

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI FIRENZE



DIPARTIMENTO DI FISICA

Scuola di Dottorato in Scienze

Dottorato di Ricerca in Fisica - *ciclo XXI*

settore scientifico disciplinare - *FIS/03*

Microscopia a scansione di sonda a correnti inferiori al pA.

candidato:

Dolci David

relatori:

Carlà Marcello Aloisi Giovanni

coordinatore scuola di dottorato:

Cuccoli Alessandro

Indice

1	Microscopie a scansione di sonda STM e SECM	8
1.1	SPM - <i>Scanning Probe Microscopy</i>	8
1.2	STM - <i>Scanning Tunneling Microscopy</i>	9
1.3	SECM - <i>Scanning Electro-Chemical Microscopy</i>	10
1.4	Mica Muscovite	12
1.5	Il microscopio	13
1.6	Sonde	14
1.7	Traslatori	17
1.8	Convertitori corrente-tensione	18
1.9	Sistema di controllo di controreazione	19
1.10	Bilancio tra rumore e velocità in SPM	21
1.11	Utilizzo del personal computer in microscopia a scansione di sonda . . .	23
1.11.1	<i>Real Time</i>	23
2	Sistema di controllo con personal computer	28
2.1	Sistema di controllo	29
2.2	Prestazione del sistema di controllo	32
2.2.1	Latenza	32
2.3	Esempi di applicazione	37
2.3.1	Controllo di controreazione PID	37
2.3.2	Controlli di controreazione multipli	40
2.3.3	Misure dei tempi di calcolo	47
2.3.4	Misura della banda di inseguimento del sistema di controllo . . .	50

2.3.5	Misura della dipendenza tra corrente di interazione e distanza sonda-campione	51
2.4	Differenze tra un sistema di controllo PID analogico ed uno digitale . .	54
3	Mica muscovite: substrato per SECM	59
3.1	Spettroscopia dielettrica mica muscovite - sperimentale	59
3.2	Spettroscopia dielettrica mica muscovite - risultati	60
3.3	Spettroscopia dielettrica mica muscovite - discussione	66
3.4	Adsorbimento superficiale di acqua e microscopia SECM	70
3.4.1	Menisco tra sonda e substrato acquoso	71
4	Rumore in misurazioni SPM	76
4.1	Fonti di rumore	76
4.1.1	Rumore insito nell'interazione	77
4.1.2	Il rumore ambientale	82
4.1.3	Il rumore dell'elettronica analogica	87
4.1.4	Il rumore dell'elettronica digitale	90
4.2	Rumore e velocità di risposta negli assi di moto x e y	93
4.3	Rumore e velocità di risposta nell'asse di moto z	97

Introduzione

Il lavoro presentato in questa tesi riguarda lo sviluppo di strumentazione per microscopia a scansione di sonda, lo studio della risposta dei sistemi di controllo relativi e delle proprietà fisiche di alcuni tipi di campioni in uso in microscopia. Questa tesi è finalizzata ad ottenere una maggior comprensione delle problematiche relative alle microscopie a scansione di sonda ed a trovare alcune soluzioni che possano risolverle. Il lavoro è stato svolto in un progetto di collaborazione tra il Dipartimento di Fisica e quello di Chimica dell'Università di Firenze.

Le microscopie a scansione di sonda (Scanning Probe Microscopy, SPM) sono tecniche di misura nate negli anni '80 che permettono la topometria di campioni sino a livello di risoluzione nanometrico e lo studio di proprietà locali con lo stesso livello di risoluzione. Il funzionamento delle SPM è basato sull'interazione che si instaura tra una sonda ed il campione quando sono posti a breve distanza l'uno dall'altro. Il tipo di interazione caratterizza i vari tipi di microscopia: Microscopia a scansione tunnel (Scanning Tunneling Microscopy, STM) nella quale l'interazione è una debole corrente che scorre tra sonda e campione conduttore per effetto tunnel, Microscopia a forza atomica (Atomic Force Microscopy, AFM) nella quale l'interazione è la forza di repulsione tra gli atomi della sonda e quelli del campione, Microscopia a scansione elettrochimica (Scanning Electro-Chemical Microscopy, SECM) nella quale l'interazione è una debole corrente che scorre tra sonda ed una soluzione elettrochimica, ecc. In ognuno di questi tipi di microscopia, durante la scansione, la sonda viene mantenuta ad una quota nanometrica sopra il campione. Ciò è possibile convertendo il segnale di interazione in un segnale elettrico che viene inviato ad un circuito di controreazione: quest'ultimo varia la posizione verticale della sonda in modo da mantenere costante l'interazione e quindi, nel caso di campioni omogenei, anche la quota. La registrazione della posizione verticale della sonda durante una scansione permette la ricostruzione topografica del campione in esame. Studiando

invece le caratteristiche del segnale di interazione al variare del punto esaminato è possibile inoltre ricavare ulteriori informazioni fisico/chimiche sul campione in esame. Lo studio realizzato in questa tesi ha un carattere generale ed interessa tutti i tipi di SPM, tuttavia maggiori approfondimenti sono stati ottenuti riguardo STM ed in modo particolare SECM su film di idratazione.

Solitamente le misurazioni di microscopia vengono effettuate utilizzando microscopi commerciali. Trattandosi però questo di un lavoro principalmente di sviluppo di strumentazione per una tecnica non ancora implementata commercialmente è stato essenziale l'utilizzo di un microscopio realizzato nel nostro laboratorio. Questo ha inoltre permesso di ottenere la necessaria libertà di progettazione per l'ottimizzazione delle condizioni di misura. Il microscopio è dotato di traslatori piezoelettrici per lo spostamento del campione sui tre assi spaziali e di convertitori corrente-tensione a basso rumore. In microscopia a scansione tunnel il parametro di interazione è la corrente tunnel che si instaura, a seguito di una polarizzazione esterna, tra sonda e campione conduttore quando sono posti a distanza nanometrica. In microscopia a scansione elettrochimica la corrente invece è di natura elettrochimica e scorre tra la sonda ed uno strato di soluzione elettrolitica col quale è in contatto. Questo strumento permette quindi di effettuare sia microscopia STM che SECM in quanto è in grado di utilizzare un debole segnale di interazione di corrente raccolto da una sonda metallica (dell'ordine del nA per quanto riguarda STM e dell'ordine delle centinaia di fA per quanto riguarda SECM).

