

# Introduzione alla tecnica SFM

(Scanning Force Microscopy)  
anche detta AFM  
(Atomic Force Microscopy)

Giacomo Torzo

LabTrek srl



# Scaletta

Il mondo microscopico: fattori di scala

**Cosa è una superficie ?**

Vari tipi di SPM

AFM: microscopia a scansione di Forza

Gli scanners piezoelettrici

Le interazioni sonda-campione

Il modo <non-contatto>

L'effetto delle dimensioni finite della sonda

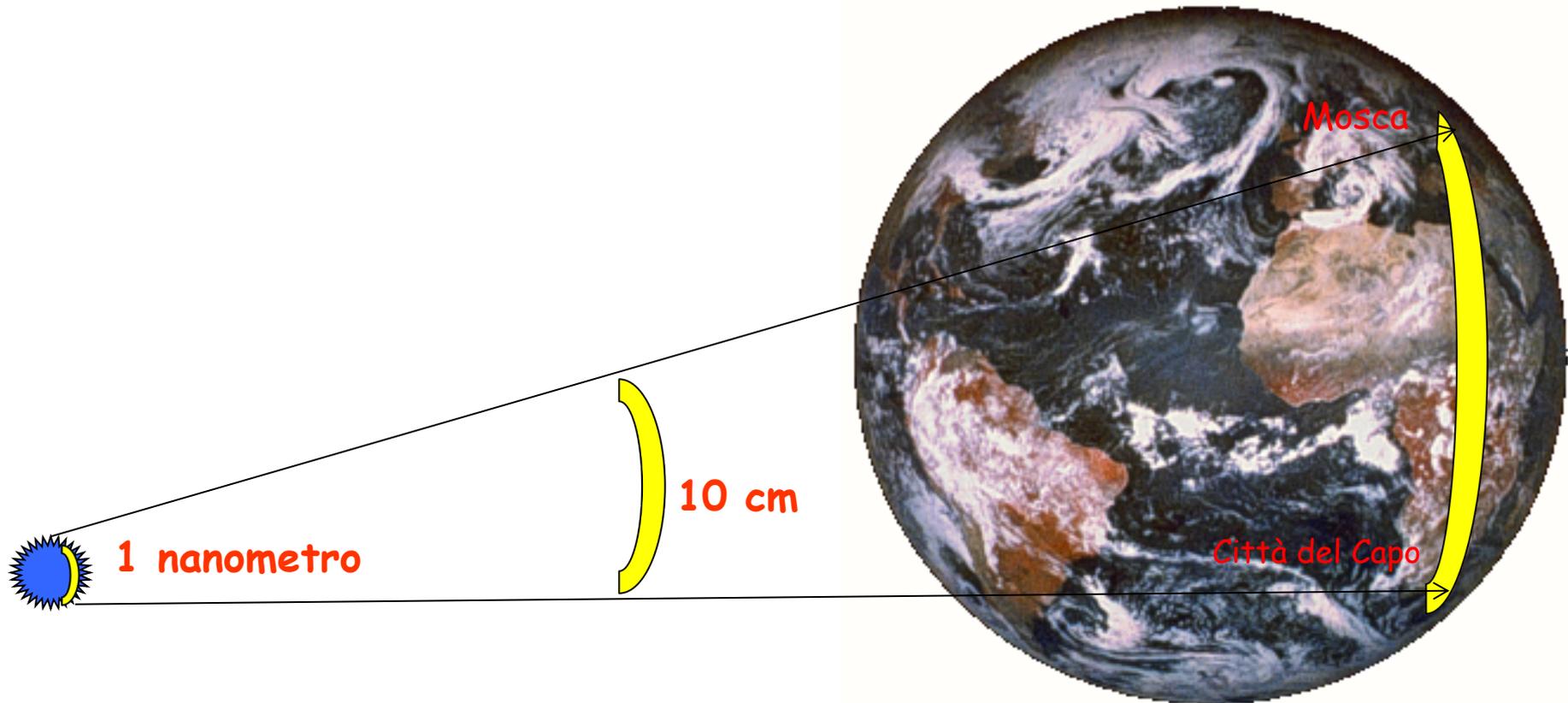
Artefatti nell'immagine acquisita

**Esempi di immagini SPM**

# Quanto “piccolo” è un nanometro ?

Se scaliamo 1 nanometro di un fattore che lo trasforma in 10 cm

Lo stesso fattore di scala, applicato ai 10 cm,  
diventa circa la distanza tra Mosca e Città del Capo: 10.000 km



# Scalando le lunghezze...

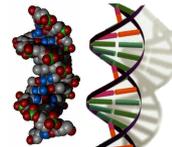
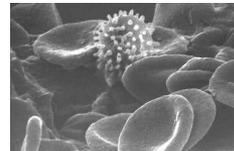
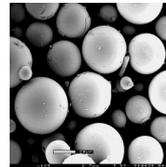
Scalando 1 **METRO (m)**  
di 3 ordini di grandezza otteniamo  
1 **MILLIMETRO (mm)**

Scalando 1 **MILLIMETRO**  
di 3 ordini di grandezza otteniamo  
1 **MICROMETRO ( $\mu\text{m}$ )**

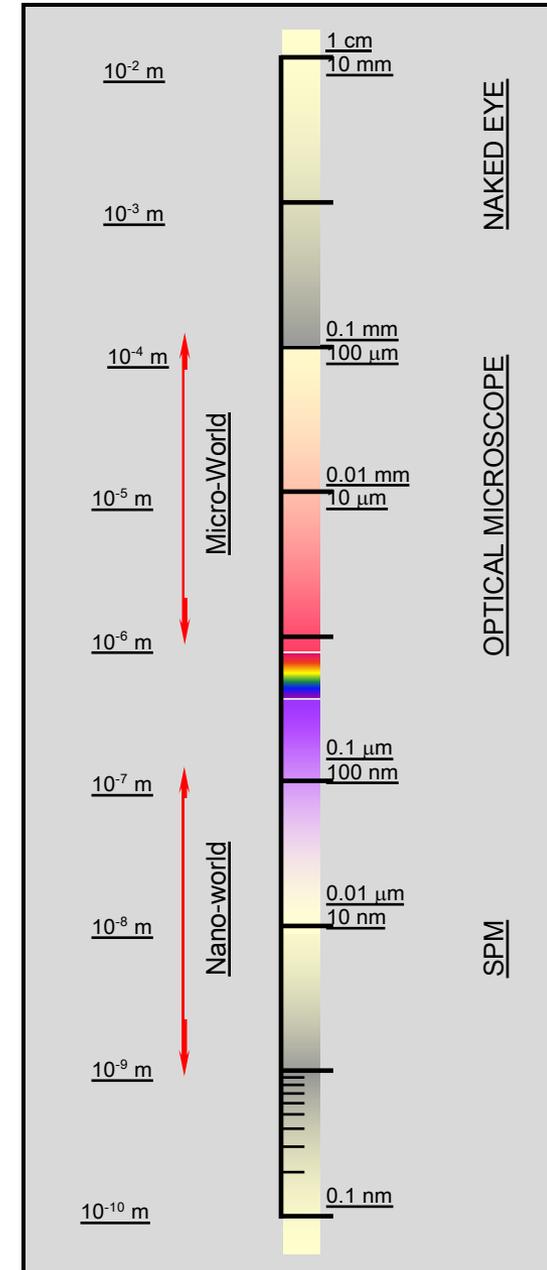
L'occhio umano può distinguere  
solo oggetti separati da **distanze**  
**maggiori di 0,1 mm (100  $\mu\text{m}$ )**

Scalando 1 **MICROMETRO**  
di 3 ordini di grandezza otteniamo  
1 **NANOMETRO (nm)**

Oggetti **nanometrici** non si possono  
vedere con **microscopi ottici**



Atomo  
raggio ~ 0.1 nm



# Cosa è una superficie ?

La definizione di una "superficie" nel mondo **microscopico** non è banale come nel mondo **macroscopico** (in un solido gli atomi alla "superficie" sono separati da distanze molto maggiori della dimensione media del nucleo, e gli elettroni che circondano i nuclei sono distribuiti in orbitali che si espandono più della distanza tra nuclei).

Una definizione pratica di superficie:

*il luogo dei punti tracciato da una sonda  
mentre si mantiene costante la interazione sonda-campione*

La **sonda** può essere una "punta" (ma anche un "fascio elettronico" associato a un sensore che rivela gli effetti della interazione fascio-campione , come nel SEM)

Quindi lo **stesso campione** può mostrare **diverse superfici** a seconda del **tipo di punta** e del **tipo di interazione** usata nella scansione

# Diversi tipi di SPM

L'acronimo **SPM** (Scanning Probe Microscopy) definisce diversi tipi di tecniche per la **Microscopia con Sonda a Scansione**

In **SEM-TEM** = Scanning (Transmission) Electron Microscope, i segnali sono prodotti dai rivelatori che misurano gli effetti delle **collisioni elettroniche** con il campione (*raggi-X, elettroni riflessi o trasmessi ...*)

In **STM** = Scanning Tunneling Microscope, il segnale è la **corrente di tunneling elettronico**.

In **SFM** = Scanning Force Microscope, il segnale è dovuto a qualche tipo di **forza di interazione** (forze di Van der Waals, forze magnetiche, forze elettriche, attrito,...).

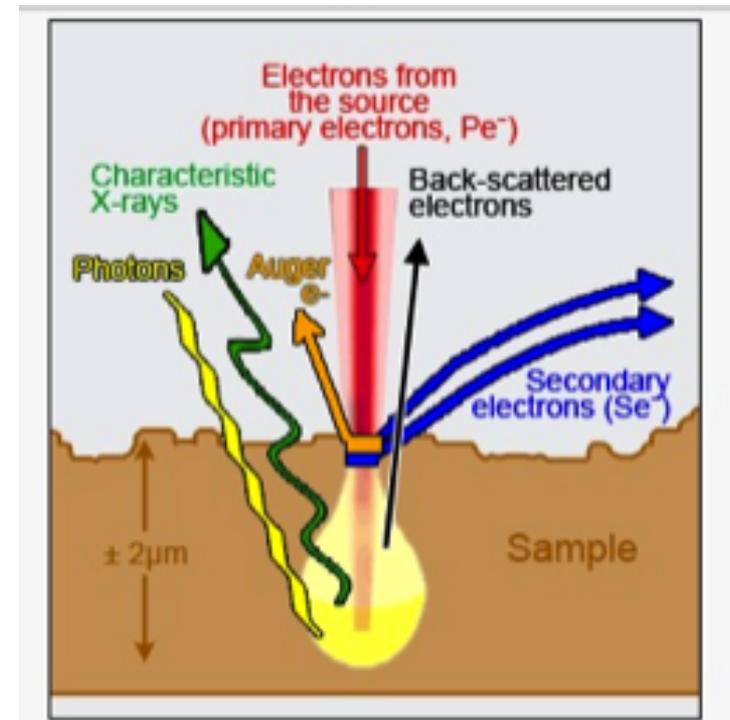
# SEM: il microscopio elettronico

L'immagine è ottenuta rivelando il segnale prodotto da un fascio elettronico di alta energia ( $10 \div 500$  keV)

Gli elettroni generati da un cannone elettronico penetrano una regione dove lenti elettromagnetiche focalizzano il fascio che spazzola la superficie del campione

Tutto il sistema (cannone, lenti, campione) va tenuto in ultra-alto vuoto ( $\approx 10^{-6} - 10^{-12}$  Pa)

Il fascio interagisce con uno strato superficiale del campione che varia da pochi nm fino a molti microns



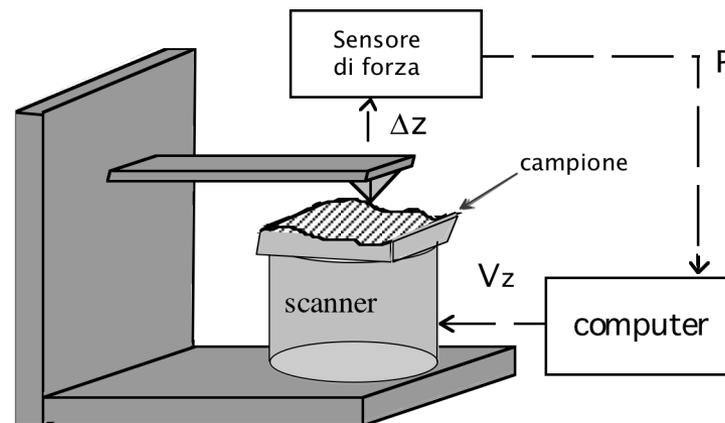
# Principio di funzionamento di un AFM

La tecnica AFM utilizza un  **sensore di forza**  che misura l'interazione tra gli atomi di una  **sottile punta**  e gli atomi alla superficie del campione.

La punta viene portata molto vicina alla superficie del campione e, mediante un attuatore piezoelettrico ( **scanner** ) controllato da computer, la zona di interazione punta-campione viene variata in modo da  **scansionare l'area desiderata** .

Durante la scansione il computer registra la  **posizione (x,y)**  della punta sull'area e  **l'interazione  $P(x,y)$**  tra punta e superficie.

**La matrice dei valori  $P(x,y)$  costituisce l'immagine AFM**

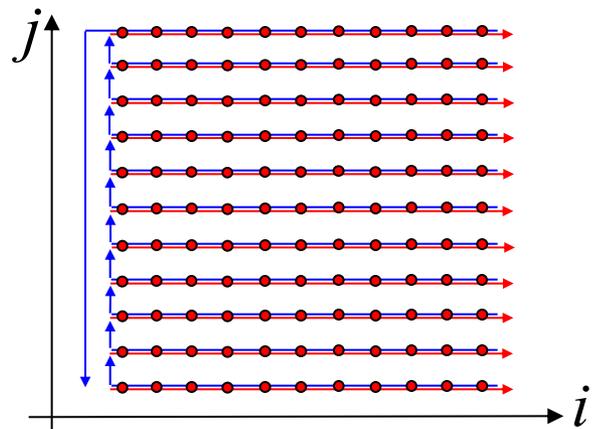


# Acquisizione dell'immagine SFM per punti

La mappatura dell'interazione  $P$  punta-campione ottiene scansionando la superficie, e registrando in una **matrice bidimensionale** i valori misurati  $P_i(x_i, y_j)$  per ogni posizione  $x_i, y_j$  della punta

Per esempio se la punta incontra una **protrusione** durante la scansione, la distanza diminuisce e la interazione **aumenta**, se incontra un **buco** la distanza aumenta e la interazione **cala**

La **matrice dei valori**  $P_i(x_i, y_j)$  può essere mostrata sullo schermo di un computer usando una rappresentazione a scala di grigi



Mappatura pixel per pixel dell'area scansionata

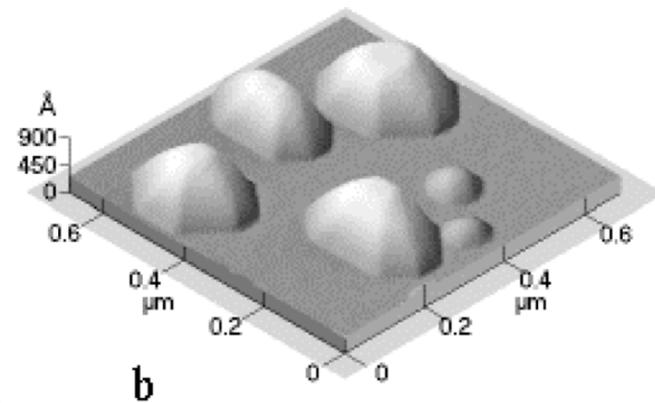
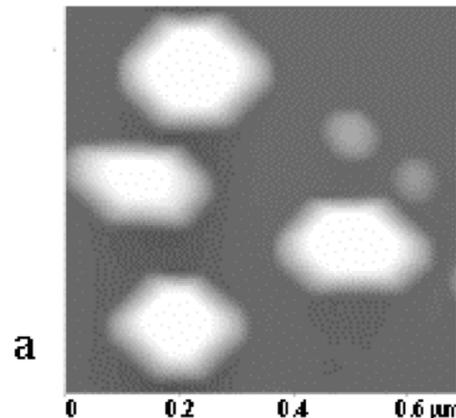


Immagine di nanostrutture di InP cresciute su un a GaAs  
Matrice di 256 x 256 punti

a) BMP, b) Vista assometrica (3D)

