



**Fig. 88. La doppia scansione in una acquisizione di immagine MFM**

Durante la seconda scansione la sonda si muove seguendo una traiettoria che ripete il profilo della superficie precedentemente memorizzato. Dato che la distanza punta-campione in ogni punto è costante, le variazioni di flessione della leva sono dovuti ad eterogeneità locale delle forze magnetiche. Il risultato è una immagine MFM come matrice  $F(x, y)$ , che descrive la distribuzione delle interazioni magnetiche punta-campione.

### La tecnica MFM con leva oscillante

Usando una leva oscillante in MFM si ottiene maggiore sensibilità. Si è già visto nella descrizione della modalità AFM in *non-contatto* che la presenza di un gradiente di forza produce uno spostamento della frequenza di risonanza e una variazione di fase nell’oscillazione della leva. Questo effetto può essere usato per ottenere informazioni sulla distribuzione della magnetizzazione sulla superficie del campione. Nel caso di interazione magnetica il gradiente della forza  $F_z$  è:

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_P} \mathbf{r} \cdot \mathbf{r}' \frac{\partial^2}{\partial z^2} H(\mathbf{r} + \mathbf{r}') dV' = \int_{V_P} \left( M_x \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} + M_y \frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + M_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} \right) dV$$

Anche nel caso di MFM con leva oscillante si usa una tecnica a doppia scansione. Il piezovibratore eccita una oscillazione ad una frequenza  $\omega$  prossima ad una risonanza. Durante la prima scansione in “semi-contatto” si registra la topografia, e nella seconda scansione la punta segue una traiettoria che ripete la topografia ad una distanza  $h$ , scelta dall’operatore. L’immagine MFM è ottenuta memorizzando le variazioni di fase nelle oscillazione della leva.

L'ampiezza e la fase delle oscillazioni (se le variazioni del gradiente  $F'_z$  sono piccole) possono essere approssimate con:

$$A(F'_z) = A(F'_{z0}) + A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z, \quad \varphi(F'_z) = \varphi(F'_{z0}) + \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z.$$

e quindi le variazioni corrispondenti ad una variazione del gradiente di forza sono :

$$\Delta A = A(F'_z) - A(F'_{z0}) = A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z, \quad \Delta \varphi = \varphi(F'_z) - \varphi(F'_{z0}) = \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z.$$

I coefficienti di  $\Delta F'_z$  determinano la sensibilità del metodo di misura di ampiezza e fase.

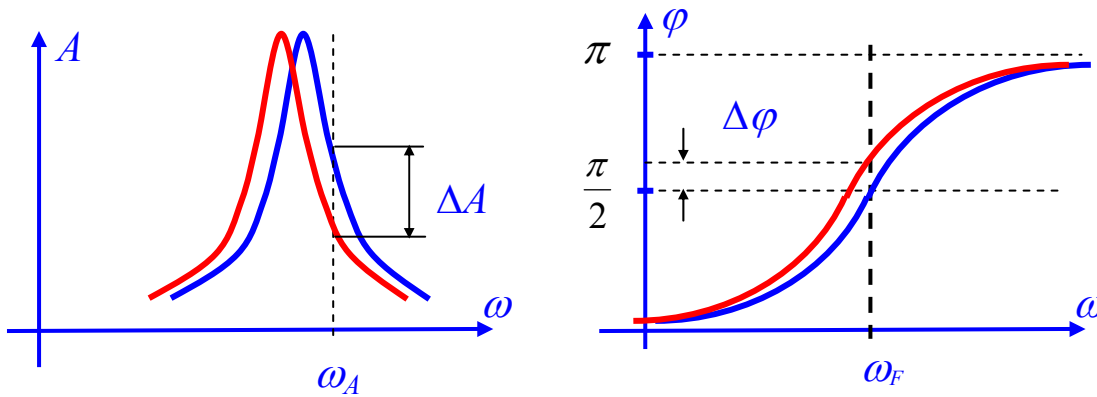


Fig. 89. Variazioni nella ampiezza e nella fase dovute a variazioni del gradiente di forza

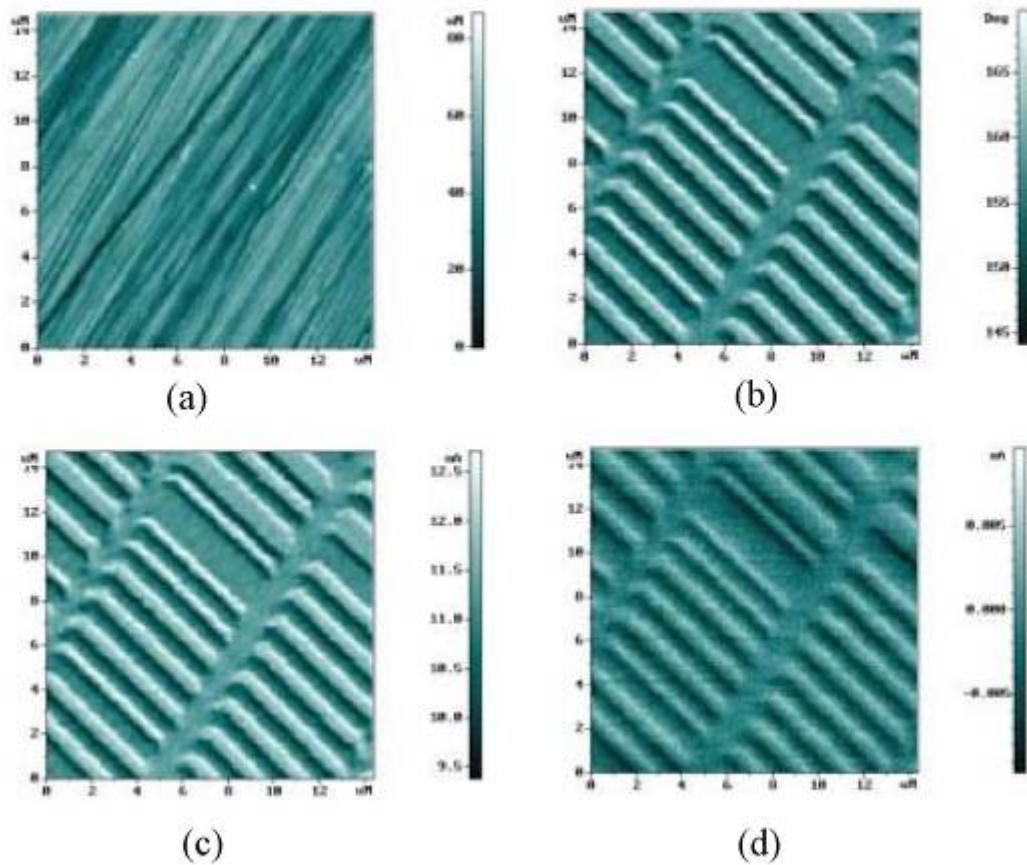
La massima sensibilità si ottiene a frequenze diverse per ampiezza e fase. Per le misure di ampiezza si ha:

$$\omega_A = \omega_0 \sqrt{1 - F'_{z0} / k} \left( 1 \pm \frac{1}{\sqrt{8Q}} \right), \quad \text{e quindi} \quad A'_{F'_z}(\omega_A, F'_{z0}) = -\frac{8\sqrt{2}}{\sqrt{27}} \frac{Q^2}{k}.$$

Per le misure di fase la massima sensibilità si ottiene alla frequenza di risonanza:

$$\omega_F = \omega_0 \sqrt{1 - F'_{z0} / k}, \quad \text{e quindi} \quad \varphi'_{F'_z}(\omega_F, F'_{z0}) = \frac{Q}{k}.$$