I microscopi a scansione di sonda richiedono un sistema di controllo che fornisca una velocità di risposta sufficientemente elevata per evitare che la sonda impatti sul campione. Per questo motivo in passato i sistemi di controllo venivano realizzati con elettronica analogica che garantisce tempi di risposta sufficientemente brevi. A questi veniva comunque affiancato un sistema di acquisizione/elaborazione dati in genere costituito da un calcolatore con una scheda di acquisizione analogico-digitale (Analog to Digital Converter, ADC) collegata all'elettronica analogica di controllo. Successiva-

mente il calcolatore è stato impiegato anche per il controllo del moto orizzontale della sonda sul campione (assi di moto x e y): i relativi traslatori piezoelettrici vengono pilotati attraverso le uscite della scheda di acquisizione (Digital to Analog Converter, DAC).

L'utilizzo del calcolatore anche nel controllo del moto dell'asse z permette una maggior flessibilità negli esperimenti di microscopia a scansione di sonda. Ciò infatti rende possibile una completa sincronizzazione tra i movimenti lungo tutti i tre assi del moto, la realizzazione di funzioni di controllo che sarebbero molto complesse da progettare in elettronica analogica e la possibilità di gestire molti più parametri di misura.

Attualmente i personal computer sono ottimizzati per fornire un tempo di risposta medio minimo, ciò che invece è necessario in un sistema di controreazione per microscopia a scansione di sonda è un tempo di risposta massimo garantito (requisito di *Real Time*) per evitare di impattare la sonda sul campione. Generalmente questo problema viene risolto utilizzando un processore dedicato esterno al calcolatore (Digital Signal Processor, DSP) oppure modificando pesantemente la struttura del sistema operativo. Entrambi questi metodi portano alcune difficoltà di programmazione/interfacciamento per l'utente del microscopio specie nel caso in cui sia necessario un aggiornamento hardware. Una soluzione alternativa usata in questo lavoro di tesi è quella di utilizzare personal computer e sistema operativo standard creando un driver per varie tipologie di schede di acquisizione ed un programma in linguaggio C standard per la gestione delle scansioni (moto dei tre assi del microscopio compreso il controllo di controreazione, acquisizione ed elaborazione dati). La gestione di un tale sistema di controllo può essere eseguita facilmente con semplice programmazione C, inoltre la sua portabilità ne permette l'utilizzo su vari personal computer con ridotte modifiche a livello software. Tramite questi risultati è stato possibile realizzare tra l'altro un sistema di linearizzazione per gli assi di moto x e y implementando un lock-in digitale all'interno del programma driver[1].

La risoluzione di misura di un microscopio a scansione di sonda è legata alle di-

mensioni della regione di interazione tra sonda e campione. Il contributo di rumore presente nei segnali di misura non è trascurabile specialmente per quanto riguarda i sistemi che raggiungono elevate risoluzioni. Difatti, per evitare il danneggiamento del campione, è necessario operare con segnali di interazione molto piccoli data la limitatezza della regione di interazione. Ad esempio in SECM i migliori risultati sono stati ottenuti lavorando con correnti di interazione dell'ordine del centinaio di fA .

Le principali fonti di rumore che possono influenzare la misura sono il rumore elettrico degli amplificatori (che convertono il segnale di interazione in segnale elettrico), il rumore di interazione (insito della fisica dell'interazione sonda-campione) e il rumore ambientale trasmesso dall'esterno del microscopio. L'influenza del rumore sulle misurazioni di microscopia dipende sia dalle caratteristiche del campione e della sonda che dai parametri di misura e dalla velocità di risposta del sistema di controreazione. Questi ultimi sono direttamente regolabili dall'utente in modo da ottimizzare la misura: è necessario un compromesso tra velocità di risposta e rumore in modo da ottenere la massima risoluzione. Inoltre il moto dei traslatori piezoelettrici è affetto da non linearità nei confronti della tensione di pilotaggio applicata; per correggere questo difetto per il controllo del moto lungo gli assi x e y è necessario l'impiego di circuiti di controreazione che utilizzino come ingresso un parametro fisico lineare con la traslazione. Anche in questo caso trattandosi di traslazioni di entità nanometrica, i segnali del sistema di controllo presentano rumore non trascurabile ed è quindi necessario un compromesso tra risoluzione e linearizzazione. Questi problemi sono stati trattati ampiamente[2] anche grazie a tecniche che hanno richiesto l'uso della versatilità fornita dal sistema di controllo del microscopio tramite personal computer.

Il substrato di elezione per misure SECM di materiale organico è la mica muscovite. Quest'ultimo è un minerale che presenta una elevata idrofilicità superficiale tale da rendere possibile l'adsorbimento di un sottile strato di soluzione elettrolitica sulla sua superficie e favorire il fissaggio del campione organico per adesione elettrostatica. Le SECM sono tecniche di microscopia meno sviluppate rispetto ad altre SPM, principalmente a causa del fatto che il loro campo di applicazione è inglobato in quello delle

più diffuse AFM. Tuttavia a differenza di quest'ultime permettono di analizzare le proprietà chimiche del campione in esame. Le proprietà conduttive superficiali della mica sono state caratterizzate tramite misure di spettroscopia dielettrica. È stato possibile descriverle tramite un modello elettrico e fisico che giustifica alcuni comportamenti riscontrati durante le scansioni di microscopia[3].

Capitolo 1

Microscopie a scansione di sonda STM e SECM

1.1 SPM - *Scanning Probe Microscopy*

Le microscopie a scansione di sonda sono tecniche topometriche che sfruttano l'interazione tra una sonda ed il campione quando sono posti a breve distanza. L'interazione può essere di varia natura a patto che abbia una dipendenza dalla distanza definita, in modo da poter essere utilizzata come parametro di riferimento per mantenere la sonda ad una quota fissa sul campione. Infatti il segnale di interazione è convertito in un segnale di tensione che, confrontato con un valore di riferimento, serve a determinare se la sonda è troppo vicina (o lontana) al campione come mostrato in figura 1.1. In questo modo è possibile riadeguare istante per istante la sua posizione verticale. Il circuito che realizza questa funzione è un circuito di controreazione.