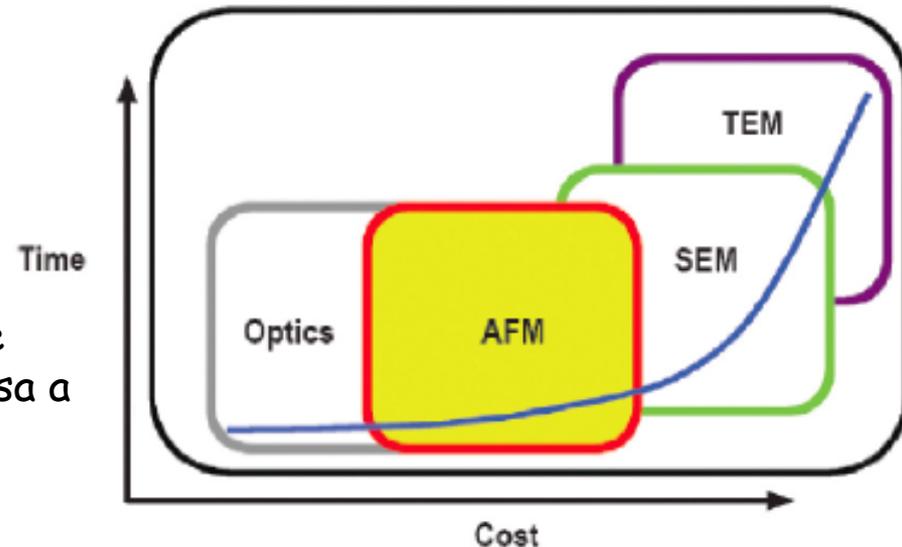
# Differenze tra SEM e AFM

Le immagini SEM contengono informazioni prodotte da uno **strato** del campione  
Che può essere sottile, ma **mai** raggiunge il limite di **un singolo strato atomico**  
Quindi SEM dà informazioni sulla **composizione microscopica** della superficie ,  
ma non una **reale topografia**

Invece le immagini **AFM**, in generale, non distinguono diversi tipi di atomi,  
ma offrono una **reale topografia** perché la sonda interagisce solo con il primo strato  
di atomi

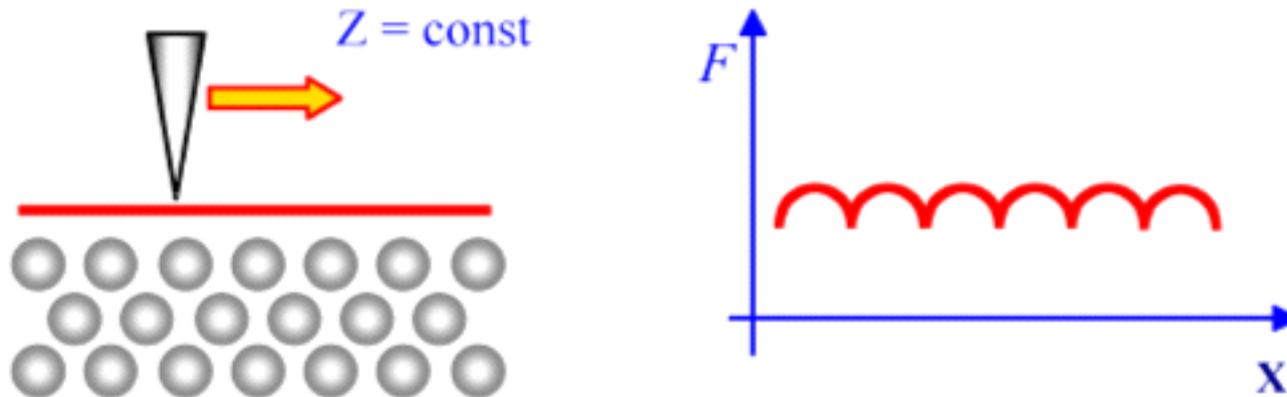
Il **tempo** richiesto per ottenere una immagine  
con SEM è minore che con AFM, ma la messa a  
punto dello strumento è complessa, e la  
preparazione del campione è laboriosa

Con AFM il campione non deve essere preparato.



# Immagini "ad altezza costante"

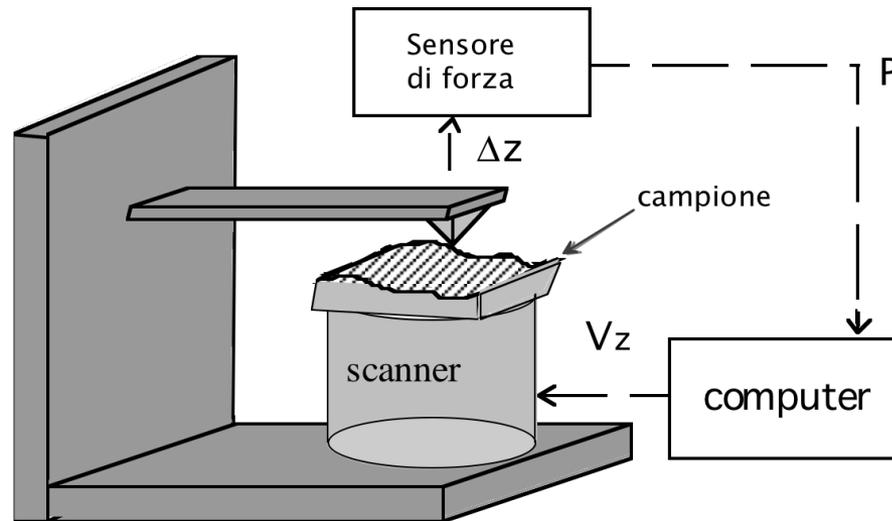
Le immagini ottenute registrando l'interazione  $P$  vengono dette "acquisite ad **altezza costante**", perchè non viene modulata la coordinata  $z$  dello scanner durante l'acquisizione



La **non-linearità** della risposta rende possibile questa procedura solo per campioni con **rugosità molto piccola**

Per superare questa difficoltà si usa di solito una procedura diversa, usando un **sistema di retroazione** che consente di acquisire **immagini a interazione costante**

# Il meccanismo di retroazione

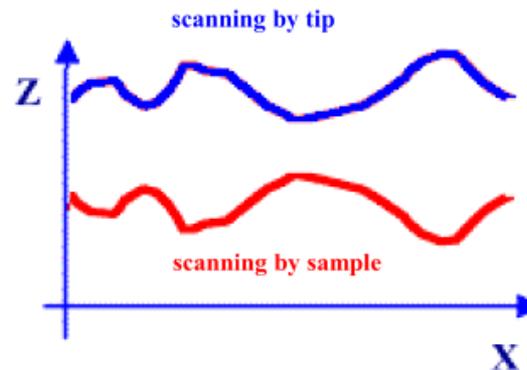
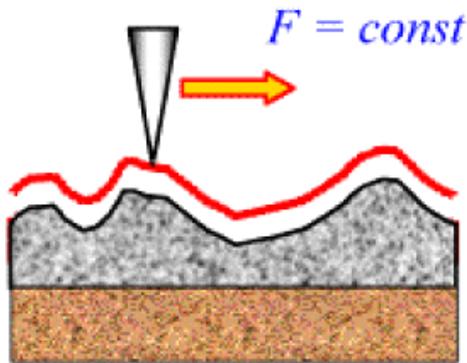
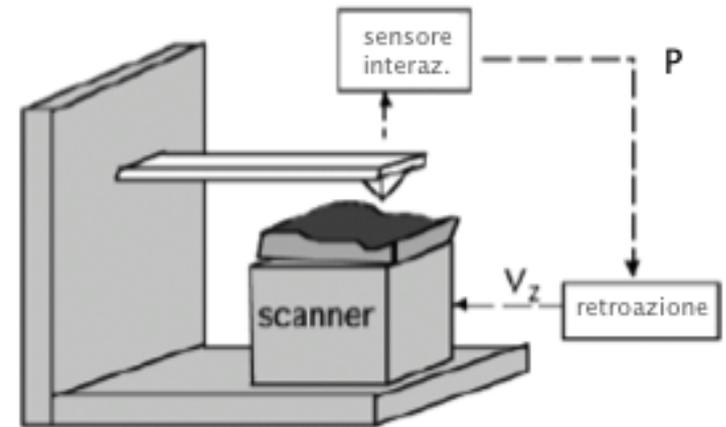


Se il segnale di interazione dipende dalla separazione  $z$  con la funzione  $P(z)$ , il **sistema di controllo a retroazione** mantiene **costante il valore di  $P$**  (al valore scelto  $P_0$ ) agendo sul trasduttore piezoelettrico (**scanner**).

Il valore del **segnale fornito allo scanner per mantenere costante  $P$**  costituisce il valore  $z$  (topografia) per ogni punto  $(x,y)$  della superficie scansionata

# Immagini a "Interazione Costante".

Usando il segnale di interazione  $P$  per controllare (**retroazione**) il valore  $z$  mantenendo costante la interazione, si aumenta la linearità e la affidabilità del sistema

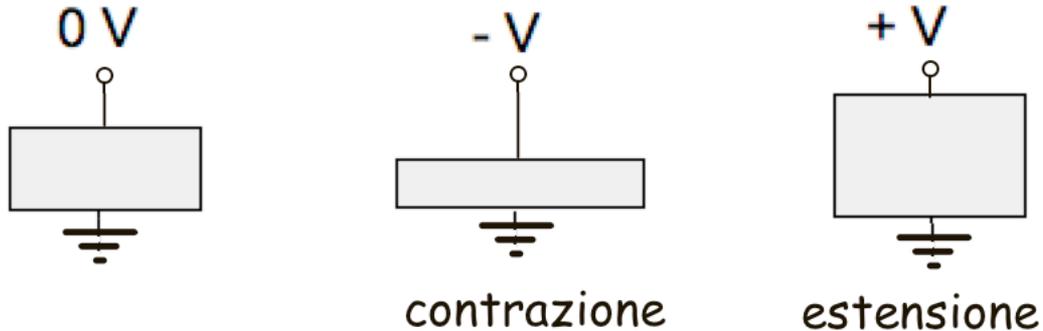


Il computer registra la matrice  $V_z(x_i y_j)$  delle tensioni fornite allo scanner per mantenere costante l'interazione.

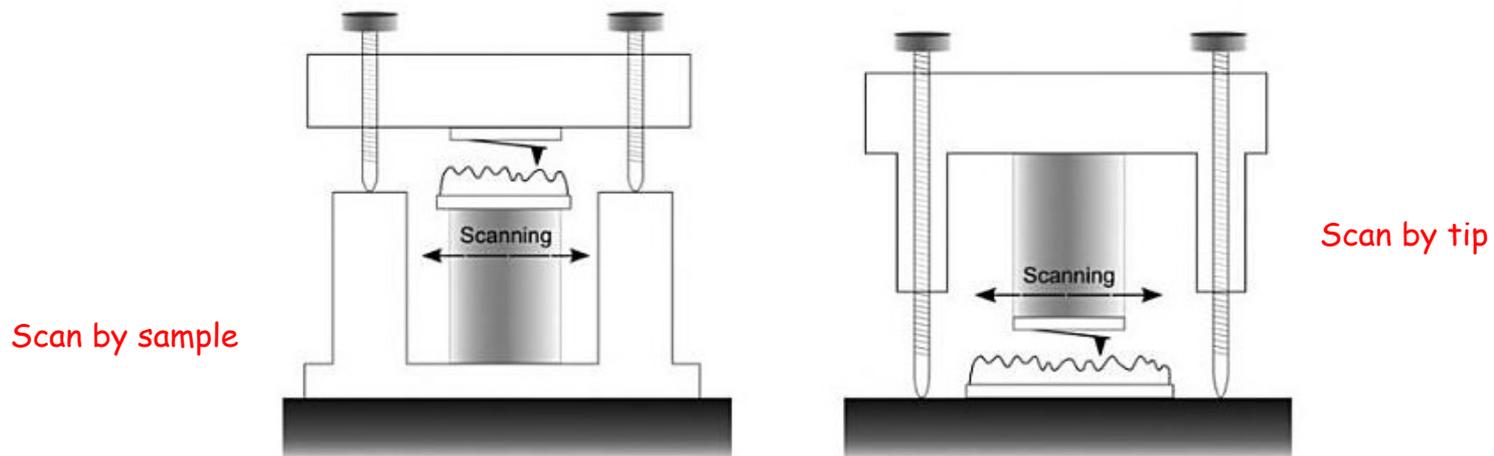
Questa matrice è una **immagine di reale topografia** dell'area scansionata

# Lo scanner piezoelettrico

Lo scanner piezoelettrico si espande e si contrae proporzionalmente alla tensione applicata

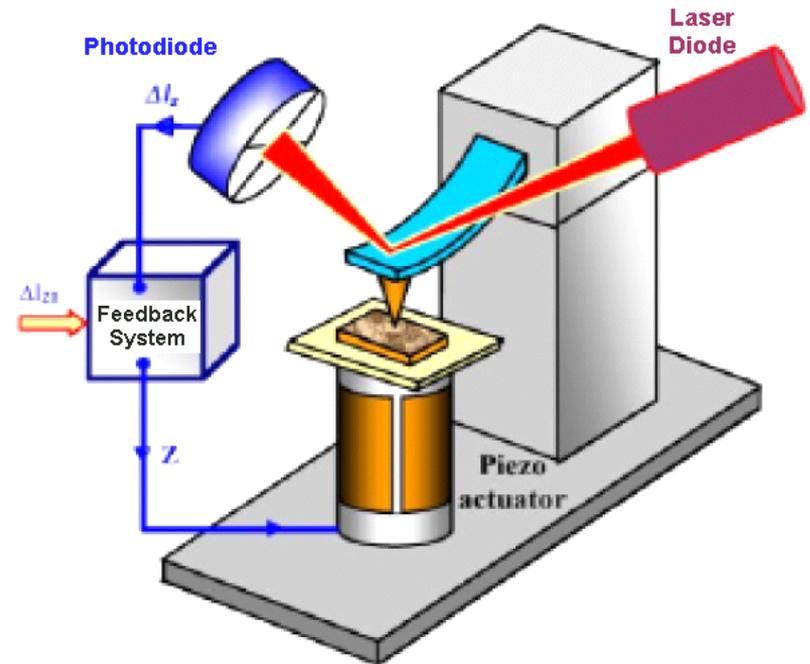


In alcuni casi (**scan by sample**), lo scanner muove il campione rispetto alla punta, in altri (**scan by tip**), il campione è fermo, e lo scanner muove la punta



# Il sensore a "leva ottica" (o "raggio riflesso")

Il sensore di forza più usato in SFM è una **micro-leva**, con una punta ad una estremità, ed un sottile fascio di luce, prodotto da un **diodo-laser** riflesso dalla leva e rivelato da un **doppio fotodiodo**



La forza di interazione tra gli atomi della punta e del campione **flette la microleva** e **sposta il raggio riflesso**

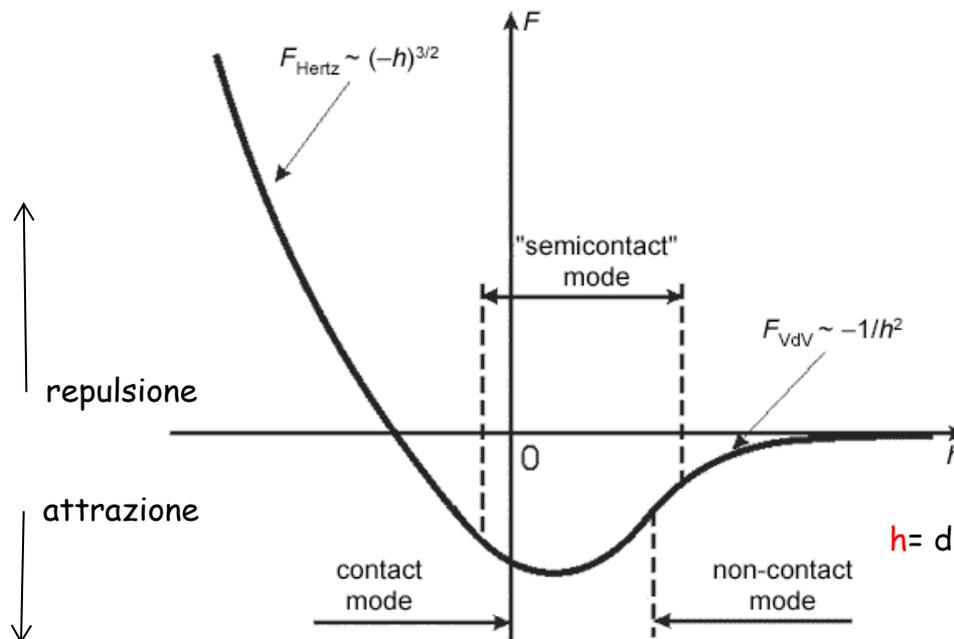
La diversa illuminazione dei due settori del fotodiodo producono un segnale di **fotocorrente** che misura la **forza**

# Le forze di interazione tra atomi: a lunga-distanza e a breve-distanza

Una rappresentazione schematica delle forze di interazione tra punta e campione

Si ha **repulsione** a **piccole distanze  $h$**  ove prevale il principio di esclusione di Pauli, che proibisce la compenetrazione delle nuvole elettroniche negli orbitali esterni degli atomi.

A **grandi distanze  $h$**  prevale la polarizzazione alla van der Waals e la forza diviene **attrattiva**.