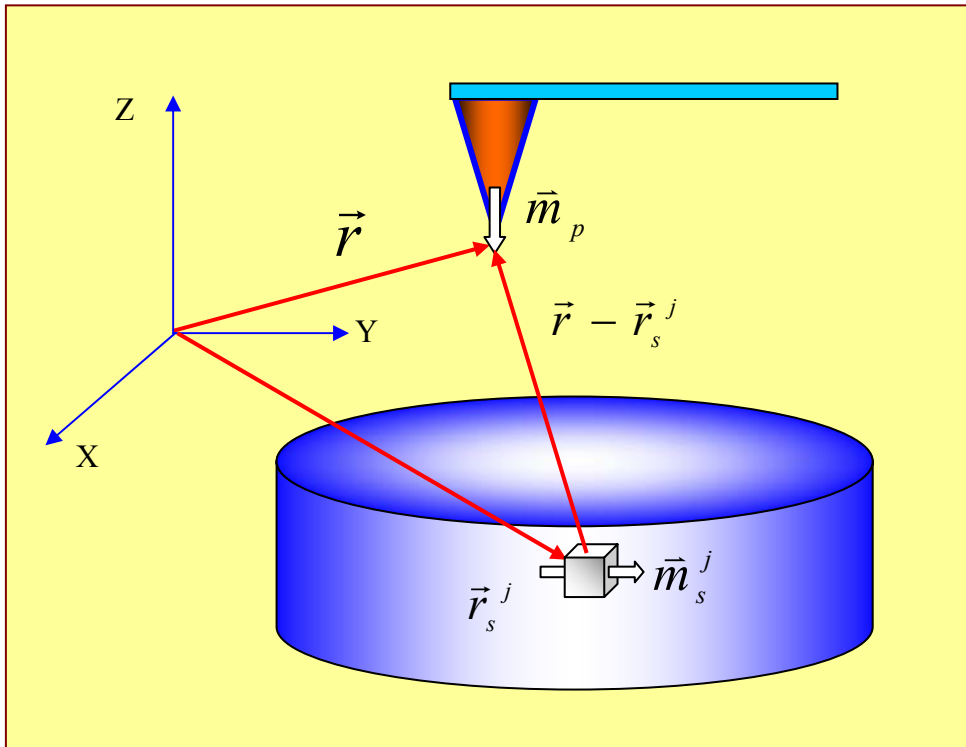
Diversi tipi di immagini MFM della superficie di un disco magnetizzato, sono riportati come esempio in Fig. 90.



**Fig. 90. Immagini MFM di un CDrom:**

- (a) – AMF topografia;                      (b) – MFM a contrasto di fase;  
 (c) – MFM contrasto di ampiezza;      (d) – MFM metodo statico

Il contrasto nelle immagini MFM è correlato alla distribuzione di magnetizzazione nel campione. Nella approssimazione di interazione dipolo-dipolo si può pensare al campione come suddiviso in volumetti elementari agenti singolarmente come dipoli magnetici  $\vec{m}_s^j$  (Fig. 91).



**Fig. 91. Tip-sample interaction in a dipole approximation**

Nel modello più semplice la punta può essere approssimata da un solo dipolo  $\vec{m}_p$ . Allora la componente Z del gradiente di forza è descritto dalla relazione:

$$\frac{\partial}{\partial z} F_z(\vec{r}) = \sum_j \left[ (\vec{m}_p \nabla) \frac{\partial}{\partial z} H_z^j(\vec{r} - \vec{r}_s^j) \right],$$

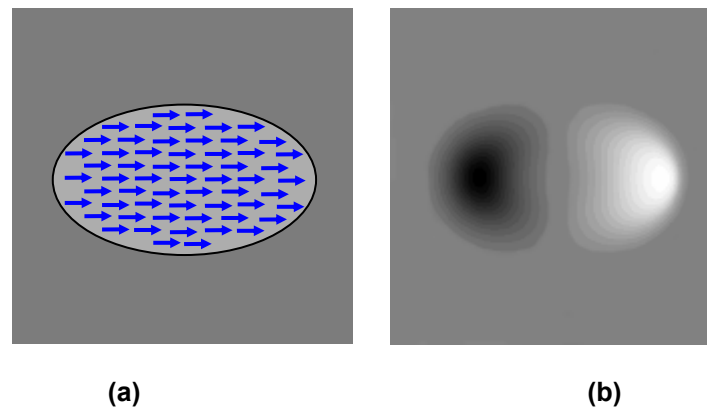
ove il campo magnetico  $H_z^j$  prodotto dal jth dipolo del campione nella posizione della punta è [45]

$$H_z^j(\vec{r} - \vec{r}_s^j) = \frac{3(z - z_s^j)[\vec{m}_s^j \cdot (\vec{r} - \vec{r}_s^j)]}{|\vec{r} - \vec{r}_s^j|^5} - \frac{m_{sz}^j}{|\vec{r} - \vec{r}_s^j|^3}.$$

Si può simulare una immagine MFM calcolando lo sfasamento per ogni posizione della punta ad una certa distanza dal campione di cui sia stabilita la distribuzione di dipolomagnetici elementari.

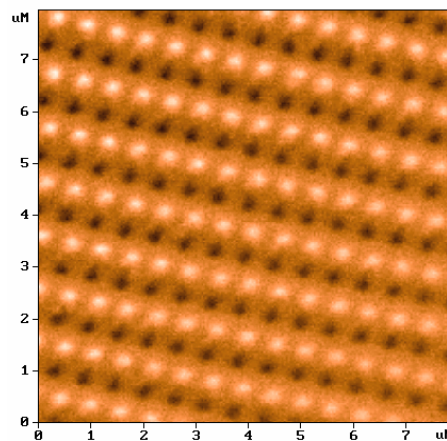
Un esempio di una tale simulazione per un campione contenente una porzione a forma di cilindro ellittico magnetizzata uniformemente è mostrata in Fig. 92.





**Fig. 92. Simulazione di immagine MFM di un'areola magnetizzata uniformemente: (a) –distribuzione della magnetizzazione nella particella; (b) – immagine MFM simulata**

Una immagine MFM reale di un reticolo di particelle magnetiche a forma ellittica è mostrata in Fig. 93.



**Fig. 93. Immagine MFM di una matrice di nanoparticelle magnetiche, ottenute mediante laser annealing interferenziale in film di Fe-Cr [46]**

### **Il sistema di controllo per AFM, EFM, MFM (con leva oscillante)**

Uno schema semplificato di circuito di controllo per AFM, EFM, MFM è illustrato in Fig. 94. Gli interruttori analogici SW1 – SW5 sono controllati da tensioni fornite dal registro di uscita Ore sono usati per cambiare configurazione al sistema. Un generatore controllato in tensione (VCO) produce il segnale che eccita l'oscillazione della leva attraverso il piezo-vibratore PV. L'ampiezza e la frequenza di tale segnale sono determinate dal convertitore DAC-O. L'ampiezza e la fase delle oscillazioni della leva sono misurate da un lock-in (*synchronous detector* SD).

All'inizio si misurano le risposte in ampiezza  $A(\omega)$  e fase  $\Phi(\omega)$  per le oscillazioni della leva lontano dalla superficie. In questa configurazione l'interruttore SW2 è chiuso, SW3 è aperto, e l'uscita del VCO è fornita al piezo-vibratore e al canale di riferimento del lock-in. Il fascio del laser riflesso dalla leva produce nel sensore a doppio fotodiodo (PD) una corrente a.c. alla frequenza della oscillazione. Un segnale a rampa, generato da DAC-O, varia la frequenza in un intervallo prescelto dall'operatore. La corrente del fotodiodo è convertita dal preamplificatore PA in un segnale all'ingresso del lock-in. L'ampiezza e la fase di questo segnale (insieme alla tensione generata dal DAC-O) sono digitalizzate da un convertitore ADC e memorizzate nel PC. Poi i grafici  $A(\omega)$  e  $\Phi(\omega)$  vengono mostrati sul monitor.