La realizzazione di immagini topometriche è ottenuta facendo muovere la sonda su di una superficie parallelamente al campione e registrando le variazioni della quota verticale.

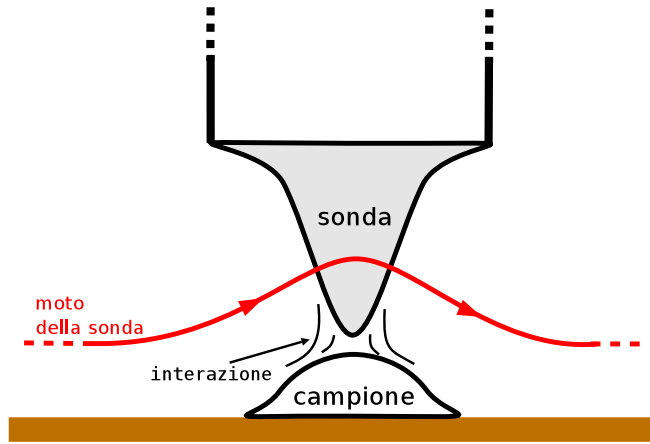


Figura 1.1: Diagramma del funzionamento di una scansione SPM. Durante il moto della sonda sulla superficie del campione viene sfruttata l'informazione fornita dall'interazione tra sonda e campione per mantenere la quota della sonda.

1.2 STM - *Scanning Tunneling Microscopy*

La microscopia a scansione tunnel [4] è stata inventata nel 1981 da G. Binnig e H. Rohrer ed è stata il primo membro ad entrare a far parte delle SPM. L'interazione sulla quale è basato il suo funzionamento è la corrente tunnel che si instaura tra la sonda ed il campione (entrambi conduttori) quando non sono in contatto, una volta che viene applicata una differenza di potenziale tra i due. Il calcolo della dipendenza della corrente in funzione della distanza sonda-campione può essere fatto schematizzando il sistema in modo monodimensionale, considerando la regione che divide la sonda dal campione come una barriera di potenziale. La probabilità W che un elettrone di massa m ed energia E riesca ad attraversare una barriera di potenziale rettangolare di altezza V_0 e spessore d è:

$$W \approx \frac{16E(V_0 - E)}{V_0^2} e^{-2kd} \quad \text{con} \quad k = \frac{\sqrt{2m(V_0 - E)}}{\hbar} \quad (1.1)$$

ottenuta risolvendo l'equazione di Schroedinger con k vettore d'onda dell'elettrone ($k = 2\pi/\lambda$, λ lunghezza d'onda di de Broglie dell'elettrone). Per ottenere una corrente di tunnel I_t è necessario applicare una differenza di potenziale V_{bias} (tensione di polarizzazione) tra i due lati della barriera. Per valori di V_{bias} piccoli rispetto all'altezza della barriera ($V_{bias} \ll V_0$) e supponendo V_0 uguale al valore efficace dato

dalla media tra i potenziali di estrazione degli elettroni dai due elettrodi ϕ_1 e ϕ_2 si ottiene:

$$V_0 = \frac{\phi_1 + \phi_2}{2} \quad (1.2)$$

$$I_t = AV_b e^{-2d\sqrt{2mV_0/\hbar^2}} \quad (1.3)$$

dove A è una costante di proporzionalità ed ha le dimensioni di una conduttanza e d è la distanza tra gli elettrodi. Questa formula qualitativa è applicabile anche nel caso tridimensionale di una sonda acuminata sopra una superficie come confermato da J. Tersoff e D. R. Hamann. La corrente risulta proporzionale alla tensione applicata e dipendente in modo esponenziale dalla distanza. Questa forte dipendenza rende la corrente tunnel un parametro utilizzabile per la realizzazione di microscopia a scansione di sonda. Considerando un'altezza della barriera di $4eV$ (valore tipico per i metalli) si ottiene la variazione di un ordine di grandezza della corrente per ogni variazione di un angstrom della distanza sonda-campione. Quest'ultimo è uno dei motivi principali che permettono a questa tecnica di raggiungere risoluzioni inferiori al nanometro.

1.3 SECM - *Scanning Electro-Chemical Microscopy*

La microscopia a scansione elettrochimica[5] è nata alla fine degli anni '80 e risulta simile in certi aspetti alla microscopia a scansione tunnel. L'interazione sulla quale è basato il suo funzionamento è una corrente di natura elettrochimica che scorre tra la sonda metallica ed uno strato di soluzione elettrolitica depositato sopra il campione. Questa corrente dipende dalle proprietà elettrochimiche della soluzione e dalla superficie di contatto tra sonda e soluzione. Quest'ultima particolarità fa sì che ci sia la dipendenza definita tra interazione e distanza sonda-campione, necessaria alla realizzazione di scansioni SPM. Anche in questo tipo di microscopia è necessario applicare una differenza di potenziale tra sonda e campione (V_{bias}). L'ambiente liquido risulta molto

adatto allo studio topografico e delle proprietà chimiche di macromolecole organiche. Vi sono due modalità principali di realizzazione di questa microscopia. Nella prima il campione è immerso nella soluzione elettrolitica, nella seconda la soluzione elettrolitica è formata da un sottile strato di umidità adsorbito sulla superficie del campione e del supporto. Nel primo caso, per poter ottenere la reazione elettrolitica che genera la corrente soltanto nel punto di interesse vicino al campione, è necessario schermare la sonda conduttrice con un isolante che lasci libera soltanto la parte terminale. Viceversa nel secondo caso non è necessario isolare la sonda in quanto la regione di contatto con l'elettrolita è comunque limitata dallo spessore della soluzione (anche pochi nanometri), come mostrato in figura 1.2. Sebbene la prima modalità possa essere eseguita su una più grande varietà di campioni, il raggio di curvatura molto elevato delle sonde isolate riduce la massima risoluzione ottenibile. Difficilmente in questa modalità si riescono ad ottenere topografie di singola macromolecola. Viceversa con la seconda modalità si possono raggiungere risoluzioni elevate quasi paragonabili a quelle delle STM, d'altro canto non è facile trovare o trattare un substrato che possa adsorbire in superficie la soluzione necessaria alla misura. Il lavoro svolto in questa tesi utilizza questa seconda modalità.