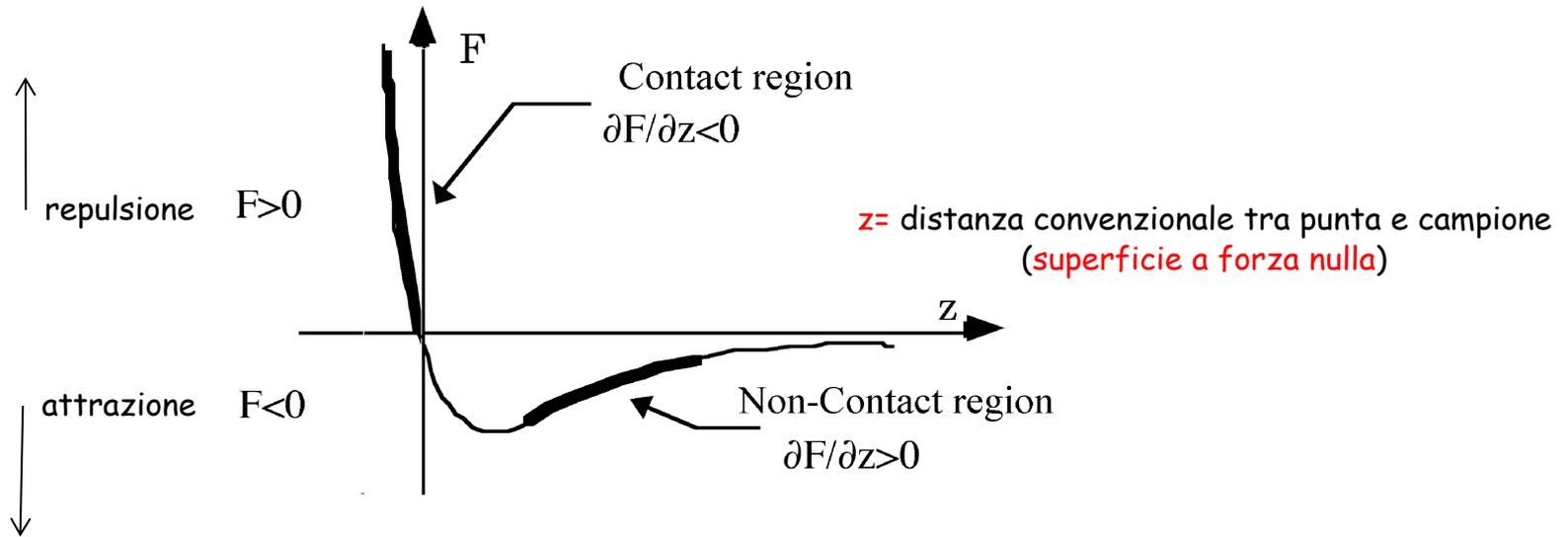


$h$  = distanza convenzionale tra punta e campione  
(superficie a forza negativa)

# Immagini acquisite in modalità Contatto e Non-Contatto

La pendenza di  $F(z)$  è **negativa** e **grande** a piccole distanze dove la forza è **repulsiva** (regione di Contatto)

La pendenza diventa **positiva** e **piccola** a grandi distanze dove la forza è **attrattiva** (regione di Non-Contatto)



Ovviamente la **sensibilità è minore** se la pendenza  $\partial F / \partial z > 0$  è minore: nella regione di non-contatto il segnale è conseguentemente più piccolo.

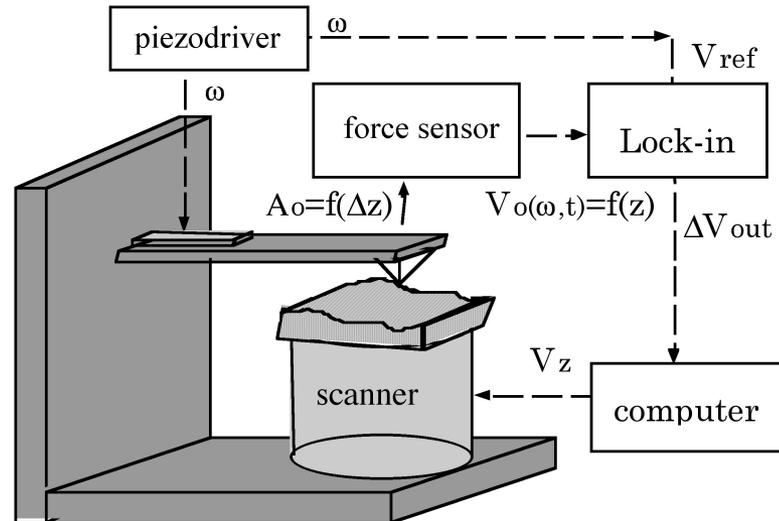
Per **amplificare** il segnale conviene adottare opportune tecniche

# "Non-Contatto": schema della tecnica

Nella regione di **Non-Contatto** la punta esercita sul campione una **forza molto piccola** e quindi si possono esaminare campioni senza deformatarli .

Ma la **sensibilità** è anche molto piccola e quindi si deve usare una tecnica sofisticata per aumentare il rapporto segnale/rumore : la **tecnica lock-in**.

La leva è **forzata in oscillazione** alla sua **frequenza di risonanza**, e le variazioni di **ampiezza di oscillazione** dovuti ai gradienti della **forza di interazione**, sono usati come segnale utile

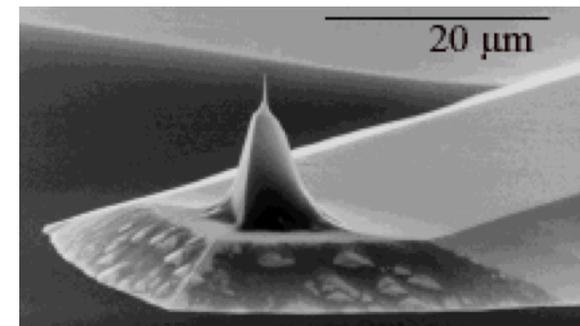
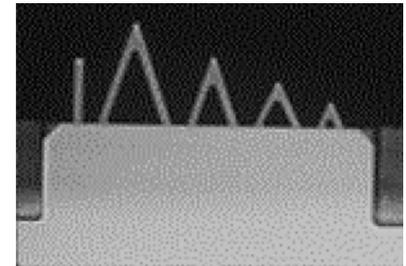
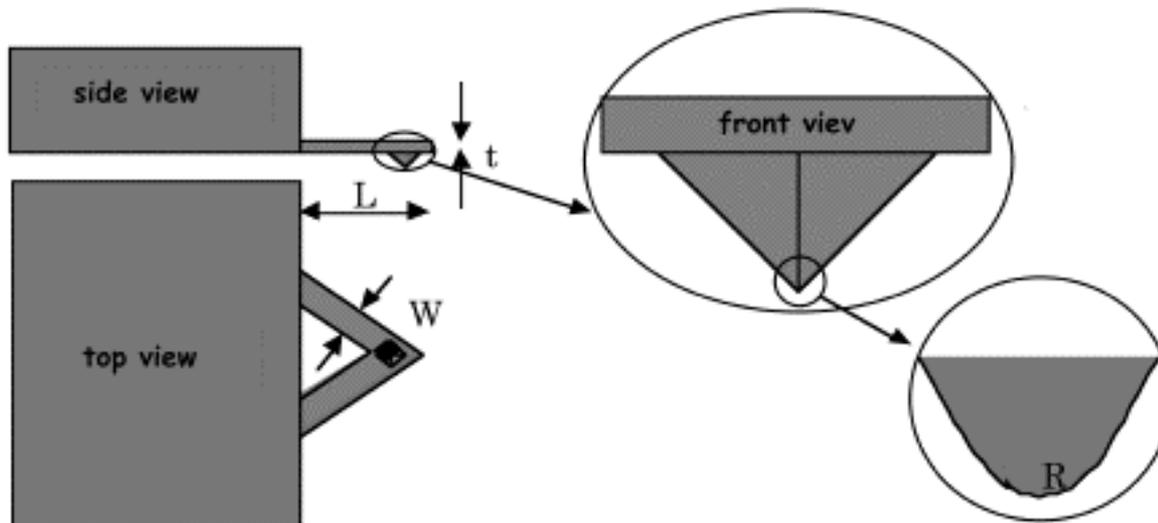


Un **lock-in** sincronizzato dal segnale che eccita l'oscillazione tramite un **attuatore piezo**, misura l'ampiezza anche se essa è nascosta nel rumore del sistema

# Le microleve e le punte

La costante elastica  $k$  della microleva deve produrre una deflessione apprezzabile sotto forze dell'ordine di  $10^{-8} \div 10^{-11}$  Newton. Valori tipici  $k \approx 0.1 \div 100$  N/m.

La geometria delle microleve può essere: rettangolare oppure a "V"

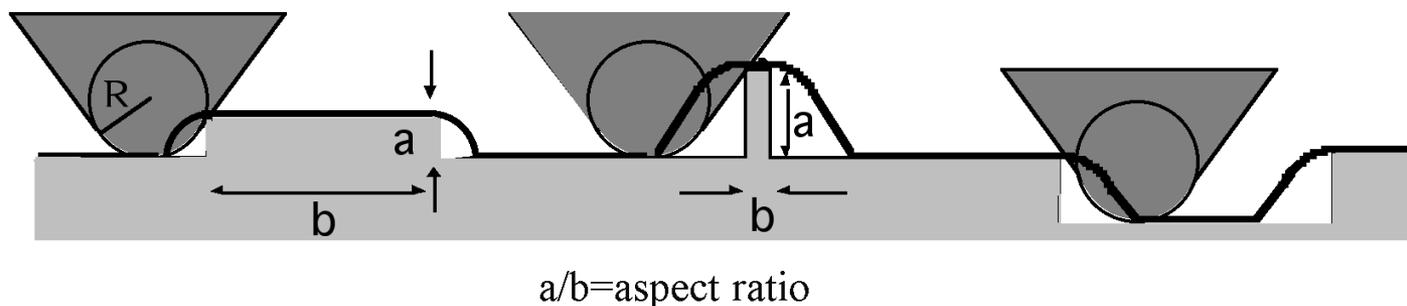


La qualità della punta è definita dal "fattore d'aspetto" (rapporto altezza/base) e dal "raggio di curvatura" dell'apice

# L'effetto di convoluzione della punta

La risoluzione dell'immagine ottenibile con una punta è limitata dagli effetti di "convoluzione"

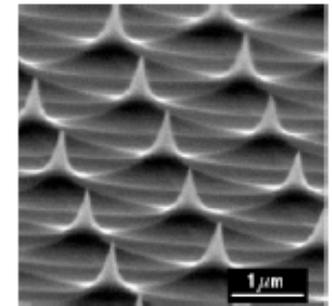
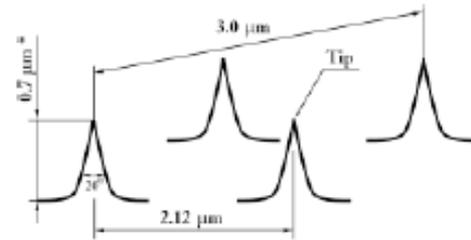
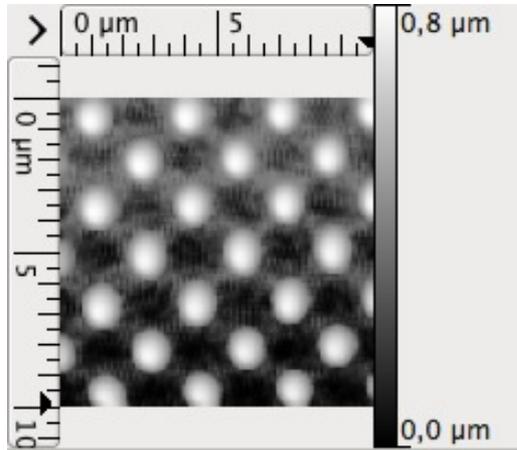
Le **dimensioni del raggio di curvatura** producono una immagine deformata rispetto alla reale topografia, se esse sono **confrontabili con le dimensioni degli oggetti** alla superficie del campione.



La dimensione laterale di oggetti in **rilievo** viene **umentata**

La dimensione laterale di oggetti **incassati** (buchi, fessure) viene **diminuita**

# La convoluzione della punta (su reticolo TGT)



Punta ricostruita  
Per stima cieca

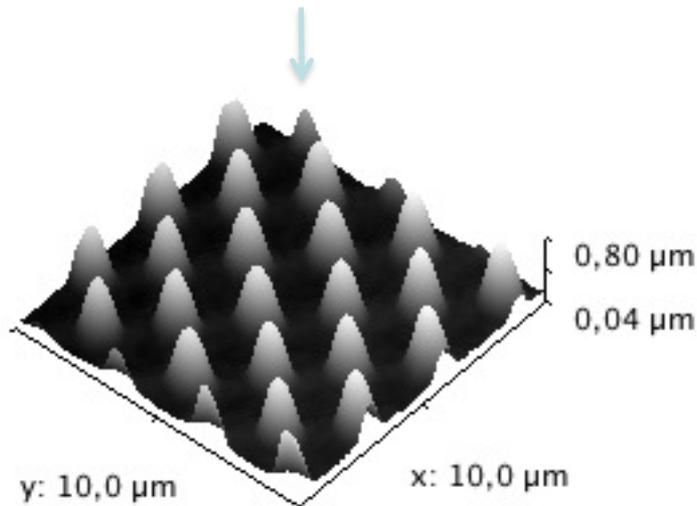
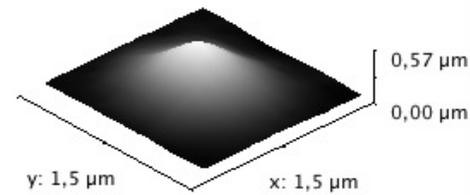


Immagine originale

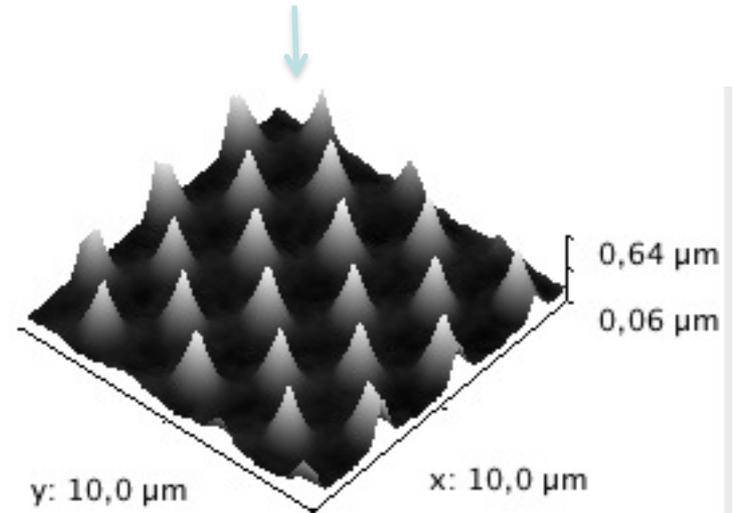
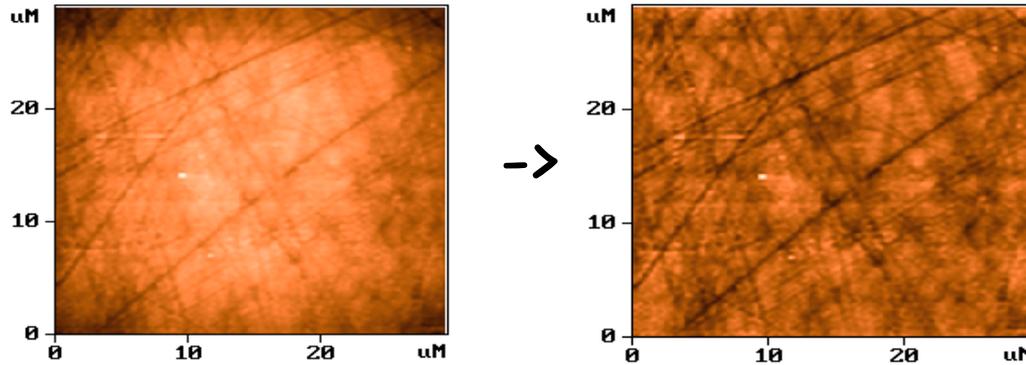
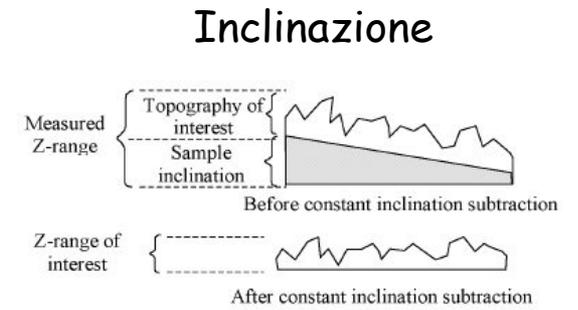
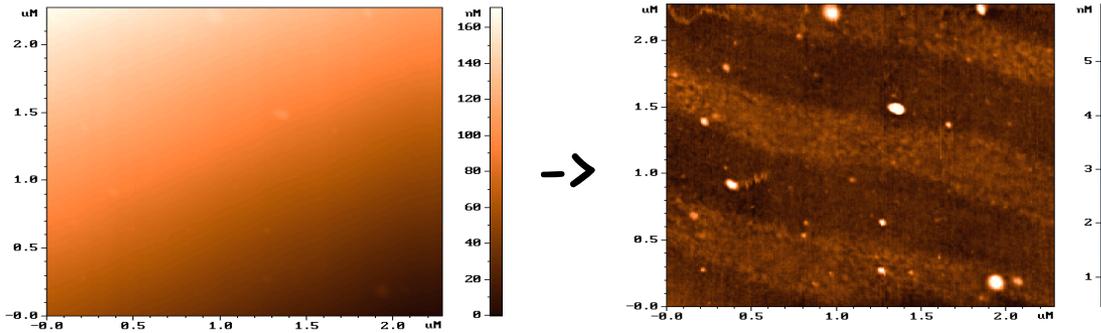
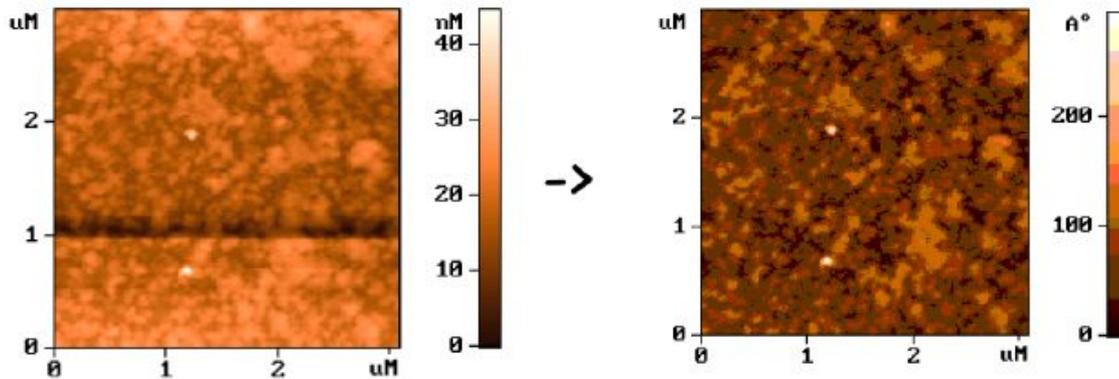