Le immagini AFM nelle modalità “non-contatto” e “semi-contatto” vengono acquisite come segue. Il VCO eccita la leva in prossimità di una risonanza. L’ampiezza della oscillazione è misurata dal lock-in, il cui segnale in uscita  $U$  è fornito ad uno degli ingressi dell’amplificatore differenziale DA. Una tensione  $U_0$ , ( $U_0 < U$ ), impostata dall’operatore tramite i convertitore DAC-Set, è confrontata con la tensione  $U$  e l’interruttore SW4 chiude l’anello di retroazione. Il sistema di retroazione pilota lo scanner che riduce la distanza punta-campione riducendo l’ampiezza di oscillazione della leva fino a che la tensione  $U$  raggiunge il valore  $U_0$ . A questo punto si avvia la scansione durante la quale l’ampiezza è mantenuta al valore prescelto ed il segnale di retroazione è memorizzato come immagine topografica AFM.

Se la distanza punta-campione tende a calare, anche l’ampiezza di oscillazione tende a diminuire per effetto dello spostamento della campana di risonanza causata dall’aumento del gradiente di forza. Per questo motivo l’immagine AMF ad ampiezza di oscillazione costante, rappresenta una superficie a gradiente di forza costante. Questa, in assenza di interazioni elettriche o magnetiche, è determinata dalle forze di van der Waals forces e coincide quindi con la topografia della superficie. Spesso si memorizza, insieme alla topografia, anche il segnale che misura lo sfasamento delle oscillazioni: l’immagine a “contrasto di fase” offre, nel caso di acquisizione in “semi-contatto”, informazioni sulle proprietà elastiche locali del campione.

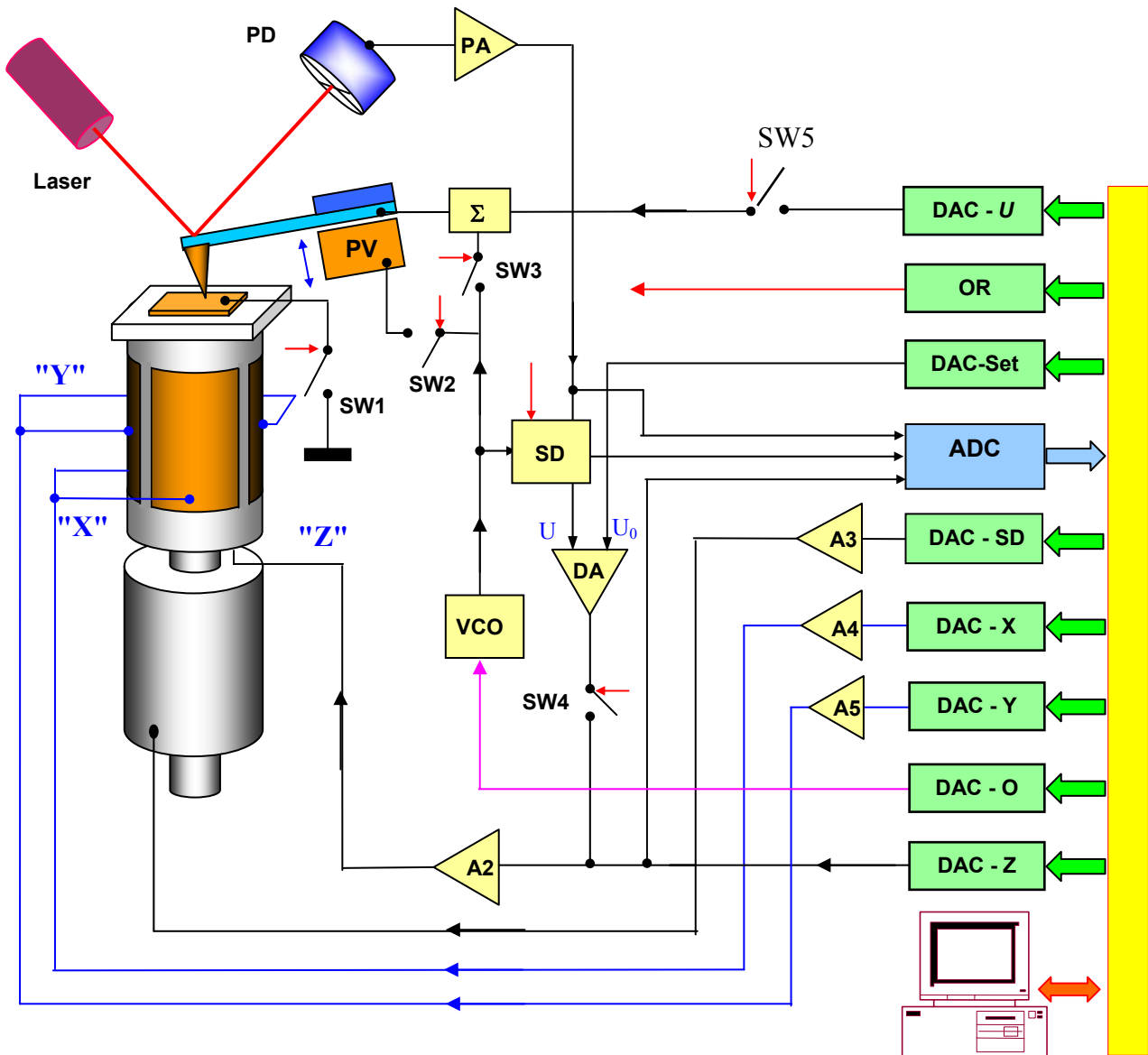


Fig. 94. Schema semplificato del sistema di controllo per AFM, EFM, MFM

Per studiare campioni magnetici si usano speciali punte rivestite da uno strato magnetico e si usa la tecnica della *doppia scansione*. Durante la prima scansione di linea si registra, in modo “semi-contatto”, la topografia. Durante la seconda scansione si interrompe la retroazione e (tramite il convertitore DAC-Z) si sposta la sonda ad una altezza prescelta, ripetendo la traiettoria precedentemente memorizzata, e mantenendo quindi costante la distanza media punta-campione. In questo modo le variazioni di ampiezza e fase delle oscillazioni sono dovute solo a cambiamenti del gradiente della forza magnetica tra punta e campione.

Per studiare le proprietà elettriche locali si usano leve e punte conduttive, che vengono polarizzate (attraverso l'interruttore SW5) da un segnale composito, che è la somma di una tensione sinusoidale  $V_1$  generata dal VCO e una tensione continua  $V_0$  fornita da convertitore DAC-U. Il campione è posto a massa tramite l'interruttore SW1. Ora l'oscillazione della leva è eccitata dalla forza elettrica periodica tra punta e campione. L'ampiezza e la fase delle oscillazioni alla frequenza di eccitazione  $\omega$  e alla frequenza doppia  $2\omega$  vengono misurate dal lock-in, usando la tecnica a doppia scansione. Durante la prima scansione di linea si registra la topografia. Durante la seconda scansione si interrompe la retroazione e si sposta la sonda ad una altezza prescelta ripetendo la traiettoria precedentemente memorizzata, e si memorizzano le variazioni di ampiezza alla frequenza  $2\omega$  come mappa  $C'_z(x, y)$ , ovvero come distribuzione spaziale della derivata della capacità punta-campione rispetto alla coordinata  $z$ . Per misurare il potenziale superficiale locale con il metodo “*Kelvin-probe*”, si varia in ogni punto della superficie la tensione  $V_0$  fornita da convertitore DAC-U in modo che l'ampiezza di oscillazione alla frequenza  $\omega$  si annulli. I valori così ottenuti per  $V_0$  vengono memorizzati come distribuzione spaziale del potenziale superficiale  $\varphi(x, y)$ .