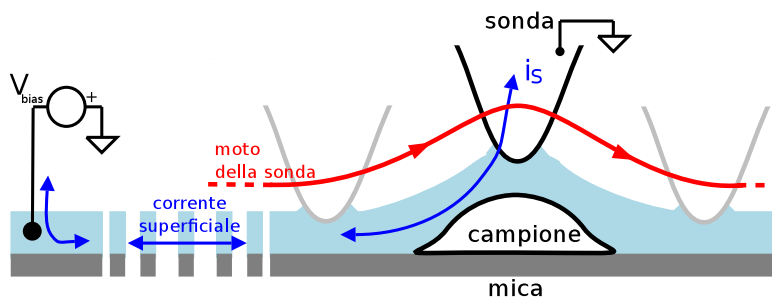


Figura 1.2: Diagramma del funzionamento di una scansione SECM. Durante il moto della sonda sulla superficie del campione viene sfruttata l'informazione fornita dalla corrente elettrochimica i_s per mantenere la quota della sonda. La corrente i_s scorre dalla punta della sonda attraverso lo strato di adsorbimento conduttivo fino a giungere al generatore V_{bias} .

1.4 Mica Muscovite

Il minerale mica, come già ampiamente riportato in letteratura[6][7], possiede caratteristiche chimico-fisiche adatte ad essere usato come supporto per l'analisi di campioni in microscopia a scansione di sonda. Presenta una struttura chimica formata da strati di silicati di alluminio legati elettrostaticamente per mezzo di ioni potassio come mostrato in figura 1.3. La sua formula chimica è $KAl_2Si_3AlO_{10}(OH)_2$. È possibile ottenere un supporto piatto sino a livello atomico semplicemente sfogliando la sua superficie con la cosiddetta tecnica della sfaldatura. Ciò consiste nell'applicare una trazione ortogonale agli strati di silicati in modo che vengano separati. La superficie così ottenuta può servire come supporto per effettuare misure di microscopia. Particolarmente importante è inoltre la presenza degli ioni potassio che rimangono in superficie dopo la sfaldatura. Questi possiedono carica elettrica positiva e possono quindi comportarsi da centri di nucleazione per favorire la deposizione ed il mantenimento dello strato di umidità superficiale necessario alla realizzazione di misure SECM di secondo tipo. Un'altra caratteristica importante è la possibilità di ancorare campioni organici alla superficie sempre per effetto elettrostatico. Ciò evita alla sonda di asportare materiale dal substrato al suo passaggio durante le scansioni. La mica viene attualmente usata

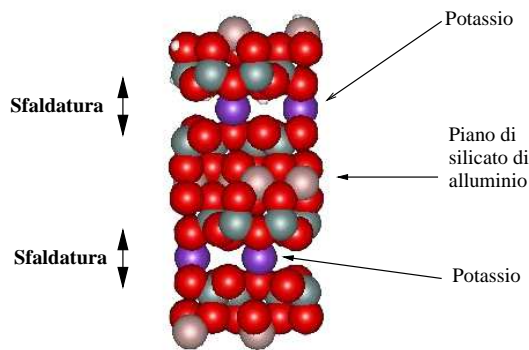


Figura 1.3: Struttura chimica della mica muscovite.

principalmente in AFM; per i motivi sopra riportati risulta comunque un'ottima candidata ad essere utilizzata come substrato in SECM. Per ottenere caratteristiche di adesione e conducibilità migliori è opportuno trattare la mica tramite soluzioni saline che possano rimpiazzare gli ioni potassio con altre specie ioniche. Particolarmente

adatto per aumentare l'adesione elettrostatica e l'idrofilicità della superficie è risultato lo ione Mg^{++} [7]. È inoltre necessario un ambiente di misura con umidità relativa controllata di modo da rendere possibile la formazione di uno stato di adsorbimento in grado di sostenere le correnti elettrochimiche della scansione.

Nell'ambito della microscopia SECM la conducibilità e le proprietà fisiche della superficie della mica rivestono un ruolo importante che ha però ricevuto scarso interesse in letteratura. In precedenza è stato possibile effettuare uno studio sperimentale delle proprietà di questo materiale mediante spettroscopia d'impedenza[8] che ha messo in luce la dipendenza della conducibilità superficiale dall'umidità ambientale e dal tipo di trattamento effettuato. In questo lavoro sono stati invece rielaborati i dati ottenuti in modo da ricavarne un modello elettrico ed è stata proposta un'interpretazione fisica dei comportamenti osservati. Ciò ha fornito una maggiore comprensione dell'influenza dei parametri ambientali durante le misure di microscopia.

1.5 Il microscopio

Il microscopio utilizzato in questo lavoro è dotato di convertitori corrente-tensione che permettono la realizzazione sia di misure STM che SECM in quanto, in entrambi i casi, il segnale di interazione è una corrente.

La meccanica dello strumento, mostrata in foto in figura 1.4 e nel diagramma di figura 1.5, è formata da una base metallica nella quale è ospitato il sistema di traslazione orizzontale x, y . Sulla sommità di quest'ultimo risiede il campione da misurare. Superiormente, appoggiata sulla base, è presente una struttura a tre appoggi detta tripode. Ogni appoggio è costituito da una vite micrometrica: due sono controllate manualmente e la terza è mossa da un motore in corrente continua durante l'avvicinamento della sonda al campione. Il convertitore corrente-tensione ed il traslatore verticale z al quale è connessa la sonda sono solidali con il tripode. Il tutto è ospitato all'interno di una campana metallica che assolve alla funzione di schermo per i disturbi elettromagnetici ed acustici e permette il mantenimento di un'atmosfera con umidità controllata necessaria alle misurazioni con tecnica SECM.