Immagine ricostruita

# Correzioni possibili all'immagine acquisita

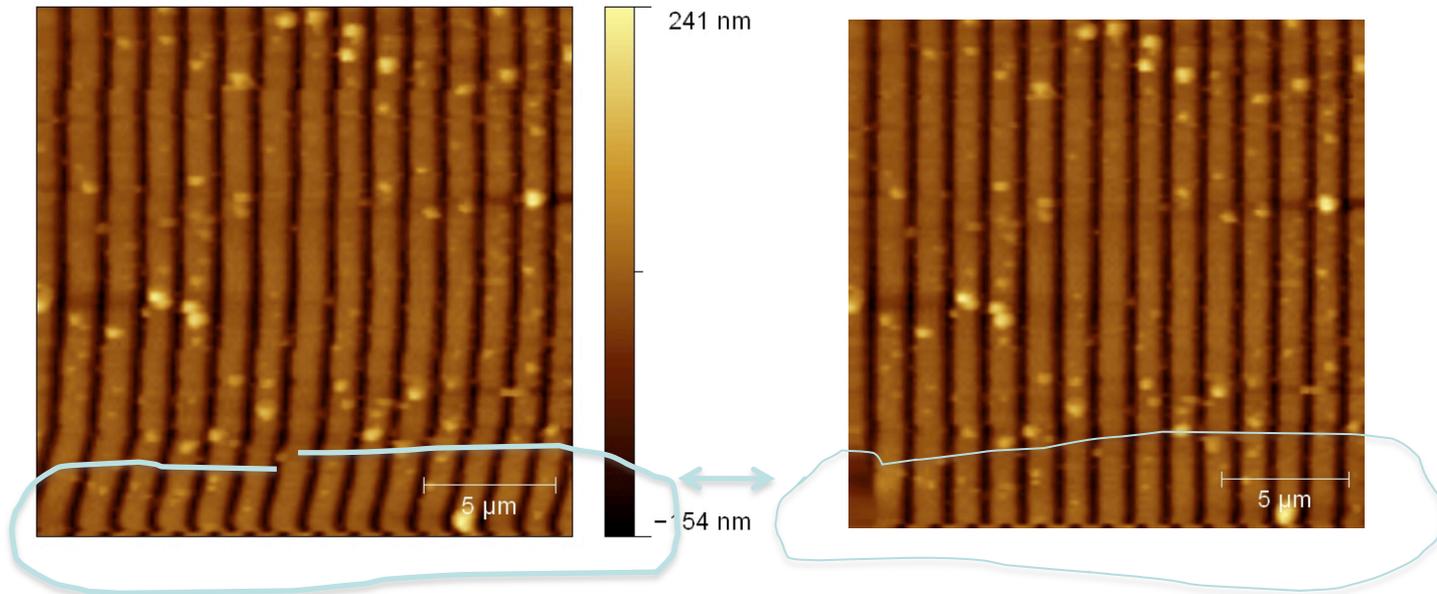


## Curvatura



## Media di linea

# Rielaborazione dell'immagine: **correzione della deriva**



Su CD formattato

# Immagini AFM

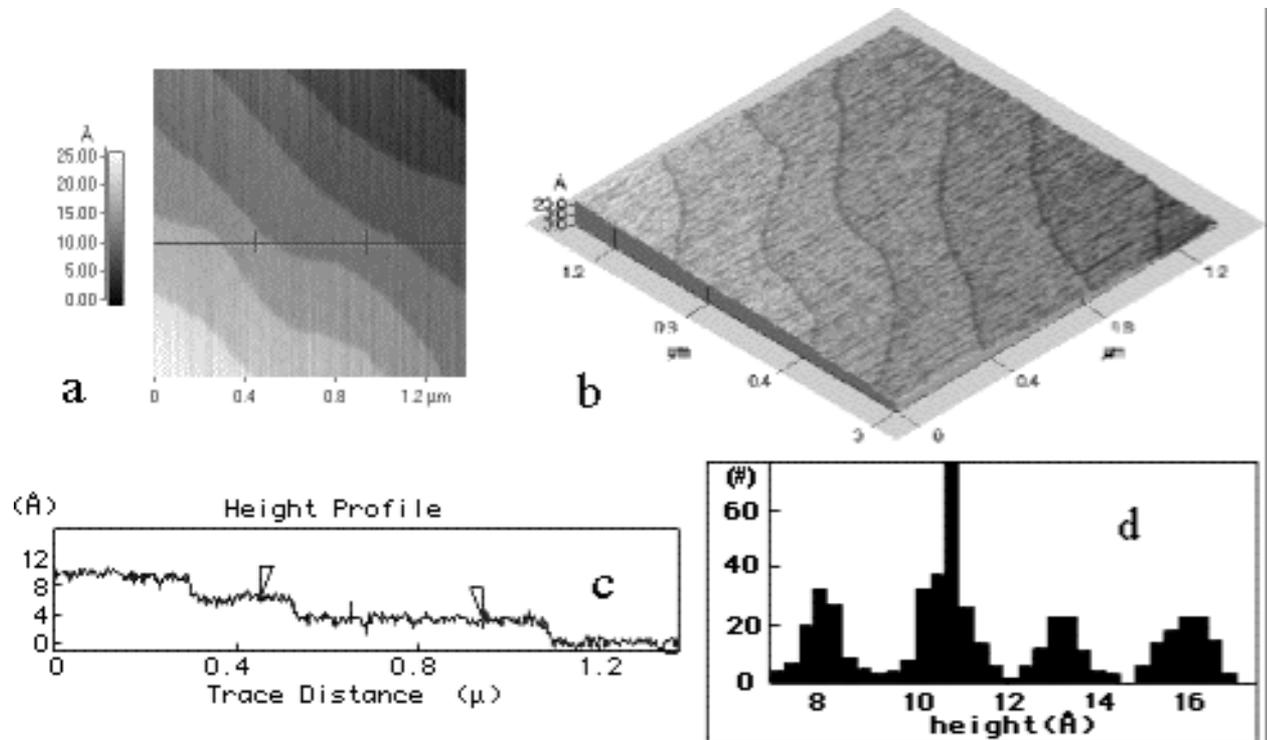
che non si possono ottenere con microscopi ottici

I microscopi ottici hanno una risoluzione che è limitata (per effetti della **diffrazione**) alla lunghezza d'onda della luce usata per ottenere

l'immagine, tipicamente frazioni di **micrometro**

Nelle immagini AFM la risoluzione è limitata dal raggio di curvatura della punta, tipicamente dell'ordine dei **nanometri**

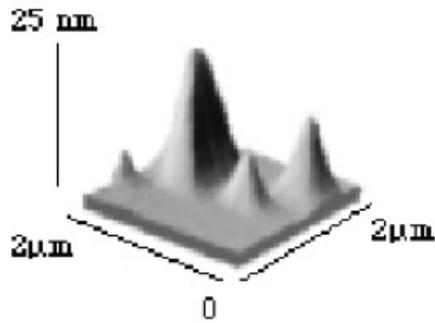
ma la risoluzione  
in altezza può  
essere molto  
migliore!



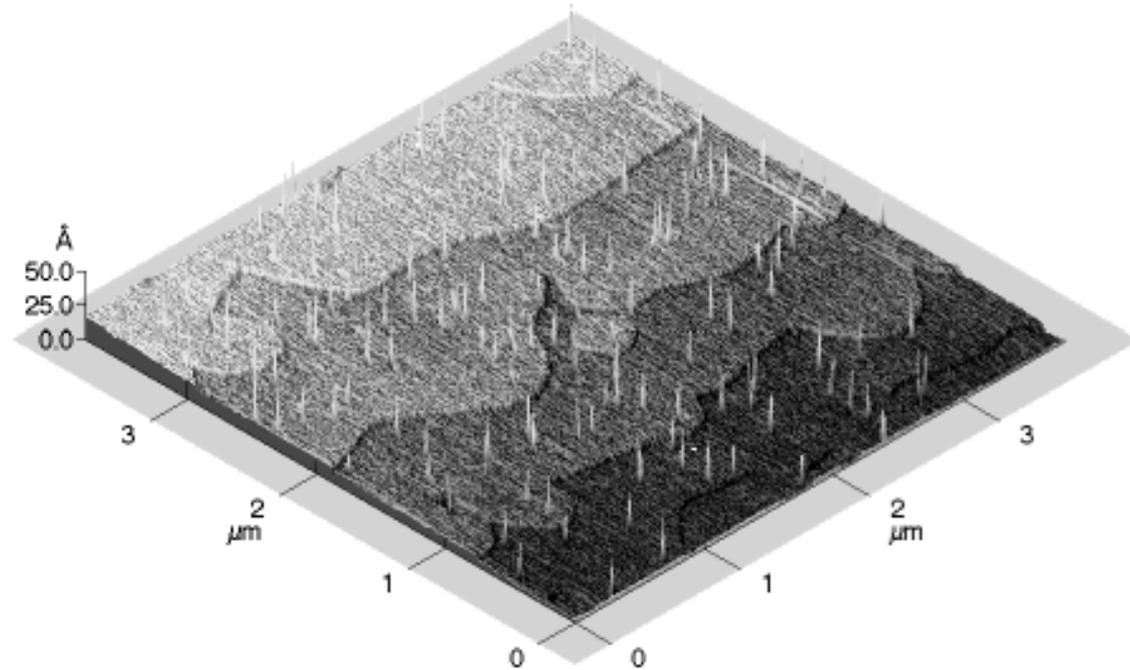
Monocristallo di Arseniuro di Gallio

- a) immagine BMP, b) immagine 3D
- c) profilo di linea, d) istogramma di altezze

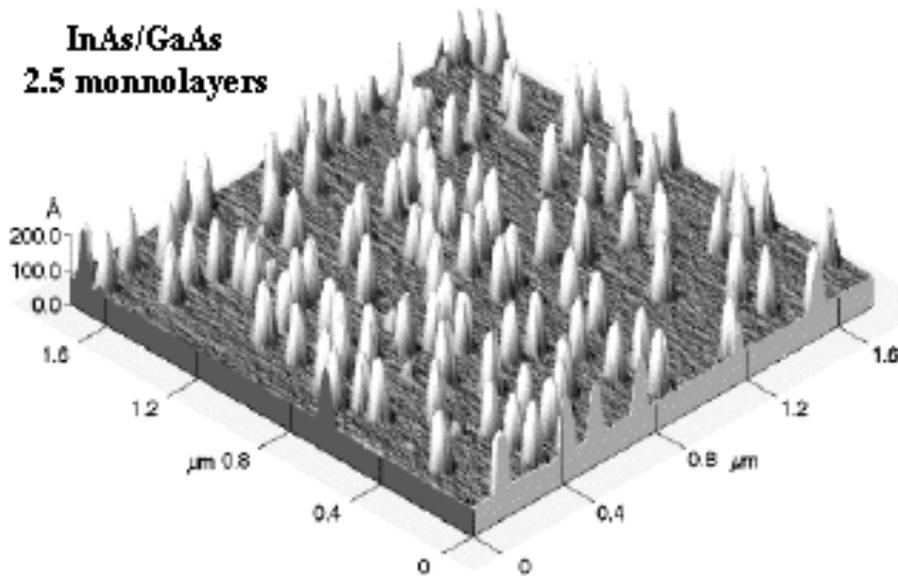
# Nanostrutture invisibili con microscopia ottica



Isole di InAs su GaAs

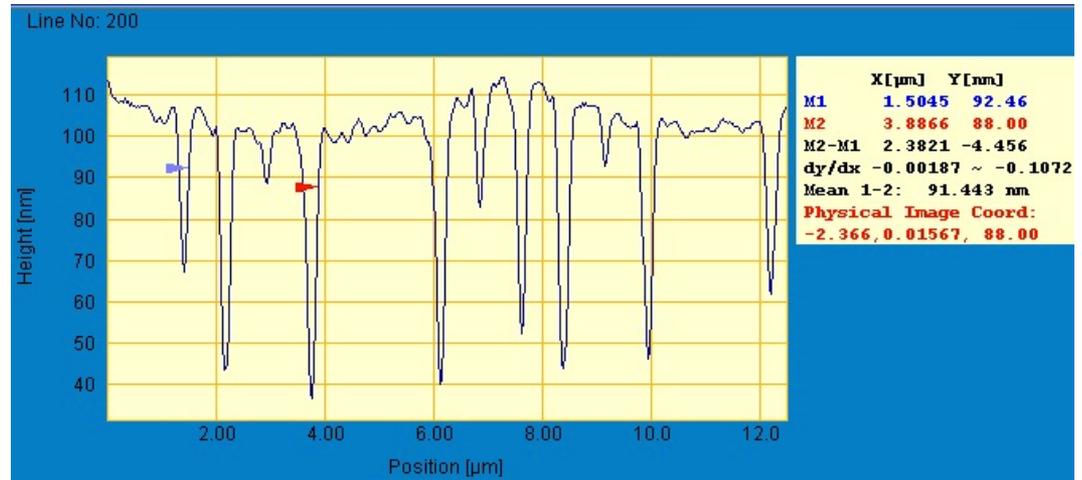
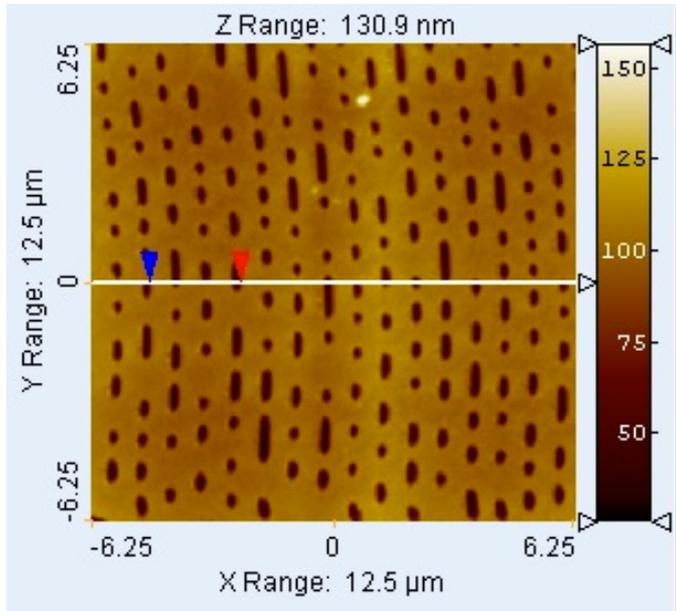


InAs/GaAs  
2.5 monolayers

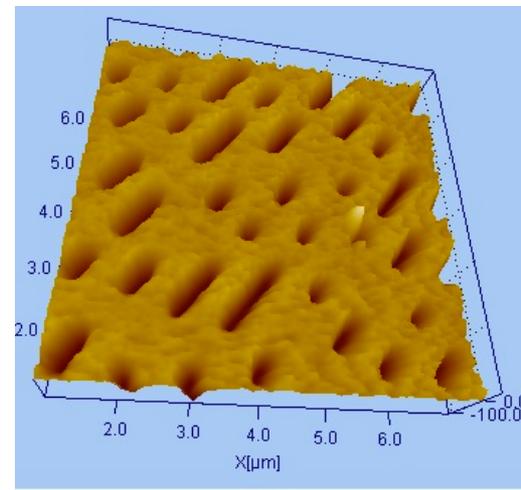
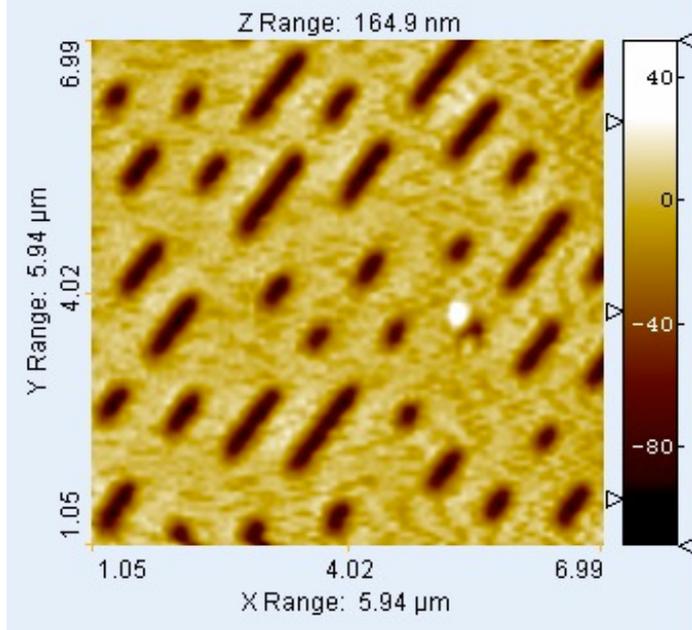