## 2.5. *Microscopia ottica in campo vicino (SNOM)*

I modi tradizionali di acquisizione di immagini ottiche hanno un limite intrinseco dovuto alla diffrazione della luce. Una delle leggi fondamentali dell'ottica stabilisce un limite alle dimensioni minime  $R$  di un oggetto la cui immagine può essere costruita usando luce di lunghezza d'onda  $\lambda$ :

$$R \approx \frac{\lambda}{2n},$$

ove  $n$  è l'indice di rifrazione del materiale che circonda l'oggetto. Nell'intervallo della luce visibile questo limite vale circa 200÷300 nanometri. Nella microscopia ottica in campo vicino si usano metodi diversi per acquisire l'immagine ottica, che permettono di superare il limite dovuto alla diffrazione, consentendo di raggiungere risoluzioni spaziali dell'ordine di 10 nanometri.

Il microscopio ottico in campo vicino (Scanning Near-Field Optical Microscope, SNOM) fu inventato da Dieter Paul (IBM Laboratory, Zurigo) nel 1982 immediatamente dopo l'invenzione del microscopio STM. Il principio di funzionamento di questo dispositivo si basa sul fenomeno del passaggio di luce attraverso un diaframma la cui apertura è inferiore alla lunghezza d'onda della luce incidente.

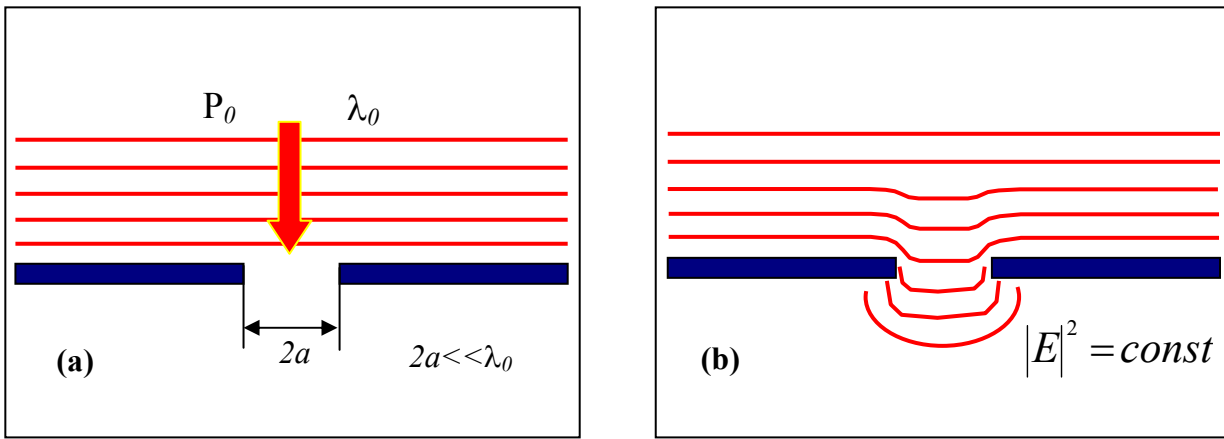


Fig. 95

(a) – Passaggio di luce attraverso una apertura di dimensioni inferiori alla lunghezza d’onda;  
 (b) – Linee a intensità di radiazione luminosa costante

Quando la luce attraversa una apertura di dimensioni inferiori alla lunghezza d’onda si osservano vari fenomeni [47, 48]. Il campo elettromagnetico in prossimità della apertura ha una struttura complessa. Nella regione detta “campo vicino” (*near-field*) posta direttamente oltre una apertura di dimensioni  $a$  ad una distanza  $Z < 100 a$ , il campo elettromagnetico è un’onda evanescente (che non si propaga). Nella regione di campo lontano (*far-field*) con  $Z > 100 a$  rimane solo l’onda che si propaga. La potenza trasmessa attraverso l’apertura in campo lontano può essere stimata con la seguente formula [48]:

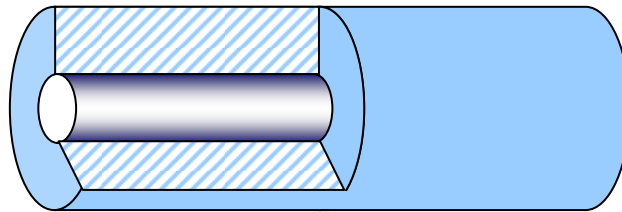
$$P_{tr} = \frac{128}{27\pi} k^4 a^6 W_0 ,$$

ove  $k$  è il vettore d’onda e  $W_0$  la densità di potenza incidente. Ad esempio per luce con lunghezza d’onda dell’ordine di 500 nanometri e diaframmi con aperture di circa 5 nanometri la potenza trasmessa in campo lontano è circa 10 ordini di grandezza inferiore alla potenza incidente. Quindi, a prima vista sembrerebbe impossibile usare aperture così piccole per ottenere immagini ottiche a scansione. Invece, se si pone l’oggetto investigato direttamente dietro l’apertura nella regione di campo vicino, l’interazione dell’onda evanescente con il campione trasforma parte della radiazione evanescente in onda che si propaga, la cui intensità può essere rivelata da un sensore di luce.

Quindi si può ottenere una immagine in campo vicino scansionando un campione con una apertura (sonda) di dimensioni inferiori alla lunghezza d’onda, e memorizzando l’intensità della radiazione come matrice  $I(x, y)$ , funzione della posizione della apertura. Il contrasto delle immagini SNOM è determinato dai processi di riflessione, rifrazione, assorbimento e dispersione, che a loro volta dipendono dalle proprietà ottiche locali del campione.

### Sonde SNOM ricavate da fibra ottica

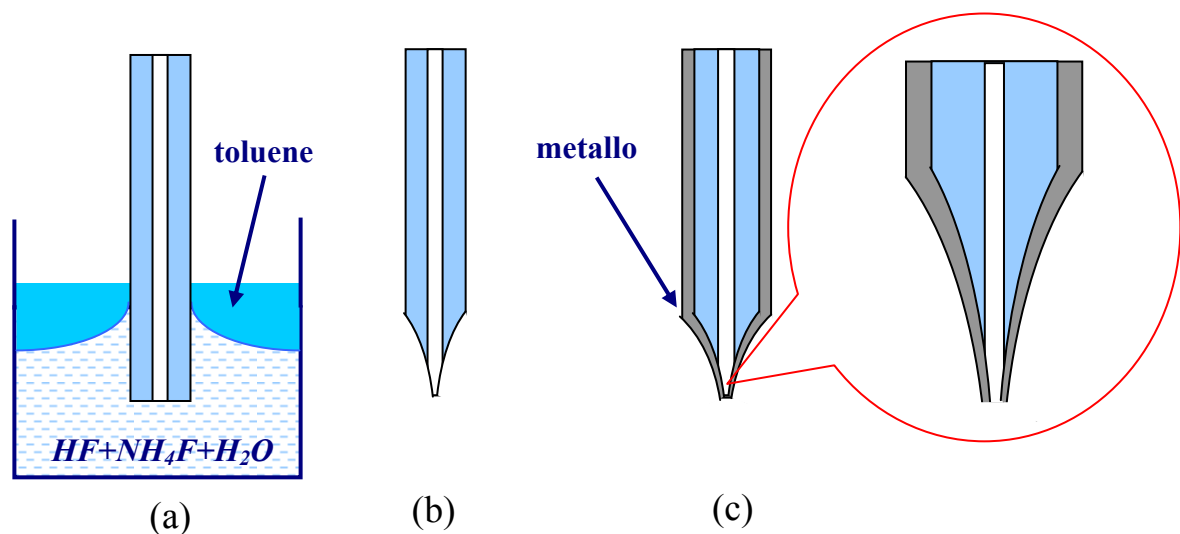
Esistono diversi modi per realizzare un microscopio ottico in campo vicino. La maggior parte degli SNOM utilizzano come sonda una fibra ottica assottigliata, che agisce come guida d'onda.