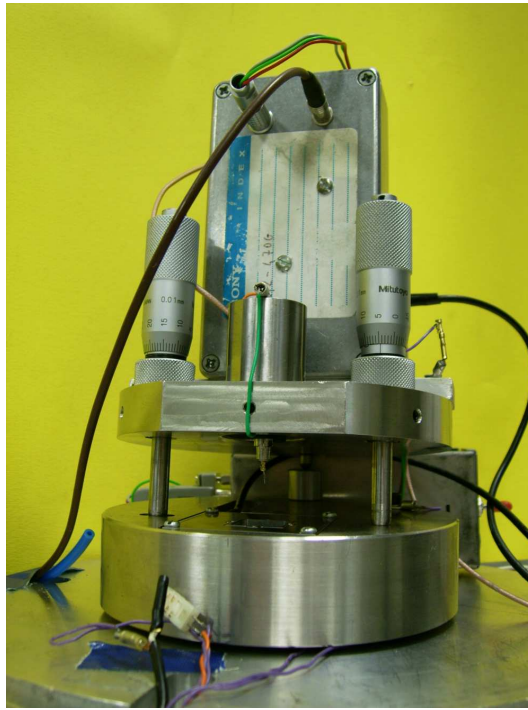


Figura 1.4: Foto frontale del microscopio a scansione di sonda utilizzato in questo lavoro, al di sopra del tripode è possibile osservare il convertitore corrente tensione da $470G\Omega$.

1.6 Sonde

Tutte le sonde utilizzate in questo lavoro sono realizzate a partire da un filo di tungsteno di diametro $0.25mm$. Questo conduttore è stato scelto per la sua rigidità che ne aumenta l'immunità ad eventuali oscillazioni a bassa frequenza innescate da vibrazioni della struttura. Il parametro più importante della sonda è il raggio di curvatura della sua sommità, più piccolo lo si ottiene e migliore è la risoluzione teorica ottenibile durante le scansioni. Le sonde sono state ottenute con tre procedimenti diversi:

- Taglio meccanico mediante tronchesi: la sonda è irriproducibile e presenta asimmetria, tuttavia per misure STM, data la forte dipendenza della corrente dalla distanza, la maggior parte della corrente tunnel fluisce dall'atomo della sonda più vicino al campione e pertanto la forma frastagliata della punta in genere non influenza la misura. Ad ogni modo questo tipo di sonde è stato utilizzato soltanto in fase di calibrazione strumentale in preparazione delle misure vere e proprie.

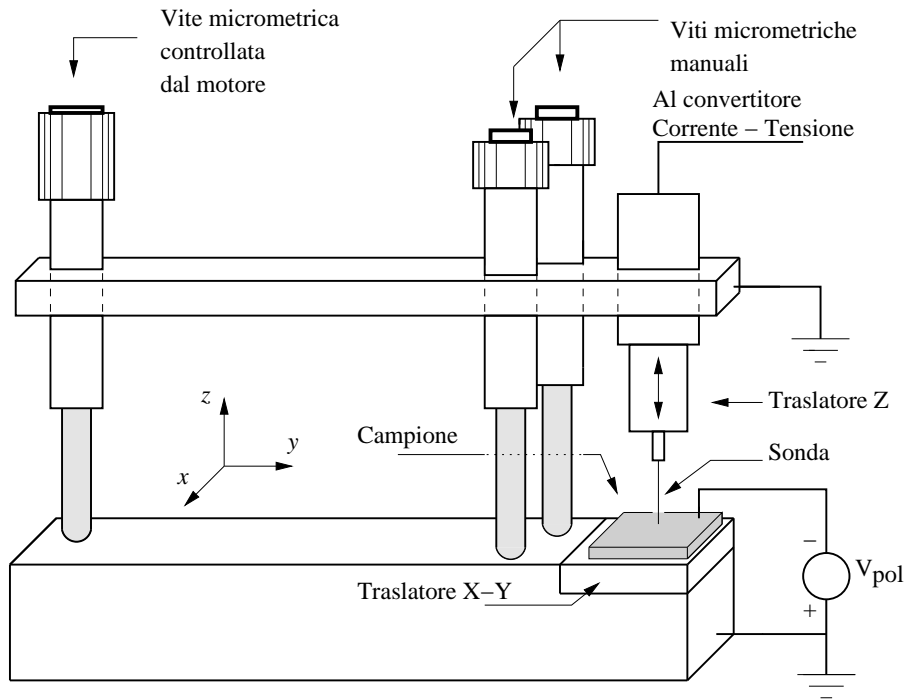


Figura 1.5: Schema di principio della struttura meccanica del microscopio vista lateralmente.

- Corrosione elettrochimica in corrente alternata: Il filo di tungsteno da lavorare viene inserito in un anello di platino ed immerso in una soluzione di idrossido di sodio $1M$. L'anello appoggia sulla superficie del liquido ed è in serie ad una resistenza di 360Ω . Questo circuito viene alimentato da una tensione alternata di ampiezza $24V_{RMS}$ come mostrato in figura 1.7 a sinistra. La corrosione della sonda procede finché la parte di tungsteno immersa si stacca, a quel punto il generatore viene spento manualmente. La sonda è la parte rimanente del filo di tungsteno.
- Corrosione elettrochimica in corrente continua: Viene disposto un circuito come il precedente con le differenze che la concentrazione della soluzione è $2.6M$ e la tensione applicata è continua, di modulo $15V$ e con il polo negativo connesso all'anello (vedi figura 1.7 a destra). Per migliorare la riproducibilità delle punte prodotte e ridurre il raggio di curvatura è necessario l'utilizzo di un circuito interruttore che apra il circuito di corrosione non appena viene rilevata la brusca

variazione di corrente dovuta al distacco del tungsteno. Questo tipo di corrosione dura un tempo maggiore della precedente ma permette di ottenere raggi di curvatura dell'apice della sonda inferiori ed è quindi preferibile specialmente in misure SECM. Una sonda di questo tipo è mostrata in figura 1.6 in una immagine ottenuta con un microscopio ottico.



Figura 1.6: Immagine al microscopio ottico di una sonda di tungsteno ottenuta tramite corrosione elettrochimica in corrente continua.