Molto spesso le immagini AFM 3D sono mostrate con l' **asse-z** **espanso** per evidenziare strutture che difficilmente sarebbero percepibili in una rappresentazione proporzionale

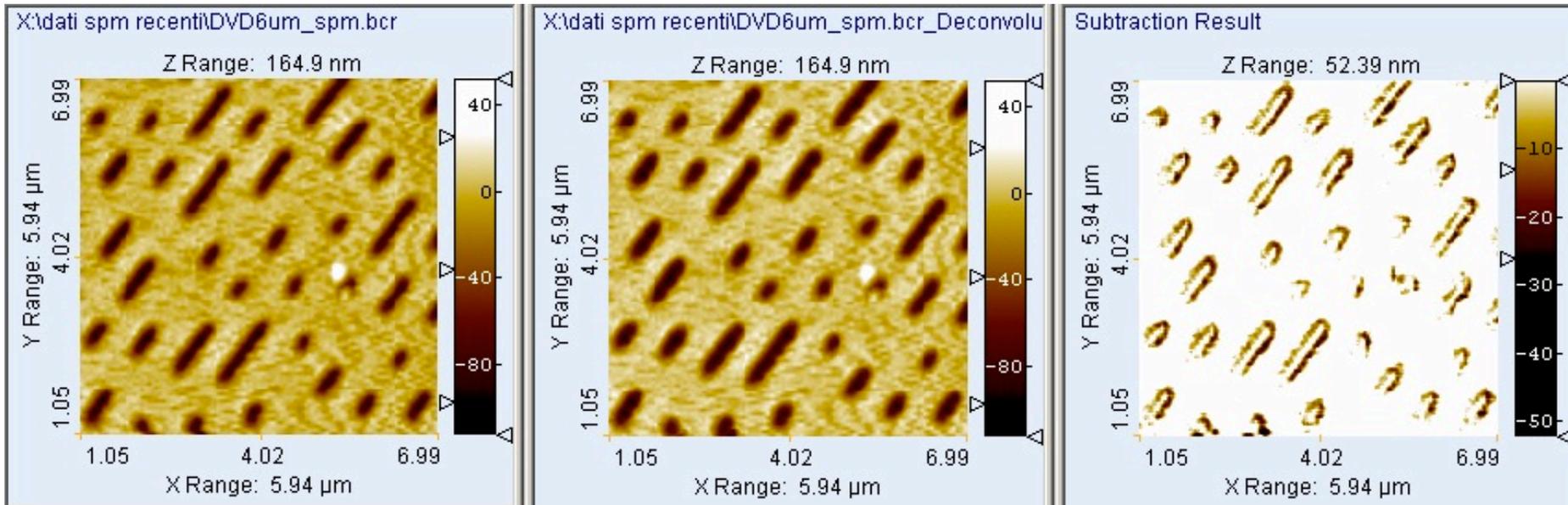
# Incisioni nei DVD scritti



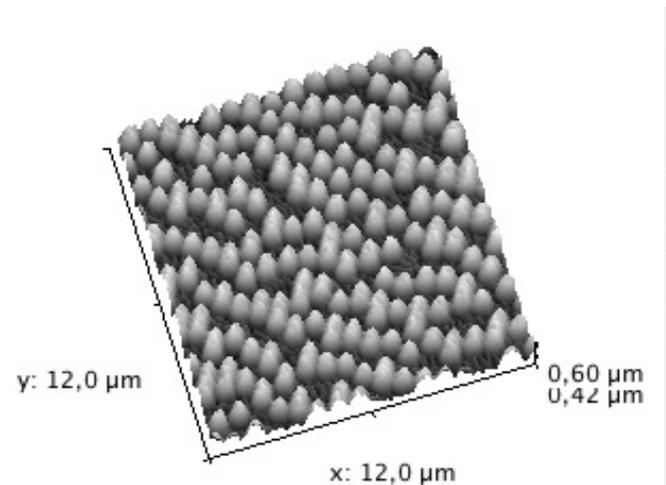
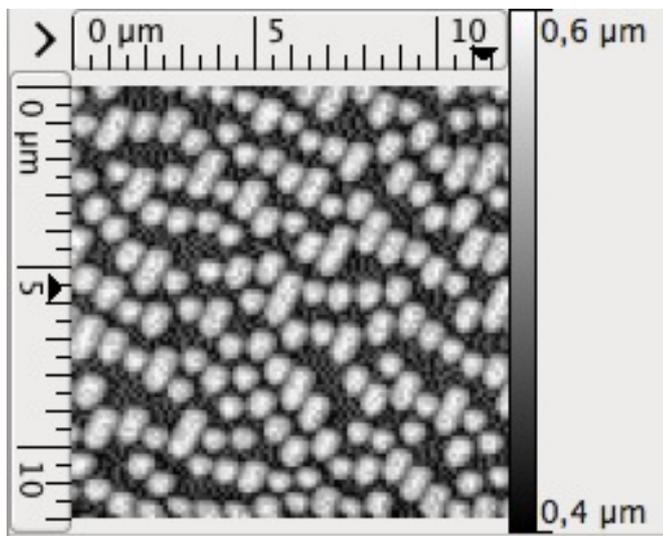
Misura del passo



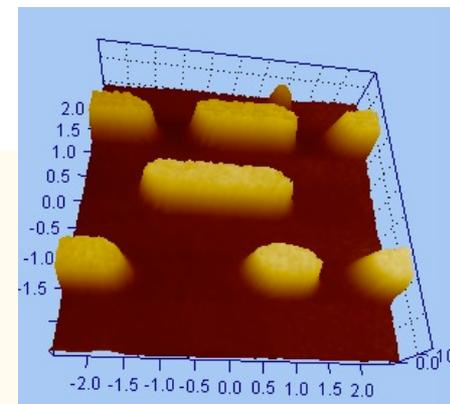
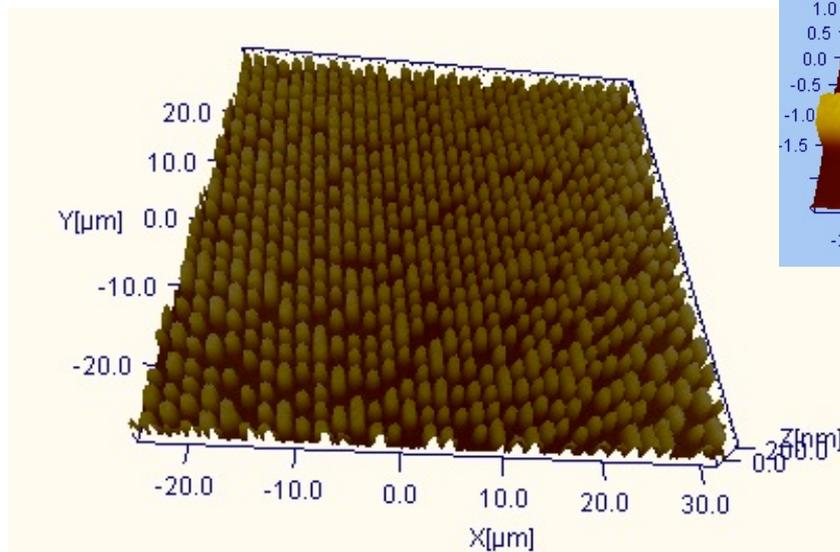
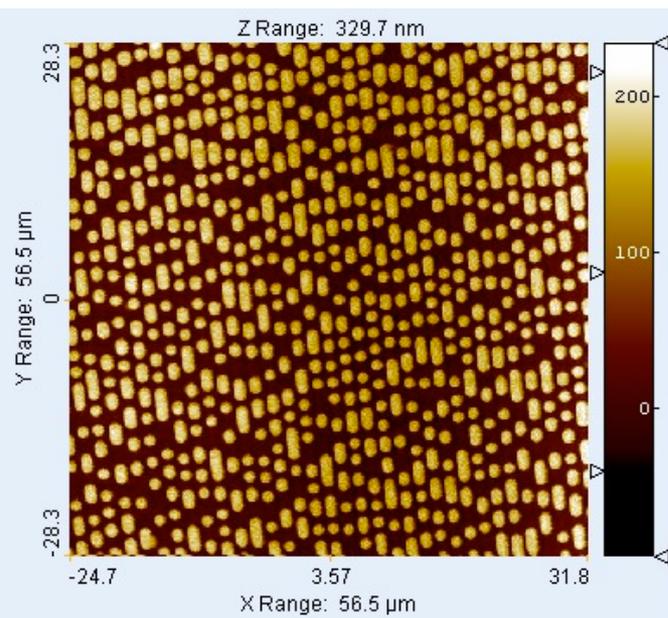
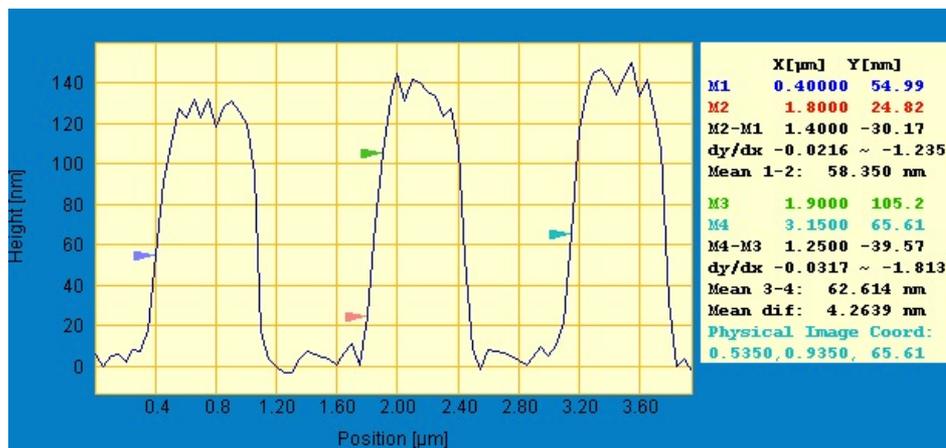
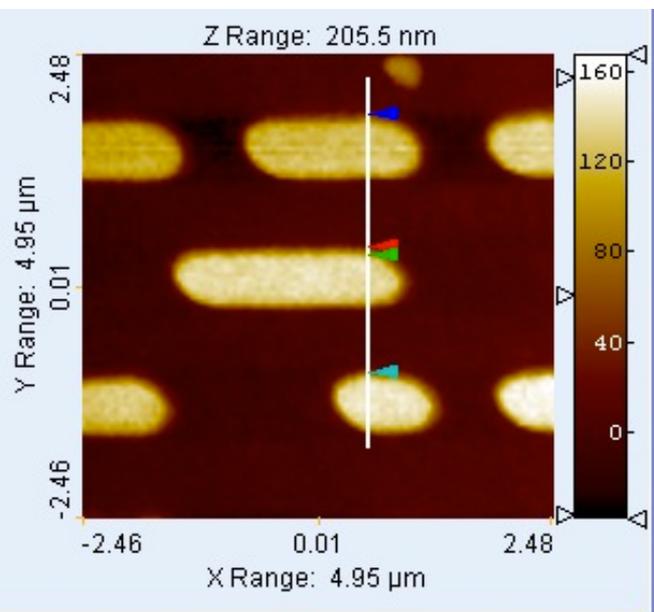
# Buche su DVD : deconvoluzione



## DVD master

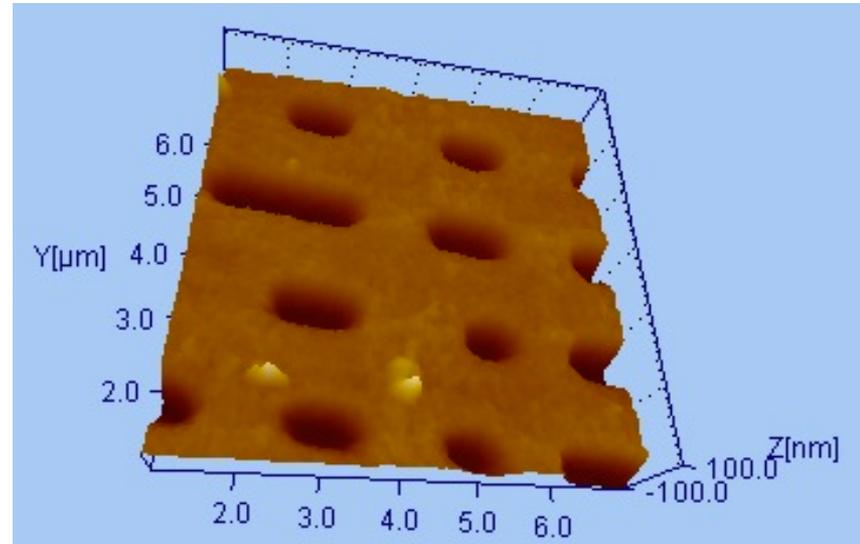
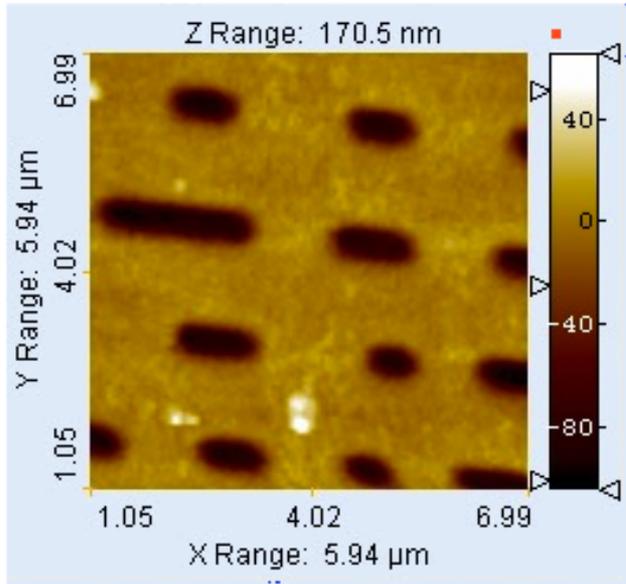