**Fig. 96. Schema della struttura di una fibra ottica**

La fibra ottica (Fig. 96) consiste di un nucleo (*core*) e di un mantello (*cladding*), più uno strato esterno protettivo. Di solito nucleo e mantello sono di speciali tipi di quarzo, con indice di rifrazione minore per il mantello che per il nucleo (In pratica si aggiustano gli indici di rifrazione aggiungendo opportuni elementi al vetro in modo che i due indici differiscano di circa 1 %). Questo sistema, per riflessione interna totale permette di localizzare la radiazione ottica entro il nucleo e di trasportarla per grandi distanze praticamente senza perdite

Le sonde SNOM vengono costruite come segue (si veda ad esempio [49]). L'estremità di una fibra ottica, dalla quale è stato rimosso lo strato protettivo, viene immersa in una miscela di due liquidi immiscibili – una soluzione di HF, NH<sub>4</sub>F, H<sub>2</sub>O, che attacca chimicamente il quarzo, ed un liquido di densità minore (ad esempio, toluene). Il toluene forma uno strato sopra la soluzione corrosiva e funziona da menisco che definisce il bordo superiore ove cessa l'attacco chimico (Fig. 97 (a)). Per effetto dell'attacco chimico, il diametro della fibra diminuisce, provocando una diminuzione della altezza del menisco per effetto della tensione superficiale (Fig. 91 (b)). L'apice della punta risultante può avere diametro inferiore a 100 nanometri. La punta viene ricoperta da un sottile film metallico, mediante deposizione in vuoto. Il flusso di atomi di metallo durante la ricopertura è confinato ad un angolo di circa 30° rispetto all'asse della fibra in modo da lasciare scoperta la piccola apertura all'apice della punta. Questa apertura costituisce la sorgente di radiazione in campo vicino. L'angolo ottimale al vertice della punta "conica" è di circa 20°.

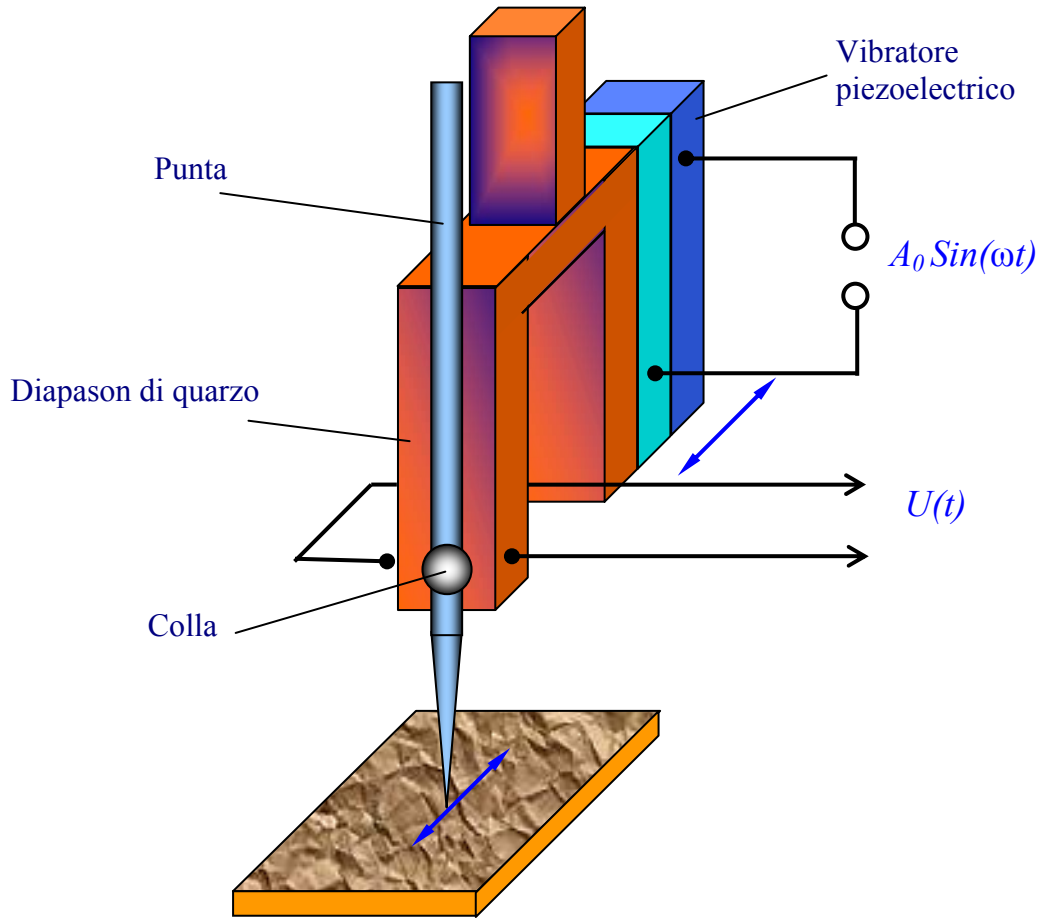


**Fig. 97. Fabbicazione di una sonda SNOM da fibra ottica:**

- (a) – attacco chimico della fibra;
- (b) – aspetto della fibra dopo l'attacco;
- (c) – ricoprimento con film metallico e dettaglio dell'apice

**La tecnica SNOM detta "Shear-force mode" per controllare la distanza punta-campione**

Durante una scansione SNOM è necessario ovviamente mantenere la punta della fibra vicina alla superficie, ad una distanza di circa 10 nanometri o meno. Questo si può fare usando tecniche diverse: la tecnica più diffusa è quella detta "shear force mode".



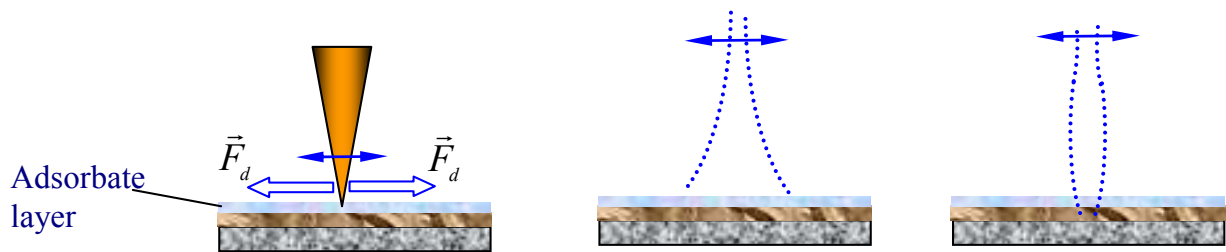
**Fig. 98. Schema di una sonda "Shear-force" che utilizza un diapason**

Molto spesso la tecnica "shear-force" usa un trasduttore piezoelettrico per eccitare un piccolissimo diapason di quarzo a cui è incollata la punta (Fig. 98). Il diapason è eccitato ad una frequenza prossima alla risonanza del sistema diapason-punta in modo che la punta compie oscillazioni parallele alla superficie del campione. Le misure della forza di interazione punta-campione vengono eseguite memorizzando le variazioni di ampiezza e fase (rispetto al segnale  $U(t)$  applicato al piezoattuatore) delle oscillazioni trasversali.

Qui riportiamo solo una trattazione qualitativa dei fenomeni che intervengono nella tecnica "shear force". Durante l'avvicinamento della punta al campione si osserva dapprima un incremento della interazione dissipativa punta-campione, dovuta ad attrito viscoso (nello strato di aria aderente alla superficie e nelle molecole adsorbite).

L'accresciuta dissipazione riduce il fattore di qualità e quindi l'ampiezza delle oscillazioni. Sia il picco di risonanza che la curva di risposta della fase risultano smussate.