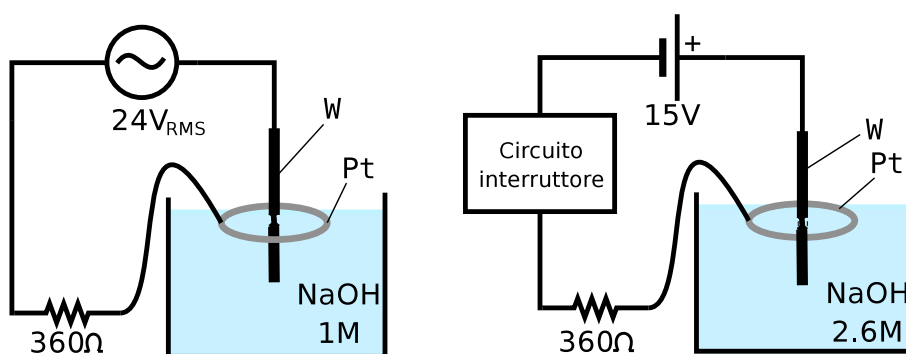


Figura 1.7: Metodi di corrosione elettrochimica per la produzione di sonde utilizzabili in SECM e STM: a sinistra corrosione elettrochimica in corrente alternata, a destra corrosione elettrochimica in corrente continua.

1.7 Traslatori

I traslatori utilizzati in questo lavoro sono di diversi modelli ma tutti sono di tipo piezoelettrico. L'unità mobile di questi oggetti è costituita da un elemento piezoelettrico che in prima approssimazione subisce un allungamento ΔL funzione della tensione applicatagli V in base alla seguente formula:

$$\Delta L = \frac{L_0}{B} V \quad (1.4)$$

valida per $\Delta L \ll L_0$ dove L_0 è la lunghezza a riposo dell'elemento piezoelettrico e B è il coefficiente piezoelettrico.

Purtroppo questi traslatori sono affetti da non linearità, isteresi e presenza di risonanze nella loro risposta in frequenza. Le risonanze, a patto di non applicare un carico troppo massivo al traslatore, sono localizzate a frequenze molto superiori al kHz e pertanto si trovano oltre lo spettro di frequenze caratteristico dei movimenti richiesti in microscopia a scansione di sonda. Viceversa gli effetti non lineari possono peggiorare la qualità del sistema di moto specialmente per traslazioni dell'ordine di $100nm$ o superiori che possono avvenire frequentemente sugli assi di moto orizzontali x e y . Esistono tecniche ottiche per ovviare a questi problemi ma data la loro scarsa praticità e notevole ingombro non si adattano ad un sistema microscopico compatto come quello utilizzato in questo lavoro. Per questo motivo sono stati utilizzati traslatori dotati di sensori di posizione resistivi (Strain Gauge, SG). Un sottile film resistivo è applicato solidalmente all'elemento piezoelettrico: le deformazioni che subisce ne fanno variare la resistenza proporzionalmente alla traslazione. Anche in questo caso viene utilizzato un circuito di controreazione per linearizzare il moto del traslatore utilizzando l'informazione fornita dalla resistenza.

Se dal punto di vista meccanico questi sensori sono molto pratici, viceversa dal punto di vista della gestione del segnale prodotto presentano alcune complicanze. Innanzitutto la variazione di resistenza sull'intervallo di traslazione utile dell'elemento piezoelettrico è due ordini di grandezza più piccola rispetto al valore nominale a riposo (in particolare per i sensori usati risulta circa 1Ω contro 700Ω per una traslazione totale di $10\mu m$).

Un piccolo segnale di questo tipo richiede quindi una maggiore attenzione nel ridurre al minimo il rumore elettrico generato nel circuito di amplificazione. Inoltre data la vicinanza tra la resistenza e l'elemento piezoelettrico è inevitabile la presenza di un'interferenza tra il segnale di pilotaggio applicato al traslatore e la resistenza stessa. Per i traslatori di tipo *PI-841.40* questi problemi sono stati affrontati in precedenza in [8], in questo lavoro verrà invece trattata la realizzazione dell'amplificatore e del circuito di controreazione per il traslatore tipo XY flexture *PI-714.2SL* le cui caratteristiche sono riportate in tabella 1.1.

Tensioni di pilotaggio	Traslazione massima ($\pm 20\%$)	Frequenza di risonanza senza carico
$-20V \dots +120V$	$25\mu m$ (asse x), $20\mu m$ (asse y)	$2250Hz (\pm 20\%)$

Tabella 1.1: Specifiche dei traslatori XY flexture *PI-714.2SL* utilizzati per il moto degli assi x e y del microscopio a scansione di sonda.

Entrambi i traslatori sono prodotti dalla Physik Instrumente.

1.8 Convertitori corrente-tensione

In STM e SECM il parametro di interazione è la corrente che scorre tra sonda e campione. I valori di corrente ai quali generalmente vengono ottenuti i migliori risultati sono dell'ordine del nanoampere per STM ed inferiori al picoampere per SECM. Particolare attenzione va rivolta alla scelta dei convertitori in uso nel microscopio dato che si ha a che fare con correnti di così bassa entità. Per scansioni STM viene usato un convertitore con funzione di trasferimento da $1G\Omega$ e per le SECM uno da $470G\Omega$. Questi devono presentare una banda passante adeguata a raccogliere tutta l'informazione contenuta nei segnali di interazione ed allo stesso tempo introdurre la minima quantità di rumore elettrico possibile. In particolare il secondo convertitore ha una banda passante di $1.6kHz$ e produce un rumore elettrico equivalente a $50fA$ come descritto in [9]. La densità spettrale di rumore in corrente è mostrata in figura 1.8 per un valore di capacità di ingresso di $15pF$. Questo è il valore tipico di capacità una volta che la sonda viene connessa al convertitore.