# CD master

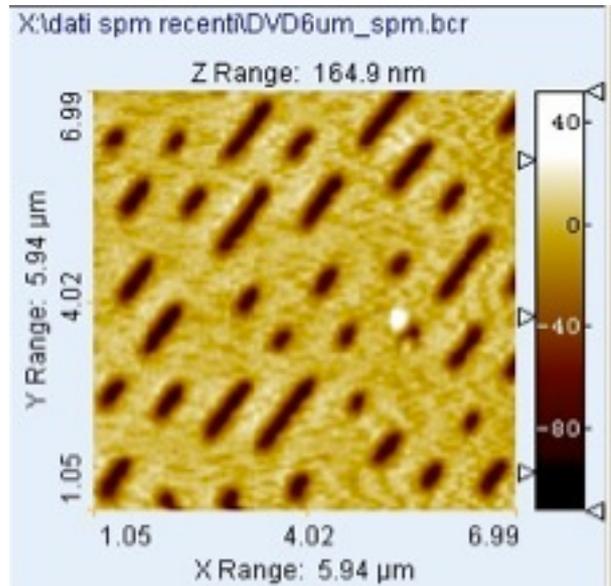


# Buche su CD, e confronto con buche su DVD

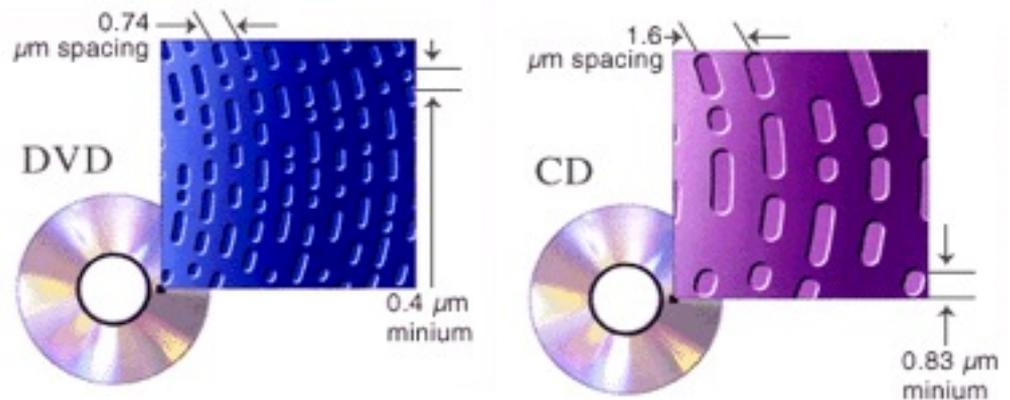
CD



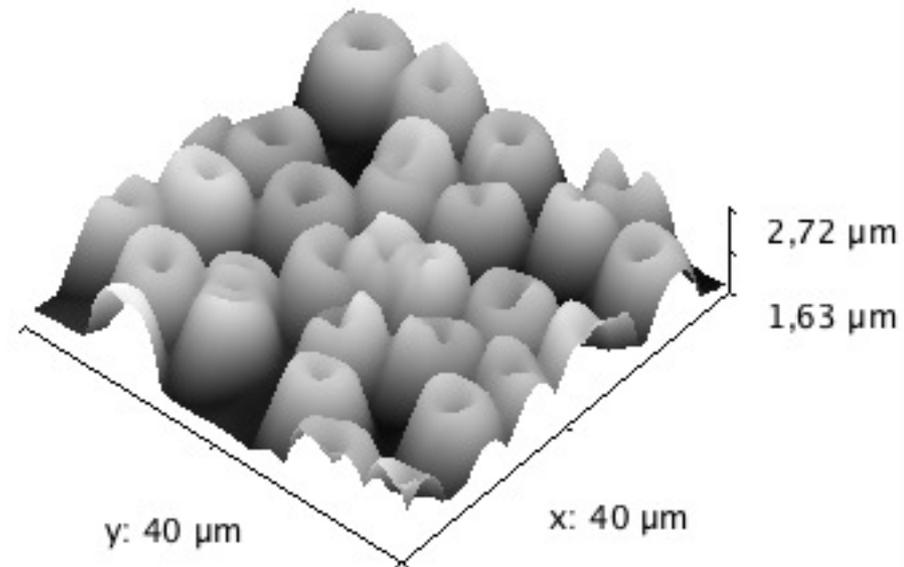
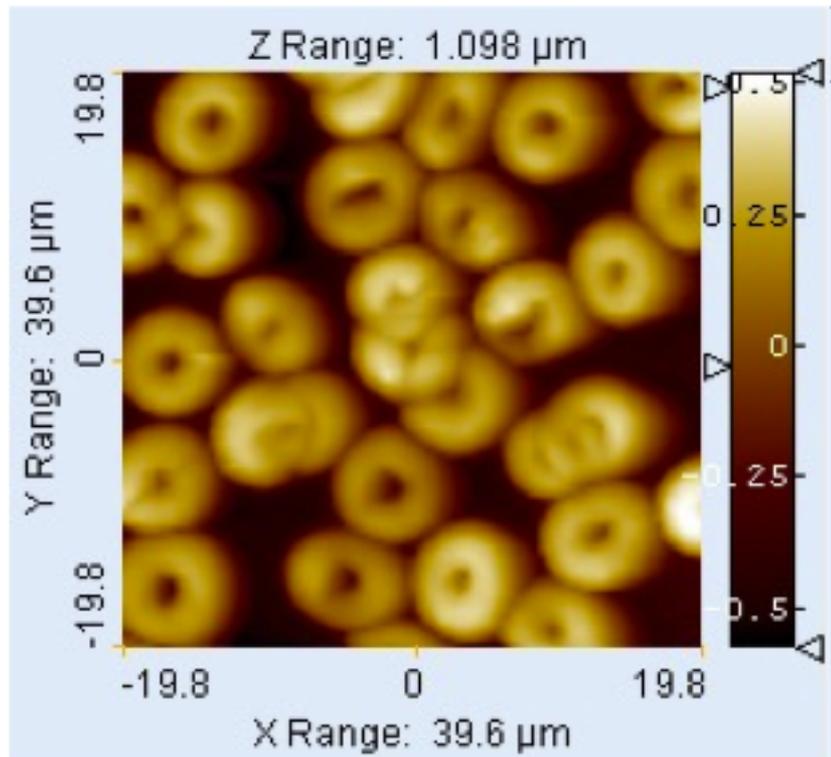
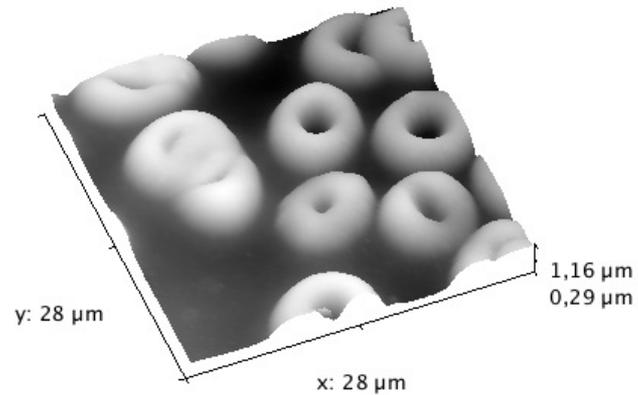
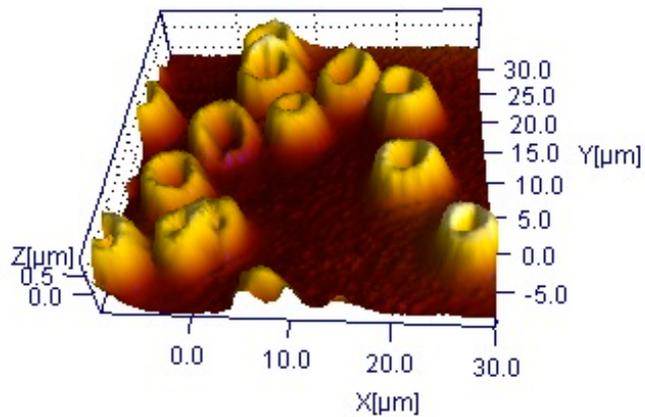
DVD



Le tracce nei DVD sono più piccole e fitte che nei CD consentendo così la memorizzazione di una maggiore quantità di dati nel medesimo spazio

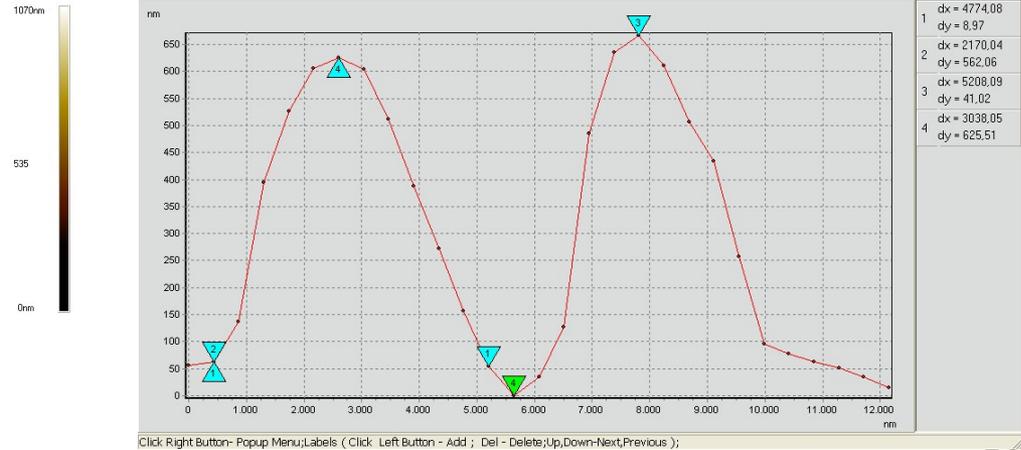
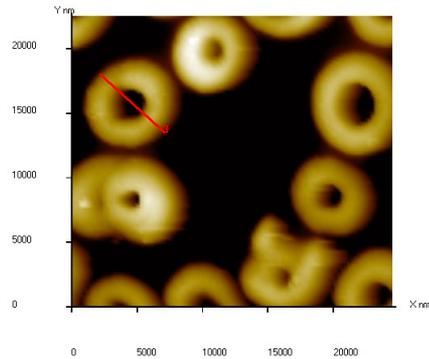
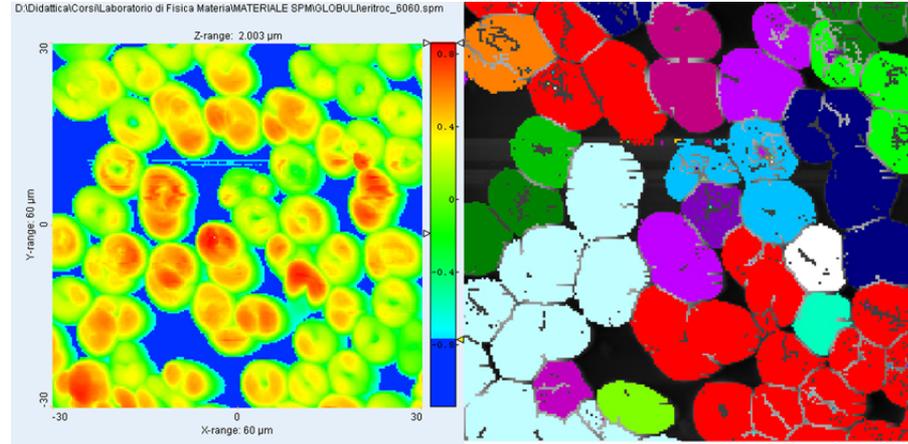


# Eritrociti (globuli rossi)

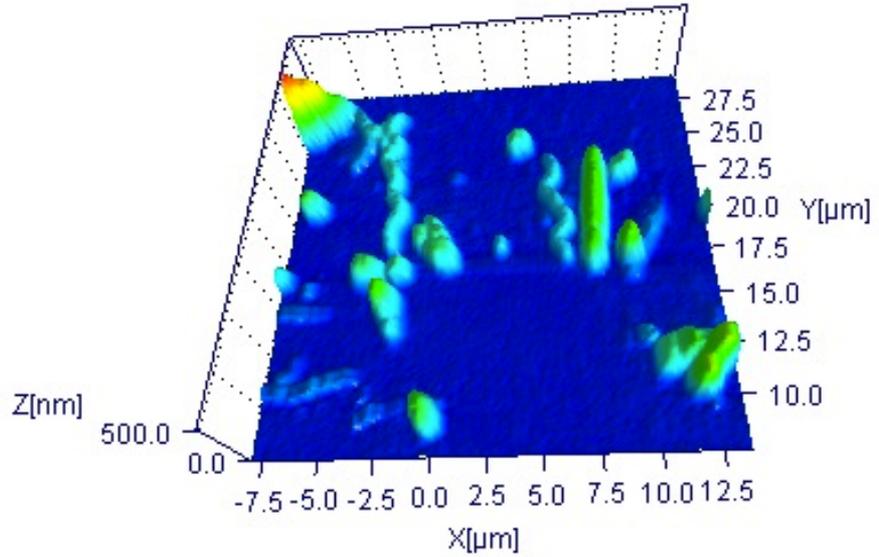
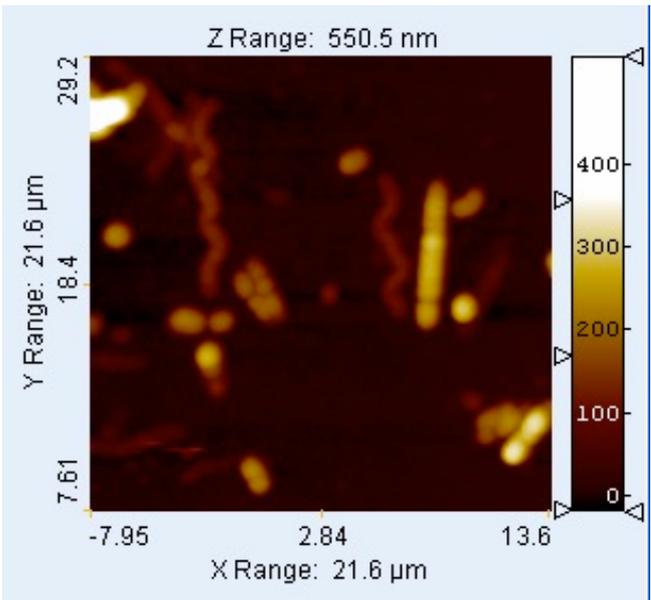
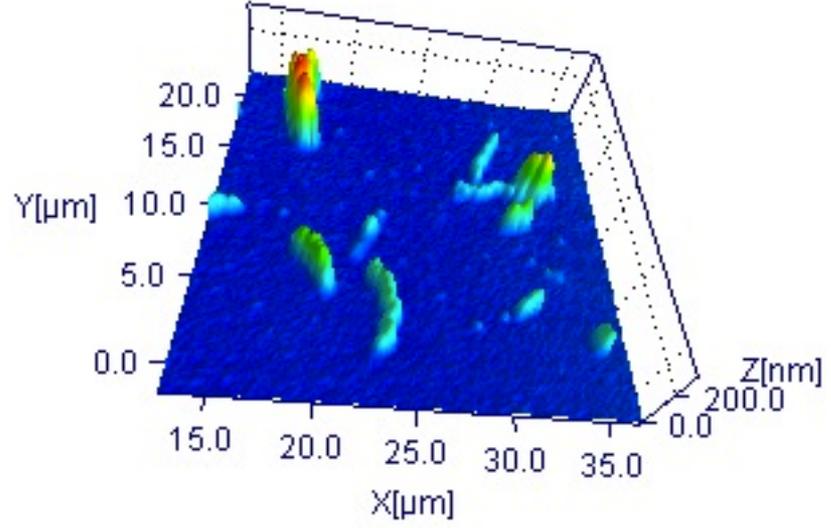
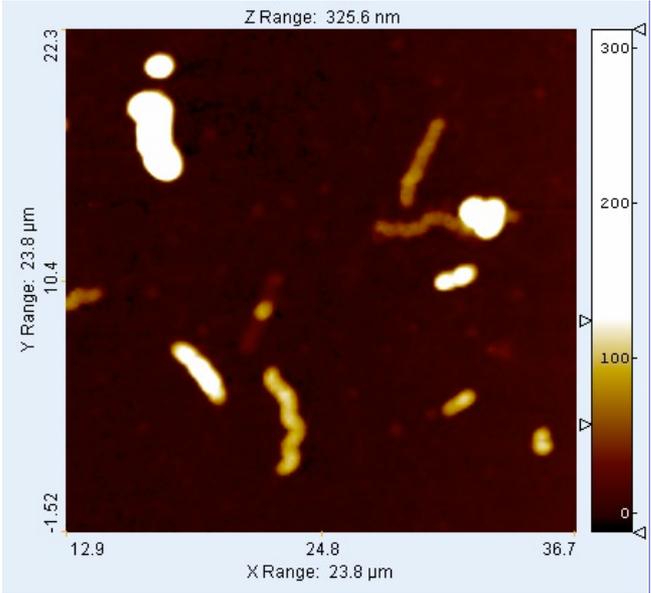


# Analisi di particelle

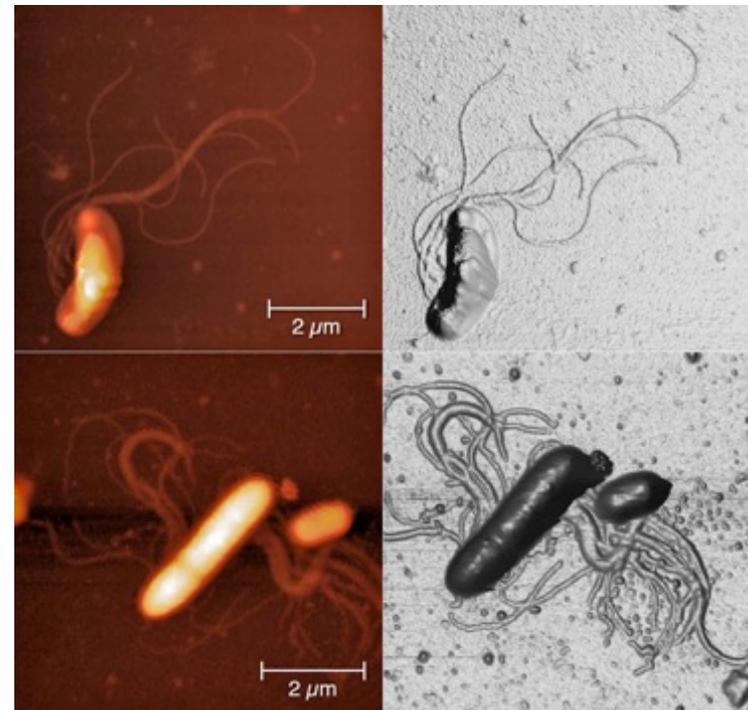
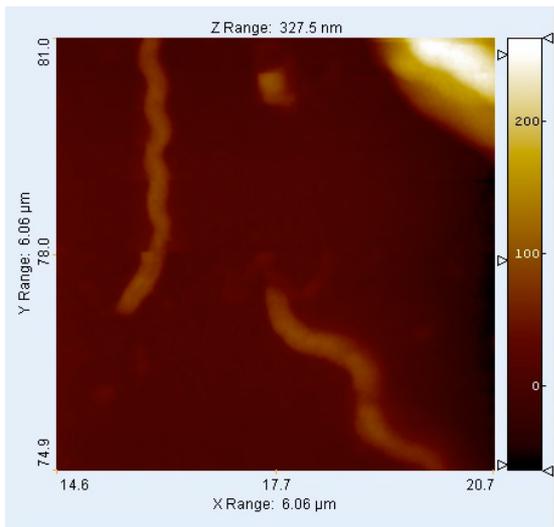
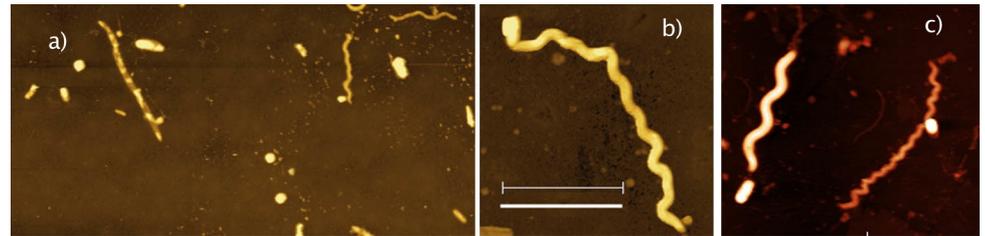
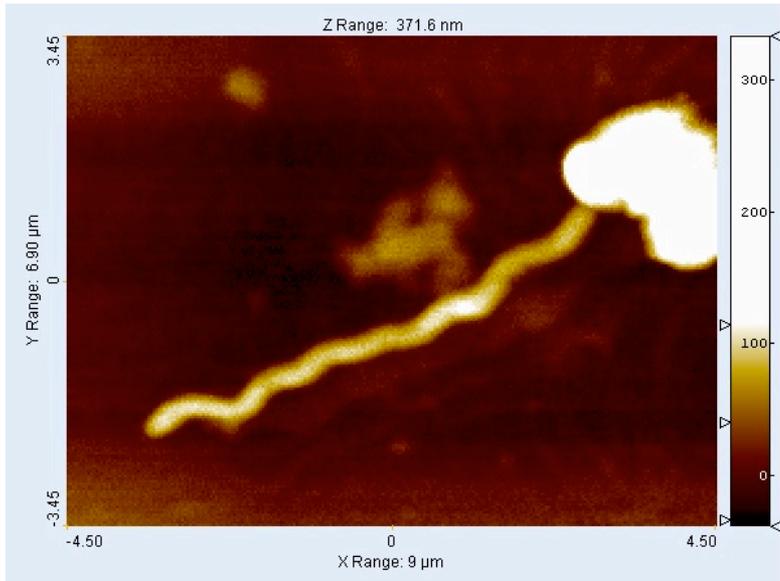
Su campione di eritrociti