A distanze punta-campione ulteriormente ridotte cambia anche il modo di oscillazione della fibra [50, 51]. A grandi distanze le oscillazioni sono quelle di una barra elastica con una estremità libera, mentre a piccole distanze si transisce ad oscillazioni di una barra con entrambe le estremità fisse, con conseguente aumento della frequenza di risonanza (Fig. 99).



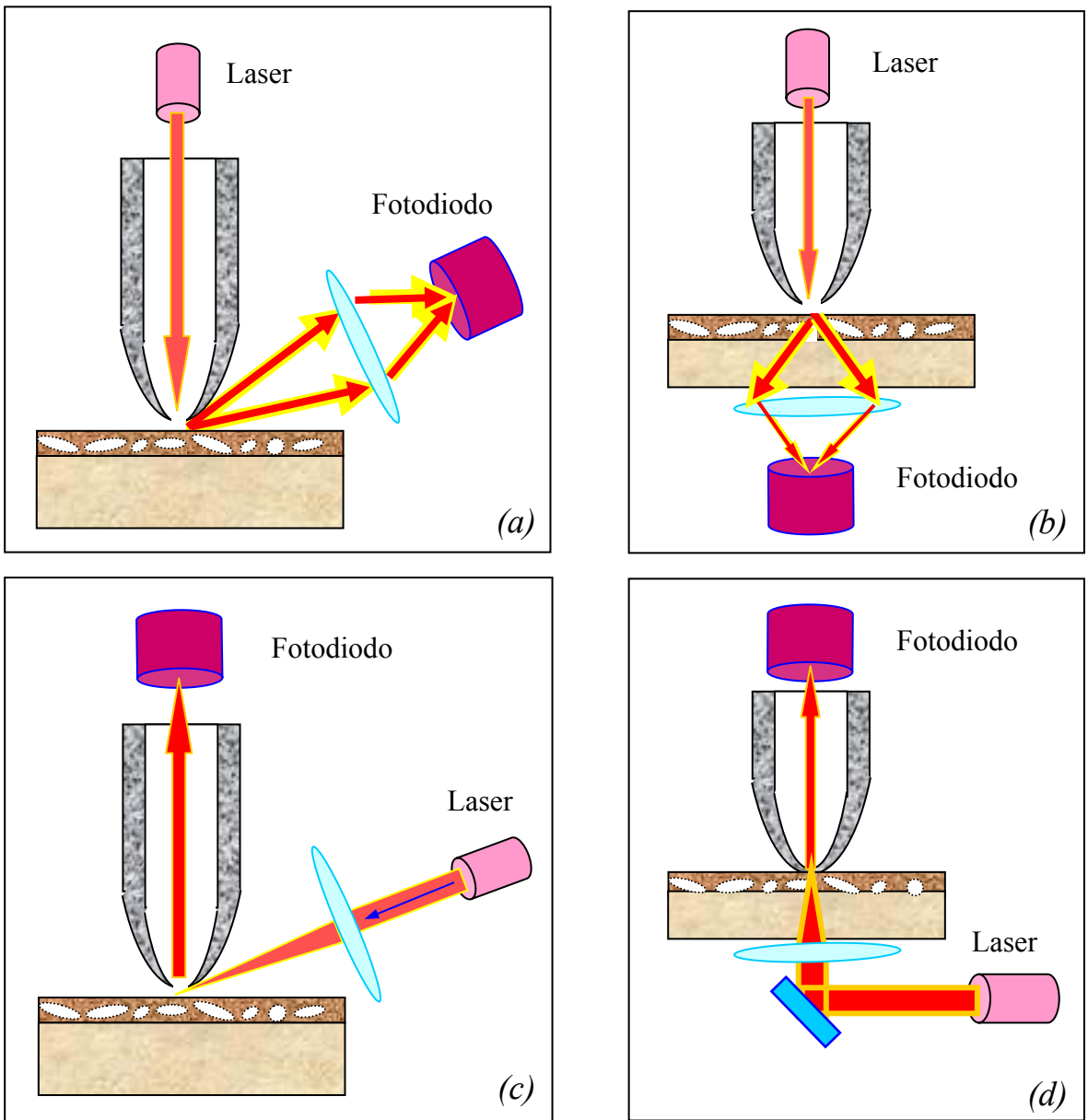
**Fig. 99. Forze dissipative e diversi modi di oscillazione**

Le variazioni di ampiezza e fase delle oscillazioni trasversali vengono usate come segnali di retroazione per mantenere costante la distanza punta-campione nello SNOM.

### **Diverse configurazioni di SNOM**

In letteratura si trovano descritte varie configurazioni di SNOM [52]. Le principali sono schematizzate in Fig. 100.

Le configurazioni più usate sono quelle in cui la radiazione ottica emessa da un laser viene confinata dalla fibra ottica, massimizzando la quantità di radiazione emessa dall'area del campione adiacente alla apertura della sonda. Tali configurazioni permettono di studiare il campione sia in riflessione (Fig. 100 (a)), che in trasmissione (Fig. 100 (b)). L'emissione riflessa o trasmessa dal campione viene focalizzata sul rivelatore ottico (fotodiode) mediante lenti o specchi per aumentare la sensibilità. Queste configurazioni sono quelle più spesso usate in litografia SNOM.



**Fig. 100. Quattro possibili configurazioni di uno SNOM:  
a, c – in riflessione; b, d – in trasmissione**

In esperimenti, ove è richiesto un livello elevato di pompaggio ottico (ad esempio nello studio di proprietà non-lineari locali), si usa una configurazione diversa, in cui luce laser illumina direttamente il campione, e la radiazione (riflessa o trasmessa) è raccolta dalla sonda in campo vicino (Fig. 100 (c), (d)).

La Fig. 101 mostra immagini AFM/SNOM di un campione di InAs/GaAs [54] con punti quantici (*quantum dots*) acquisite con la configurazione descritta in Fig. 100 (a). Il laser utilizzato è HeCd ( $\lambda = 442$  nanometri) e l'immagine ottica in campo vicino mappa la radiazione riflessa dal campione, evidenziando l'emissione dovuta a transizione tra livelli energetici in punti quantici.



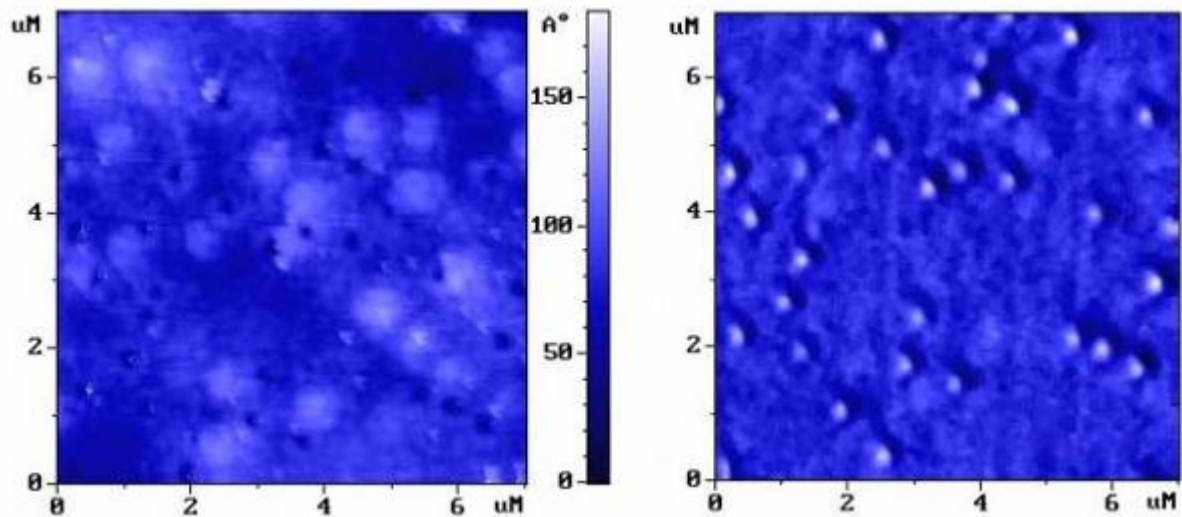


Fig. 101. Topografia “shear force” (sinistra) , e immagine ottica in campo vicino (destra), di “quantum dots” in un campione di InAs [54]

Una configurazione usata meno frequentemente, dove sia l’illuminazione del campione che la raccolta della emissione in campo vicino vengono compiute tramite la fibra, è mostrata in Fig. 102.