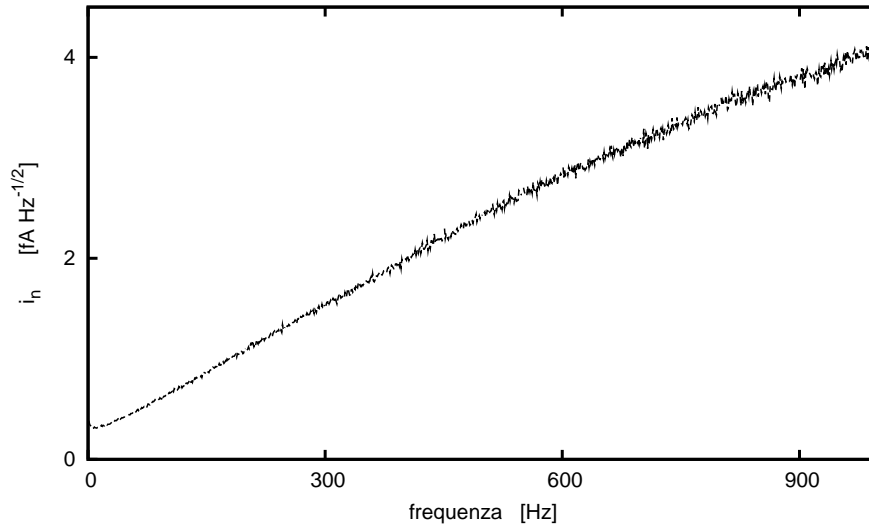


Figura 1.8: Densità spettrale di rumore di corrente prodotta dal convertitore corrente-tensione da $470G\Omega$ nel caso di una capacità di ingresso di $15pF$.

1.9 Sistema di controllo di controreazione

In SPM la sonda viene mantenuta in prossimità del campione per mezzo di un sistema di controreazione. Questi sistemi hanno lo scopo di controllare il comportamento di un parametro (in generale l'uscita del sistema da controllare) agendo tramite un parametro di controllo (in generale un ingresso del sistema da controllare). Per fare ciò il parametro controllato viene confrontato con un valore di riferimento, se viene riscontrata una differenza il sistema agisce sul parametro di controllo in modo da riportare il parametro controllato al valore richiesto.

Generalmente è possibile schematizzare un sistema di controllo di controreazione con il diagramma di figura 1.9. Il parametro controllato $Y(t)$ viene confrontato con il valore di riferimento $R(t)$ nel nodo di somma producendo il cosiddetto segnale di errore $e(t)$. Il sistema di controllo A elabora il segnale $e(t)$ e fornisce in uscita il segnale $Z(t)$. Questo segnale applicato al sistema da controllare B deve fare in modo che $e(t)$ sia il più possibile uguale a 0.

Passando nel dominio delle frequenze, chiamando $A(\omega)$ e $B(\omega)$ le funzioni di trasferimento del sistema di controllo e del sistema da controllare e $Y(\omega)$, $R(\omega)$, $e(\omega)$ le trasformate di Fourier dei segnali $Y(t)$, $R(t)$ e $e(t)$ rispettivamente, si ottiene:

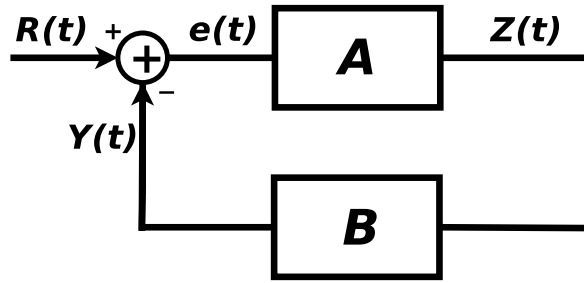


Figura 1.9: Schema di principio di sistema di controllo di controeazione. Il blocco B rappresenta il sistema da controllare ed il blocco A il sistema di controllo.

$$G_C(\omega) = \frac{Y(\omega)}{R(\omega)} = \frac{A(\omega)B(\omega)}{1 + A(\omega)B(\omega)} = \frac{G_A(\omega)}{1 + G_A(\omega)} \quad (1.5)$$

La funzione complessa $G_C(\omega)$ è detta funzione di trasferimento ad anello chiuso e lega il parametro controllato al segnale di riferimento. $A(\omega) \cdot B(\omega) = G_A(\omega)$ è la funzione di trasferimento ad anello aperto. Per ottenere un buon controllo la funzione di trasferimento ad anello aperto dovrà avere un modulo elevato nella banda di frequenze di lavoro del sistema da controllare, infatti se $G_A(\omega) \gg 1$ la formula 1.5 diventa:

$$G_C(\omega) = \frac{Y(\omega)}{R(\omega)} \cong 1 \quad e \quad quindi \quad e(\omega) \cong 0 \quad (1.6)$$

L'intervallo di frequenze per cui vale questa approssimazione viene detto banda di inseguimento B_I . La stabilità del sistema di controllo va poi valutata in base al criterio di Nyquist[10]. Questo, in una forma semplificata valida per i sistemi trattati in questo lavoro, garantisce stabilità asintotica di un sistema di controllo di controeazione se il modulo della funzione di trasferimento $G_A(\omega)$ scende al di sotto di 1 ad una frequenza inferiore a quella in cui la fase di $G_A(\omega)$ scende al di sotto di -180° .

Nel sistema di controllo applicato al microscopio a scansione di sonda il parametro controllato Y è il segnale di interazione (la corrente di sonda in STM e SECM) mentre il parametro di controllo Z è la tensione di pilotaggio del traslatore verticale z . Il riferimento R è il valore che la corrente deve mantenere durante la scansione, viene solitamente chiamato *set point* (S_p).

Possono essere presenti anche altri sistemi di controllo di controeazione nell'eventualità che sia necessario linearizzare il moto dei traslatori x e y sfruttando i sensori

resistivi. In questo caso il parametro controllato Y è la resistenza dei sensori dell'asse di moto x o y e il parametro di controllo Z è la tensione di pilotaggio del traslatore x o y . Il riferimento R è una funzione del tempo che corrisponde al moto che il traslatore deve eseguire.

La funzione di trasferimento del microscopio $B(\omega)$ per il circuito di controllo dell'asse z dipende dall'interazione microscopica tra sonda e campione ed in generale non è nota in quanto non sono perfettamente riproducibili le caratteristiche delle sonde e dei campioni in misura. A priori non è quindi possibile impostare i parametri del sistema di controllo per ottenere una determinata B_I , ma è necessaria una procedura preliminare nella misura per sceglierli.