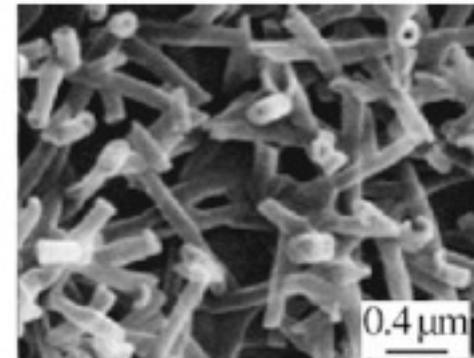
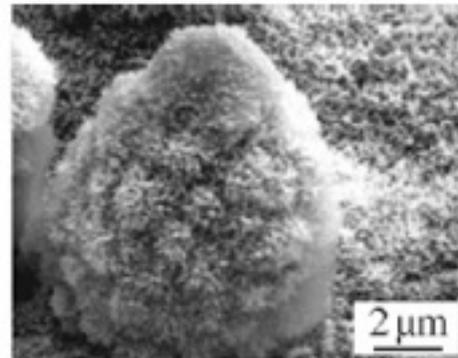
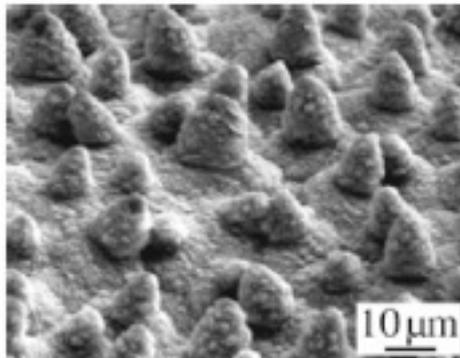
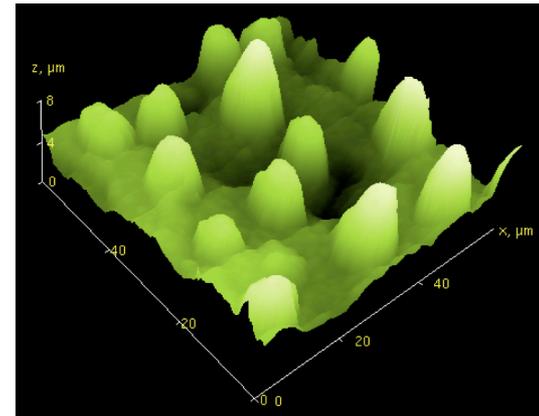
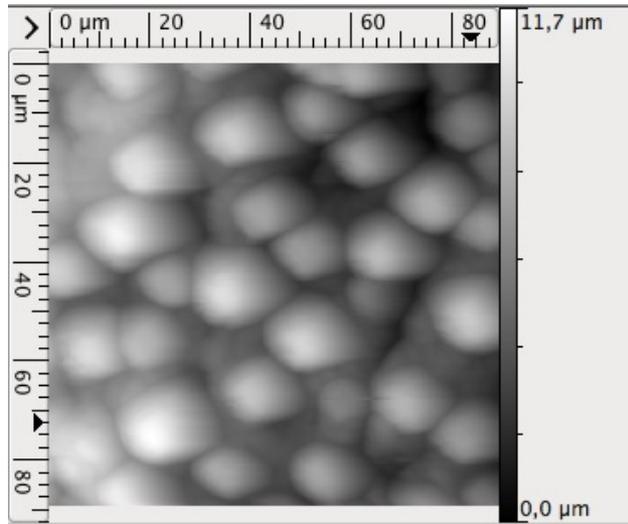
# Batteri Dentali



# Batteri Dentali

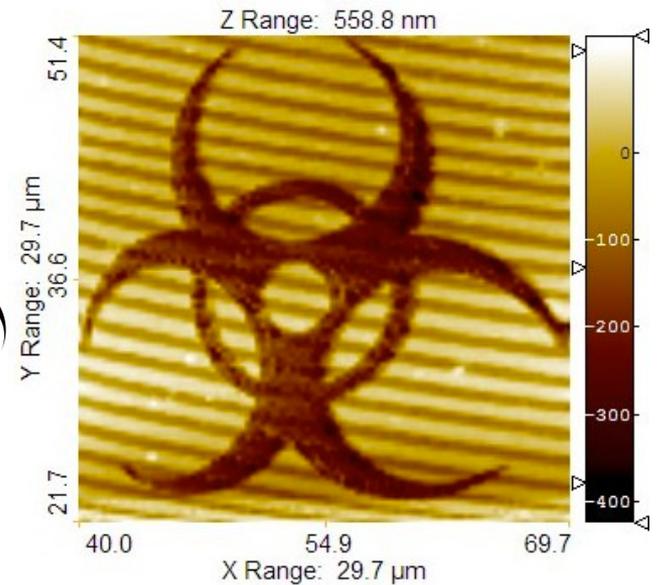
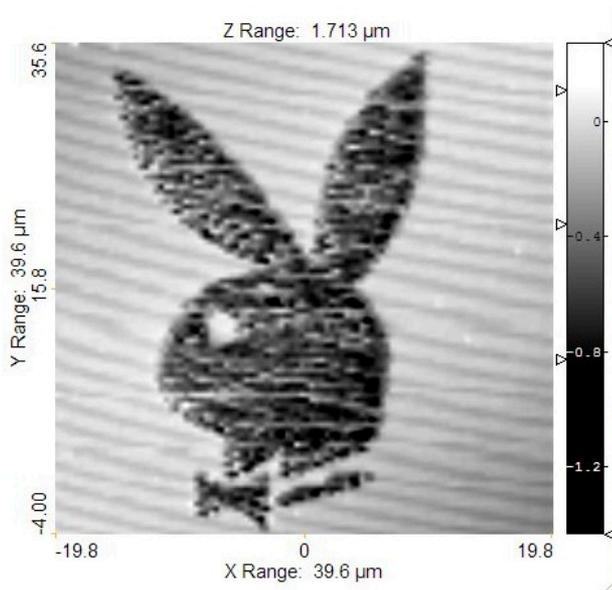
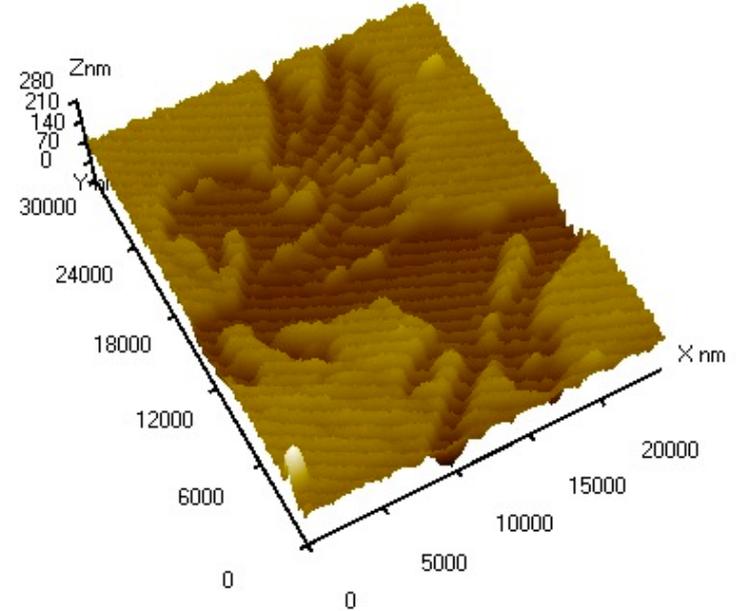
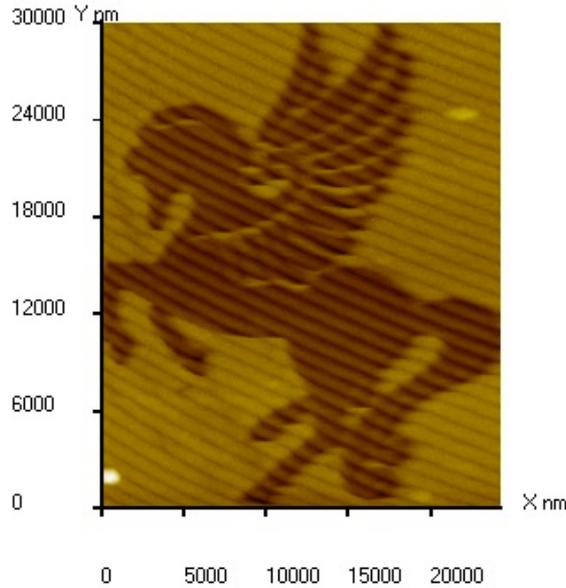


# Foglia di Loto (Nelumbo Nucifera)

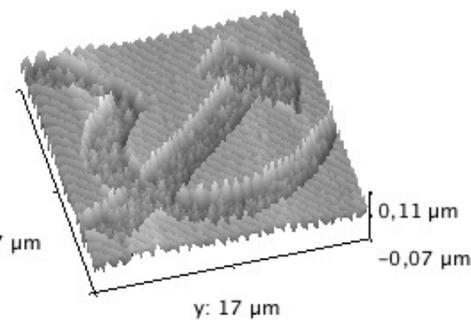
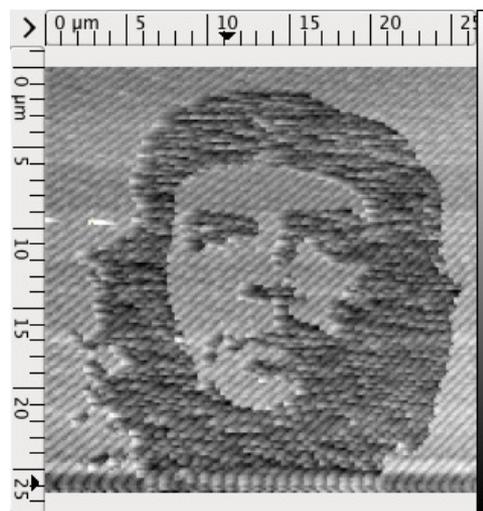
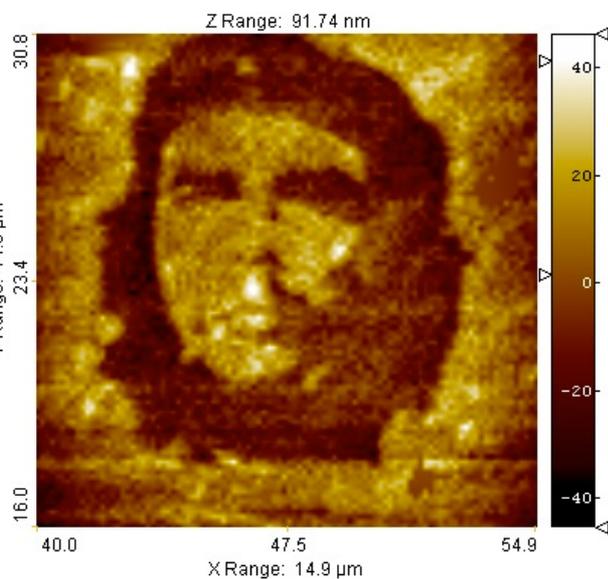
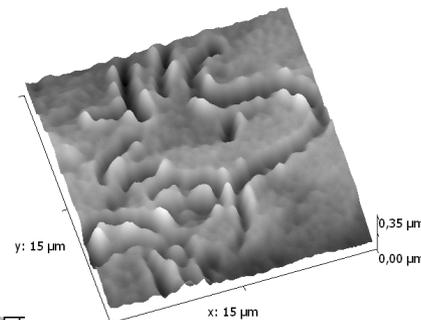
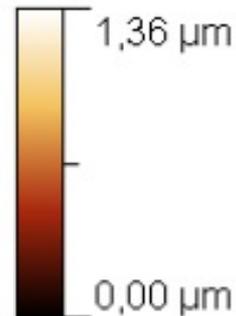
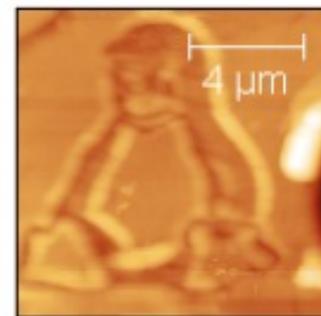
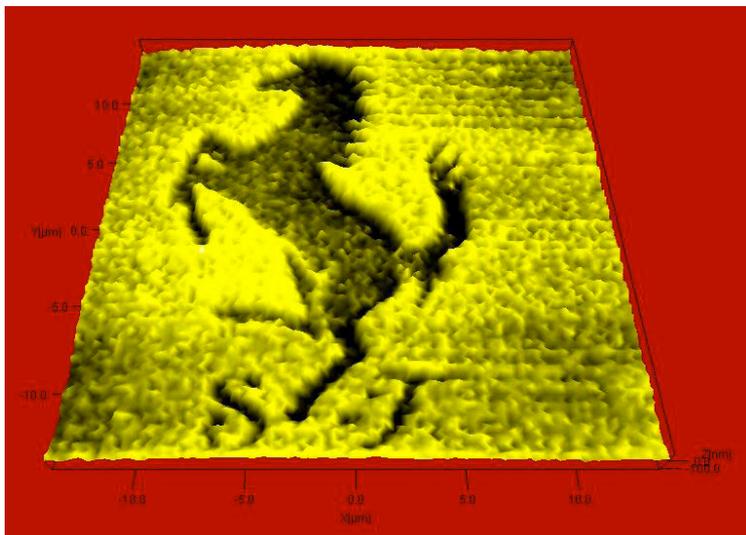


*SEM images of Lotus leaf at different scales*

# Litografia di Forza su substrati CD



# Litografia di Forza su **plastica liscia**



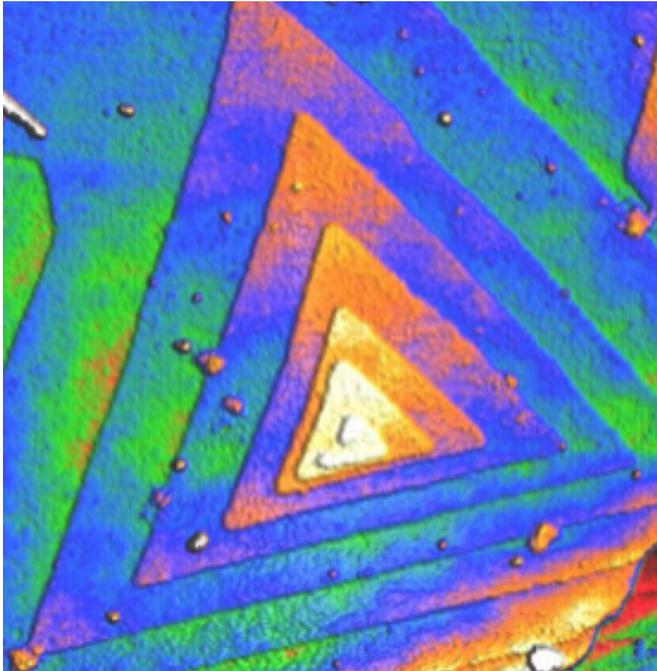
# I colori delle immagini AFM

Le immagini ottenute con tecnica AFM nascono **senza colori** : tutta la informazione è esaustivamente contenuta in una arida *scala di grigi*, quindi se si osserva una immagine AFM a colori si deve sapere che i colori sono un **artefatto**

L'artista che ha operato su tale immagine ha libertà di scelta, per le graduazioni di *colore* e della *illuminazione*, cosicché il risultato ottenuto dalla sua manipolazione può spaziare in un amplissimo universo di diverse immagini (senza perdere il contenuto di informazione originale riguardo al campione che tale immagine registra)

Spesso l'informazione è banalmente una *topografia*, talvolta è una *mappa di forze* elettriche, o magnetiche, o ancora una *mappa di altre proprietà* misurate a livello nanometrico (durezza, coefficiente di attrito, densità locale di stati elettronici, ...)