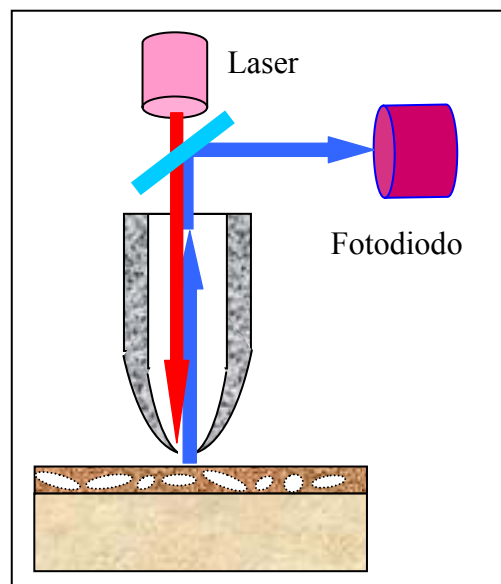


Fig. 102. Configurazione SNOM in cui sia la illuminazione che la raccolta della radiazione emessa avvengono attraverso la punta della fibra

Questa combinazione di sorgente e ricevitore in campo vicino è un metodo assai promettente con elevatissima risoluzione spaziale. Tuttavia, dato che la radiazione passa due volte attraverso l’apertura di dimensioni inferiori alla lunghezza d’onda, il segnale che arriva al rivelatore ottico ha una intensità estremamente bassa e impone metodi di rivelazione con sensibilità particolarmente alta.

Infine la integrazione di un monocromatore nello SNOM permette di eseguire spettroscopia locale: tecnica utile ad esempio nello studio locale delle proprietà ottiche e fotoelettroniche in semiconduttori , materiali biologici, e in generale nella nanotecnologia.

## Conclusioni

In questo testo sono brevemente riassunti gli elementi essenziali della microscopia a scansione di sonda, e descritti i principi di funzionamento dei principali tipi di SPM (*scanning tunneling microscope*, *atomic-force microscope*, *electric-force microscope*, *magnetic-force microscope*, *near-field optical microscope*). Esistono molti altri dispositivi e tecniche, che utilizzano SPM, che non sono stati qui presi in considerazione.

I passi fondamentali compiuti nello sviluppo delle tecniche SPM sono parzialmente descritti in ordine cronologico nella seguente tabella [\[53\]](#), che tuttavia non può essere completa, dato che SPM è una tecnica in rapida e continua evoluzione.

## Principali stadi di sviluppo degli SPM

- 1981 - *Scanning tunnel microscopy*. G. Binnig, H. Rohrer.  
Risoluzione atomica in campioni conduttori.
- 1982 - *Scanning near-field optical microscope*. D. W. Pohl.  
Risoluzione di 50 nanometri in immagini ottiche.
- 1984 - *Scanning capacitive microscope*. J. R. Matey, J. Blanc.  
Risoluzione di 500 nanometri in immagini capacitive.
- 1985 - *Scanning thermal microscope*. C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe.  
Risoluzione di 50 nanometri in immagini termiche.
- 1986 - *Atomic-force microscope*. G. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber.  
Risoluzione atomica in campioni non-conduttivi (e conduttivi).
- 1987 - *Magnetic-force microscope*. Y. Martin, H. K. Wickramasinghe.  
Risoluzione di 100 nanometri in immagini magnetiche.
- *Microscope on friction forces*. C. M. Mate, G. M. McClelland, S. Chiang.  
Forze laterali su scala nucleare.
  - *Electric force microscope*. Y. Martin, D. W. Abraham, H. K. Wickramasinghe.  
Rivelazione di carica unitaria sulla superficie di un campione.
  - *Non-elastic tunnel STM spectroscopy*. D. P. E. Smith, D. Kirk, C. F. Quare.  
Rivelazione di spettri fononici di molecole in STM.
- 1988 - *Microscope on the basis of ballistic emission of electrons*. W. J. Kaiser.  
Barriere Schottky studiate con risoluzione nanometrica.
- *Inverted photoemissive microscope*.  
J. H. Coombs, J. K. Gimzewski, B. Reihl, J. K. Sass, R. R. Schlittler  
Rivelazione di spettri di luminescenza su scala nanometrica.
- 1989 - *Near-field acoustic microscope*.  
K. Takata, T. Hasegawa, S. Hosaka, S. Hosoki, T. Komoda  
Misure acustiche a bassa frequenza con risoluzione di 10 nanometri.
- *Scanning noise microscope*. R. Moller, A. Esslinger, B. Koslowski.  
Rivelazione di corrente tunnel senza polarizzazione.
  - *Scanning microscope recording spin precession*.  
Y. Manassen, R. Hamers, J. Demuth, A. Castellano.  
Visualizzazione di spin in materiale paramagnetico con risoluzione di 1 nanometro.
  - *Scanning microscope on ionic conductivity*.  
P. Hansma, B. Drake, O. Marti, S. Gould, C. Prater.  
Immagine in elettrolita con risoluzione di 500 nanometri.
  - *Scanning electrochemical microscope*.  
O. E. Husser, D. H. Craston, A. J. Bard.  
Immagini in microscopia elettrochimica.
- 1990 - *Microscope recording changes of chemical potential*.  
C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe  
Rivelazione locale di variazioni del potenziale elettrochimico
- *STM recording photo-e.m.f.* R. J. Hamers, K. Markert.  
Mappa di foto-e.m.f. con risoluzione nanometrica.

1991 - *Scanning tip microscope based on Calvin method.*

N. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe.

Misure di potenziale superficiale con risoluzione di 10 nanometri.

1994 – *Apertureless near-field optical microscope.*

F. Zenhausern, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe.

Microscopia ottica con risoluzione di 1 nanometro.

## Riferimenti

- 1. D.Sarid - "Scanning Force Microscopy: With A Forces", Publisher: Oxford Univ. Pr., 1994
- 2. R.Wiesendanger - "Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Methods and Applications", Publisher: Cambridge Univ. Pr., 1995.
- 3. D. Sarid - "Exploring scanning probe microscopy with "Mathematica"", John Wiley& Sons, Inc., New York, 1997, 262 p.
- 4. "Scanning Probe Microscopy: Analytical Met Editor: R.Wiesendanger, Publisher: Springer , Verlag,, 1998
- 5. M.Paesler, P.Moyer - "Near-field Optics: Theory, Instrumentation and Applications" Publisher: John Wiley & Sons Inc, 1996.
- 6. "Advances in Scanning Probe Microscopy" (Editors: T.Sakurai, Y.Watanabe)Publisher: Springer Verlag, 2000.
- 7. D.A.Bonnell - "Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy" Publisher: John Wiley & Sons Inc., 2001
- 8. E.Meyer, H.Hug, R.Bennewitz - "Scanning Probe Microscopy: The Lab on a Tip" Publisher: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K, 2003.
- 9. K.S.Birdi - "Scanning Probe Microscopes: Applications in Science and Technology"Publisher: CRC Press, 2003
- 10. D.Courjon - "Near Field Microscopy and Near Field Optics"Publisher: Imperial College Press, 2003
- 11. B.Bhushan, H.Fuchs, S.Hosaka (eds.) - "Applied Scanning Probe Methods (Nanoscience and Technology)" Publisher: Springer Verlag; 2004
- 12 "Atomic Force Microscopy: Biomedical Methods and Applications (Methods in Molecular Biology) - Detailed methods for investigating biological structure" Editors: Pier Carlo Braga & Davide Ricci Publisher: Humana Press; 2004
- 13. "Springer Handbook of Nanotechnology" (Editor: B.Bhushan) Publisher: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K, 2004
- 14. G.Binnig, H.Rohrer - Scanning tunneling microscopy. // Helvol. Phys. Acta, vol. 55, # 6, p. 726 – 735 (1982).
- 15. G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel - Tunneling through a controllable vacuum gap. // Appl. Phys. Lett., vol. 40, p. 178 (1982).
- 16. "Ultrasound. The small encyclopedia". (Edited by I. P. Goljamina) // M.: "Sovetskaya entsiklopediya", 1979, 400 p.
- 17. P.M. Williams, K.M. Shakesheff et al. – Blind reconstruction of scanning probe image data. // J. Vac. Sci. Technol. B 14 (2) p. 1557-1562 (1996).
- 18. A.A. Buharaev, N.V. Berdunov, D.V. Ovchinnikov, K.M.Salihov – "SFM metrology of micro- and nano-structures". // Mikroelektronika ("Microelectronics"), vol. 26, # 3, p. 163-175 (1997).
- 19. D.I. Blohintsev – "Fundamentals of quantum mechanics", Moscow, Nauka, 1983.

- 20. L. D. Landau, E.M.Lifshits – "Theoretical physics, vol. 3 - Quantum mechanics ", M.: "Fizmatlit", 2001, 804 p.
- 21. J.G.Simons – Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film // J. Appl. Phys., 34, 1793 (1963).
- 22. J.G.Simons-Electric tunnel effect between dissimilar electrodes separated by a thin insulating film // J. Appl. Phys., 34, 2581 (1963).
- 23. J. Tersoff and D. R. Hamann – Theory and application for scanning tunneling microscope. // Phys. Revol. Lett. vol. 50, p. 1998-2001 (1983).
- 24. J. Tersoff and D. R. Hamann - Theory of the scanning tunneling microscope. // Phys. Revol. B, vol. 31 (2), 805-813 (1985).
- 25. J. Tersoff – Method for the calculation of scanning tunneling microscope images and spectra. // Phys. Revol. B, vol. 40 (17), 11990-11993 (1989).
- 26. G.E.Pikus – “Fundamentals of the theory of semi-conductor devices”, M.: Nauka, 1965, 448 p.
- 27. C.B.Duke - "Tunneling in solids", Academic Press, New York, 1969, 353 p.
- 28. “Tunnel phenomena in solid bodies”, edited by E. Burnshtejn and S. Lundkvist. Moscow, Mir, 1973, 422 p.
- 29. R.M.Feenstra, V.Ramachandran, H.Chen – “Recent development in scanning tunneling spectroscopy of semiconductor surfaces”. // Appl. Phys., A 72, p. 193 – 199 (2001).
- 30. A.Rouz-Ins, E.Rederik “Introduction in physics of superconductivity”, M.: Mir, 1972, 272 p.
- 31. G.Binnig, C.F.Quate, Ch. Gerber – “Atomic force microscope”. // Phys. Revol. Lett., vol. 56, #9, p. 930 – 933 (1986).
- 32. J.S.Barash – “Van der Waals forces”, M: Nauka, 1988, 344 p.
- 33. M.Saint Jean, S.Hudlet, C.Guthmann, J.Berger – “Van der Waals and capacitive forces in atomic force microscopies”. // J. Appl. Phys., vol. 86 (9), p. 5245 – 5248 (1999).
- 34. I.A. Birger, B.F. Shorr, G.B. Iosilevich – “Calculation on strength of details of machines”. // M.: Mashinostroenie, 1979, 702 p.
- 35. S.N.Magonov, V.Elings, M.-H.Whangbo – “Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy”. // Surf. Sci., 375, L385 – L391 (1997).
- 36. J.P. Cleveland, B. Anczykowski, A.E. Schmid, V.B. Elings – “Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy”. // Appl. Phys. Lett. V. 72 (20), 2613 – 2615 (1998).
- 37. J.Tamayo, R.Garcia – “Relationship between phase shift and energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy”. // Appl. Phys. Lett. V. 73 (20), 2926 – 2928 (1998).
- 38. J.Tamayo – “Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy with low quality factors”. // Appl. Phys. Lett. V. 75 (22), 3569 – 3571 (1999).
- 39. J.R.Matey, J.Blanc – “Scanning capacitance microscopy”. // J. Appl. Phys., vol. 57, # 5, p. 1437 – 1444 (1985).
- 40. M.Nonnenmacher, M.P.O'Boyle, H.K.Wikramasinghe – “Kelvin probe force microscopy”. // Appl. Phys. Lett., 58 (25), 2921 – 2923 (1991).

- 41. B. Stiller, P. Karageorgiev, et al. – “Scanning Kelvin microscopy as a tool for visualization of optically induced molecular switching in azobenzene self assembling films”. // Surf. Interface Anal. 30, 549-551, (2000).
- 42. Y. Martin and H. K. Wickramasinghe – “Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution”. // Appl. Phys. Lett. vol. 50, # 20, p. 1455-1457 (1987).
- 43. D.Rugar, H.Mamin, P.Guethner et al. – “Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media”. // J. Appl. Phys., vol. 68, # 3, p.1169 – 1182 (1990).
- 44. I.E.Tamm – "Fundamentals of the electricity theory", M.: Nauka, 1976, 616 p.
- 45. L.D.Landau, E.M.Lifshits - "Theoretical physics vol. 2 – field theory ", M.: "Nauka", 1973, 504 p.
- 46. A.M. Alexeys, J.V.Verevkin, N.V.Vostokov, V.N.Petrjakov, N.I.Polushkin, A.F.Popkov, N.N.Salashchenko – “Observation of laser-induced local modifications of the magnetic order in layers of transitive metals” // Letters in JETPh, 73, 214 (2001).
- 47. D.W.Pohl, W.Denk, M.Lanz – “Optical spectroscopy: image recording with resolution  $\lambda/20$ ”. // Appl. Phys. Lett., vol. 44, p. 651 – 653 (1984).
- 48. U.Durig, D.W.Pohl, F.Rohrer – “Near-field optical-scanning microscopy”. J.Appl. Phys. 593318-3327, 1986.
- 49. V.F.Drjahlushin, A.J.Klimov, V.V.Rogov, S.A.Gusev – “Scanning near-field optical microscope probe”. // Pribory i tehnika eksperimenta (Devices and technical equipment of experiment), # 2, p. 138-139 (1998).
- 50. P.K.Wei, W.S.Fann – “The probe dynamics under shear force in near-field scanning optical microscopy”. // J. Appl. Phys., vol. 83, # 7, p. 3461 – 3468 (1998).
- 51. D.G.Volgunov, A.V.Buryukov, S.V.Gaponov, V.L.Mironov – “Probe - surface interaction in the piezo-resonator "shear force" microscope”. // Physics of Low – Dimensional Structures, # 3/4, p. 17-23 (2001).
- 52. D.Courjon, C.Bainier – “Near field microscopy and near field optics”. Rep. Prog. Phys. 57, p. 989 – 1028, (1994).
- 53. H.K.Wickramasinghe – “Progress in scanning probe microscopy”. // Acta materialia, 48, p. 347-358 (2000).
- 54. Sito internet di "NT-MDT": <http://www.ntmdt.ru/>