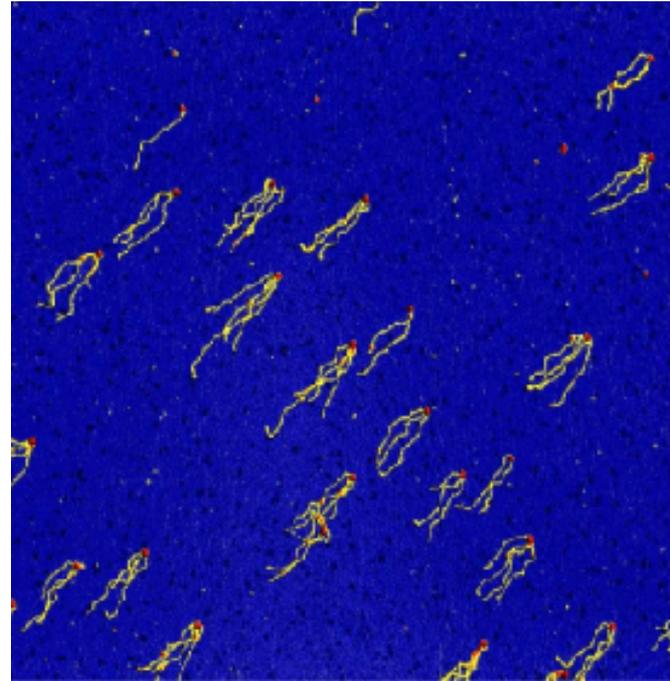
La cosa affascinante è che, a partire dalle *forme* che la Natura e le tecniche di analisi AFM mettono a disposizione, ovvero dalla struttura tutta contenuta nella immagine rappresentata in una tavolozza monocolora (toni di grigio), si possono ottenere immagini molto diverse usando i colori



Strutture triangolari  
di seleniuro di bismuto  
 $3 \times 3 \mu\text{m}$

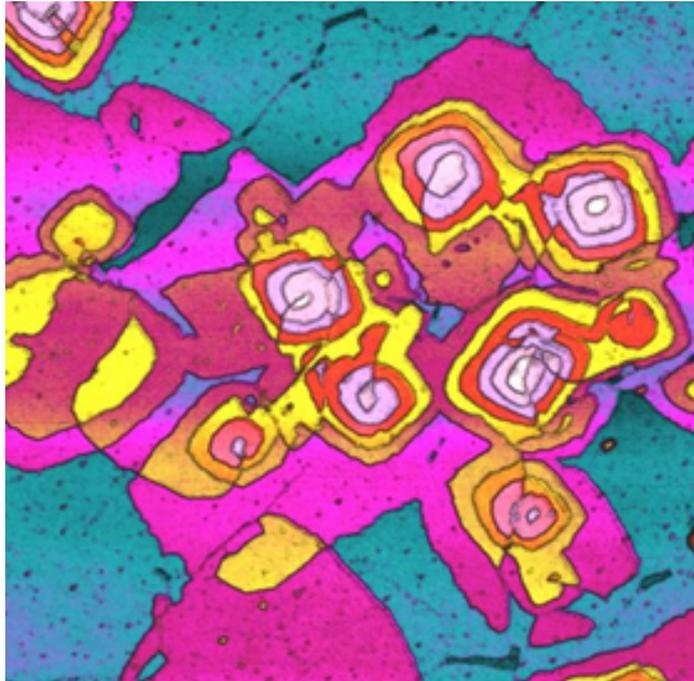
Image: Dr. Yuri Bobrov, NT-MDT SI -  
Russia

Sample: Dr. Christopher Gutiérrez,  
Columbia University - USA



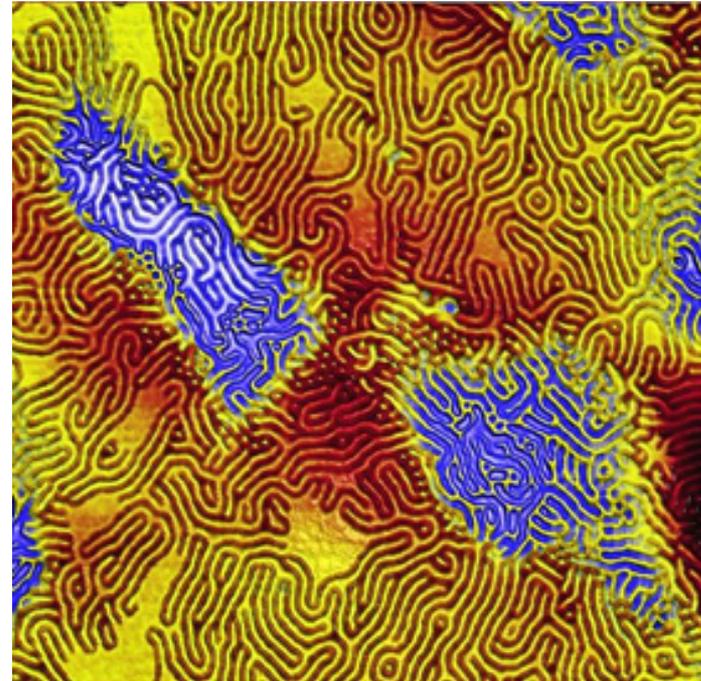
Nanoassemblati avidina-DNA  
 $3.5 \times 3.5 \mu\text{m}$

Image: Prof. A. Kotlyar, Tel-Aviv  
University, Center for Nanoscience and  
Nanotechnology - Israel



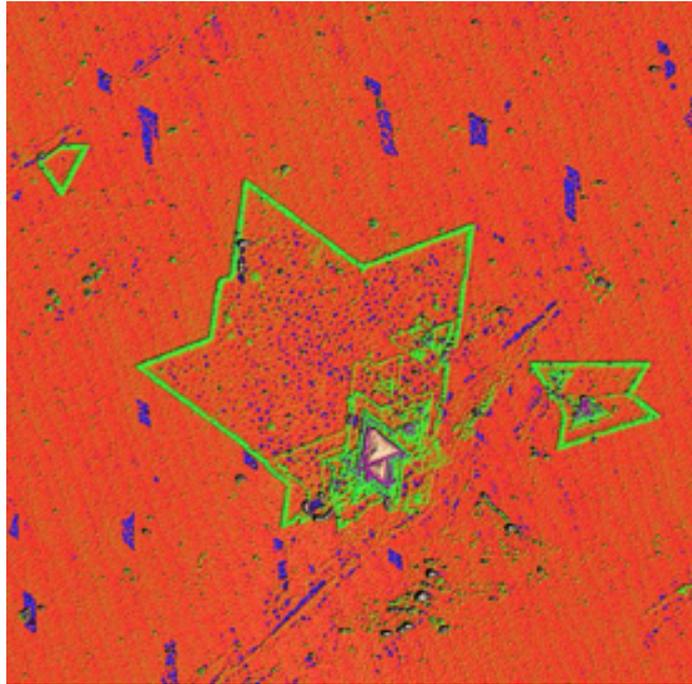
Strati di oligotiofeni su silicio  
 $4 \times 4 \mu\text{m}$

Image: Dr. Sergei Magonov, NT-MDT  
Development - USA  
Sample: Dr. Mourran, Aachen - Germany



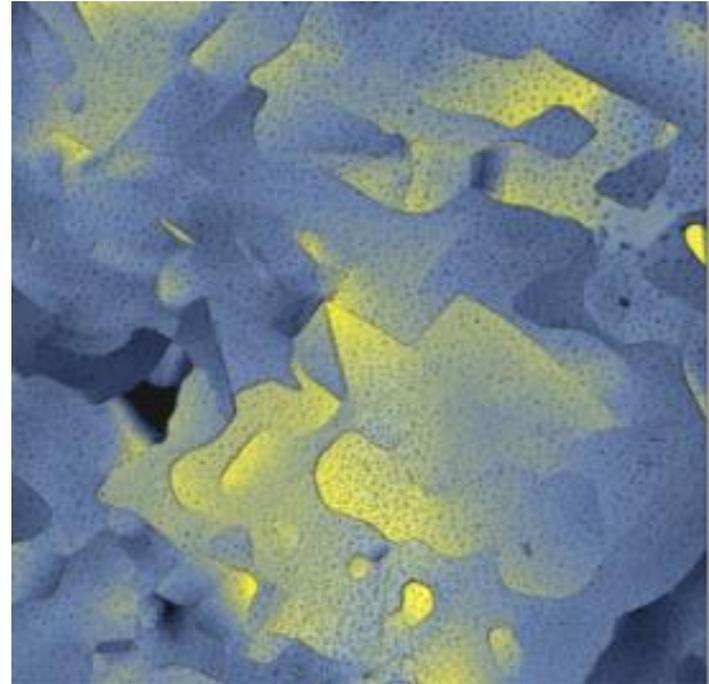
Copolimero a tre blocchi SBS  
(Stirene-Butadiene- Stirene)  
 $2 \times 2 \mu\text{m}$

Image: Dr. Sergei Magonov, NT-MDT  
Development - USA



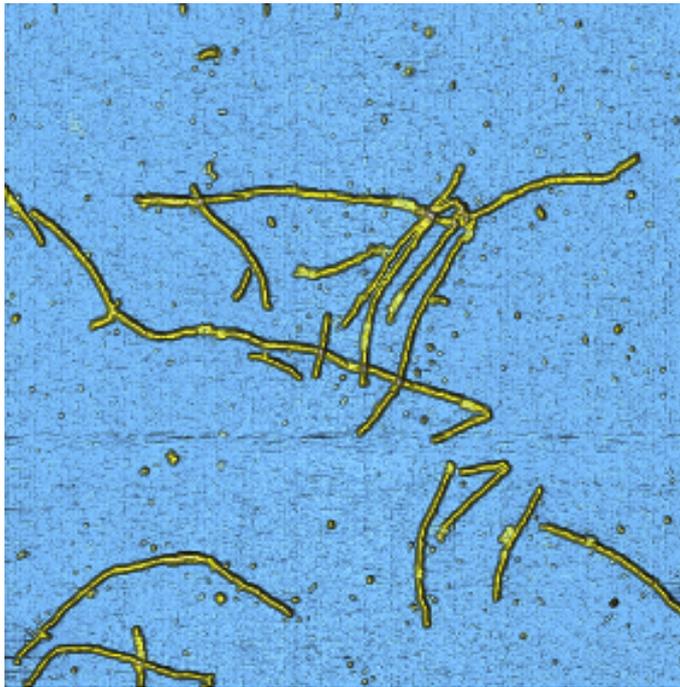
Fiocchi di solfuro di tungsteno ( $WS_2$ ) su grafene  
 $14 \times 14 \mu m$

Image: Dr. Stanislav Leesment,  
NT-MDT SI - Russia  
Sample: Dr. Cristina Giusca, National  
Physical Laboratory, UK; Prof. Mauricio  
Terrones Penn State University - USA



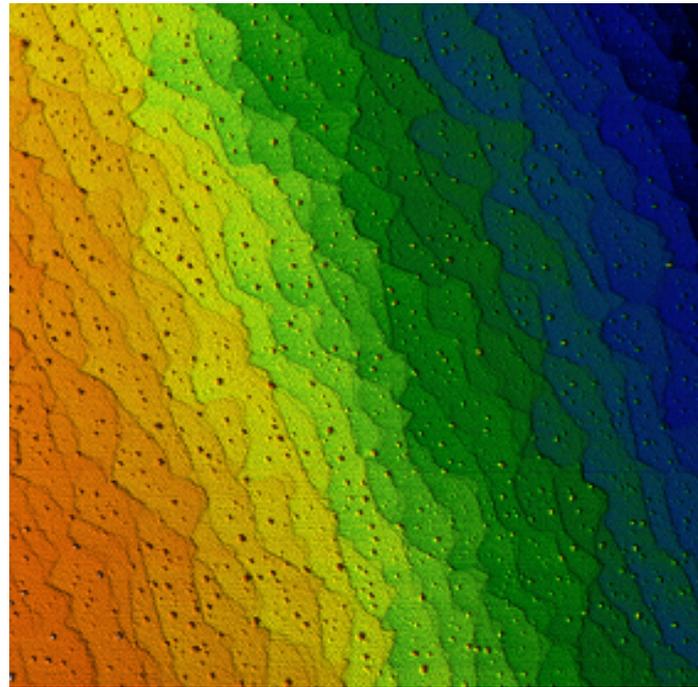
Lega stagno-bismuto  
 $10 \times 10 \mu m$

Image: Dr. Stanislav Leesment,  
NT-MDT SI - Russia  
Sample: Dr. Sergei Magonov, NT-MDT  
Development - USA



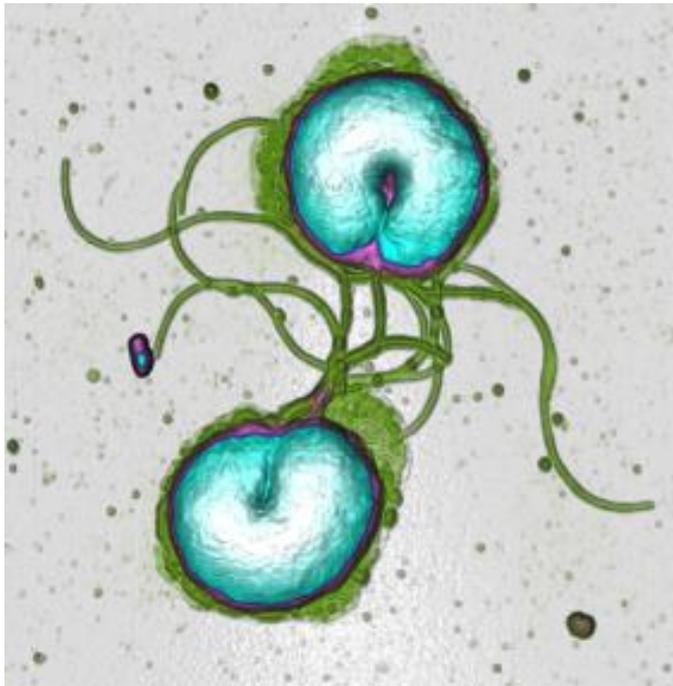
DNA (acido desossiribonucleico )  
 $2 \times 2 \mu\text{m}$

Image: HeFei University of Technology  
Hefei- China



Film di SrTiO<sub>3</sub> (ossido di titanio e stronzio)  
 $2 \times 2 \mu\text{m}$

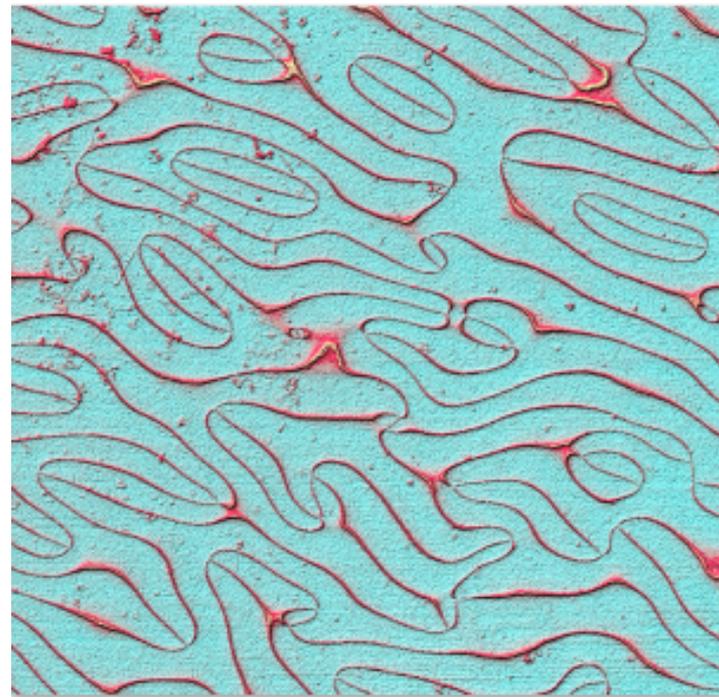
Image: Nanjing *University*  
Nanjing - China



Due *Helicobacter Piloni* che si trasformano in forma coccoide  
 $7 \times 7 \mu\text{m}$

Image: Dr. I.A. Budashov, MSU,  
Institute of Biochemical Physics,  
Moscow, Russia

Sample: Dr. K.T. Momyaliev, Scientific  
Research Institute of Physical-Chemical  
Medicine, Moscow, Russia



Domini piezoelettrici di  $\text{ErMnO}_3$   
 $106 \times 106 \mu\text{m}$

Image: Dr. Martin Lilienblum  
Sample: Prof. M. Fiebig  
Multifunctional Ferroic Materials, Materials  
Department, ETH Zurich, Switzerland