In questo lavoro di tesi sono stati implementati alcuni metodi per misurare la banda B_I e la funzione che lega la corrente di interazione alla distanza sonda-campione. In questo modo è possibile avere uno strumento in più per controllare la dipendenza tra la variazione dei parametri di misura/controllo e le prestazioni del microscopio.

1.10 Bilancio tra rumore e velocità in SPM

Il funzionamento di un microscopio a scansione di sonda è basato sui sistemi di controreazione. La struttura ad anello di questi sistemi fa sì che l'effetto di un'eventuale sorgente di rumore posta in qualsiasi punto propaghi il suo effetto per tutto l'anello di controreazione. Per questo motivo i punti nell'anello dove il rapporto segnale/rumore è basso diventano critici per il funzionamento di tutto il sistema di controllo. Ad esempio il rumore che è presente nella corrente di sonda passando attraverso il sistema di controllo giunge sul segnale di pilotaggio del traslatore traducendosi in un moto casuale della sonda e deteriorando direttamente la risoluzione di misura.

È molto difficile ridurre il rumore presente nell'anello ad un livello trascurabile, specie in misure di microscopia ad alta risoluzione, perché, in ogni caso, il rumore statistico presente nella fisica dell'interazione o quello Johnson relativo alle resistenze dei sensori di posizione non sono eliminabili.

Questi problemi vanno affrontati curando al massimo la riduzione del rumore (special-

mente nei circuiti che devono amplificare notevolmente i segnali) e soprattutto realizzando un compromesso tra risoluzione e velocità del sistema di controllo. Infatti un buon modo per ridurre l'influsso del rumore sulla misura di microscopia a scansione è quello di diminuire la banda passante ad anello chiuso del sistema di controreazione ovvero la B_I . Questa procedura oltre a tagliare lo spettro del segnale di rumore presente nell'anello ha anche un effetto deleterio perché riduce la velocità di risposta del microscopio diminuendo la sua capacità di rivelare i dettagli della superficie a meno di non allungare notevolmente il tempo di misura. In figura 1.10 sono mostrati schematicamente gli effetti di questo compromesso sul moto della sonda durante il superamento di un ostacolo.

In questo lavoro di tesi sono state studiate le principali fonti di rumore in microscopia

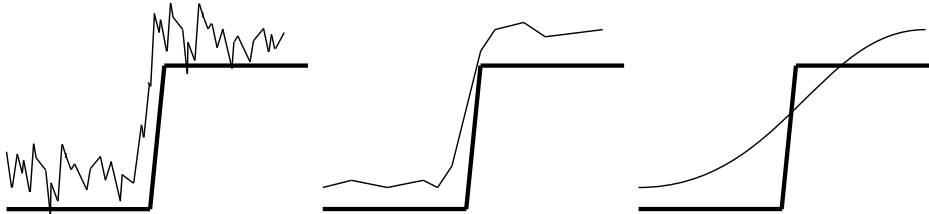


Figura 1.10: Moto della sonda da sinistra verso destra durante il superamento di un ostacolo a scalino in tre diverse condizioni di velocità di risposta. A sinistra una velocità di risposta elevata, corrispondente ad una B_I grande, dà modo al sistema di controllo di correggere in tempo il moto della sonda all'approssimarsi dell'ostacolo, tuttavia la quantità di rumore presente nell'anello di controllo provoca un moto casuale verticale non trascurabile che riduce la risoluzione di misura e rischia di far impattare la sonda con il campione. A destra, viceversa, velocità di risposta e B_I ridotte eliminano gran parte di rumore dall'anello di controllo ma non rendono possibile il superamento dell'ostacolo da parte della sonda. Il miglior compromesso lo si ottiene con un'impostazione intermedia come mostrato al centro.

a scansione di sonda (particolarmente per quanto riguarda SECM) ed è stato proposto un metodo per trovare le migliori condizioni di bilanciamento tra risoluzione e velocità di risposta a partire dai parametri della scansione.

1.11 Utilizzo del personal computer in microscopia a scansione di sonda

Il personal computer ha avuto sicuramente un ruolo fondamentale nelle microscopie a scansione di sonda sin dalla loro nascita. Il motivo principale di questo connubio è la necessità di acquisire l'elevato numero di dati che vanno a formare l'immagine topografica tridimensionale e la potenza di calcolo necessaria all'elaborazione dei risultati successivamente alla misura. Per realizzare questo scopo i personal computer vengono equipaggiati con schede di acquisizione dotate di convertitori analogico/digitali. Attualmente la famiglia delle tecniche SPM è sempre più vasta e raccoglie applicazioni che necessitano spesso di una complessa elaborazione in tempo reale dei dati acquisiti. Alcuni esempi sono l'utilizzo di algoritmi autoadattivi che variano i parametri di misura durante le scansioni oppure l'elaborazione del segnale di errore con funzioni di calcolo non lineari. In questi casi l'utilizzo di un sistema digitale per la realizzazione del controllo di controreazione è ottimale dal punto di vista della potenza e complessità di calcolo ottenibile. Inoltre l'utilizzo di un tale sistema digitale porta una notevole semplificazione dal punto di vista dell'hardware. La differenza tra un sistema di controllo analogico e quello realizzato è visibile in figura 1.11. Il maggior problema è invece riuscire a rispondere in tempo reale alle variazioni del parametro di interazione evitando il danneggiamento della sonda e del campione per un possibile impatto. Per questo motivo inizialmente tutti i sistemi di controllo erano realizzati in elettronica analogica che non fornisce la stessa flessibilità di calcolo ma garantisce tempi di risposta molto brevi.

L'obiettivo di questo lavoro è stato quello di sviluppare un sistema di controllo del microscopio tramite un personal computer standard equipaggiato con un sistema operativo standard.

1.11.1 *Real Time*

Il parametro che meglio caratterizza un sistema di controllo in tempo reale è il tempo di risposta. Questo può variare da istante ad istante e può dipendere dalle condizioni

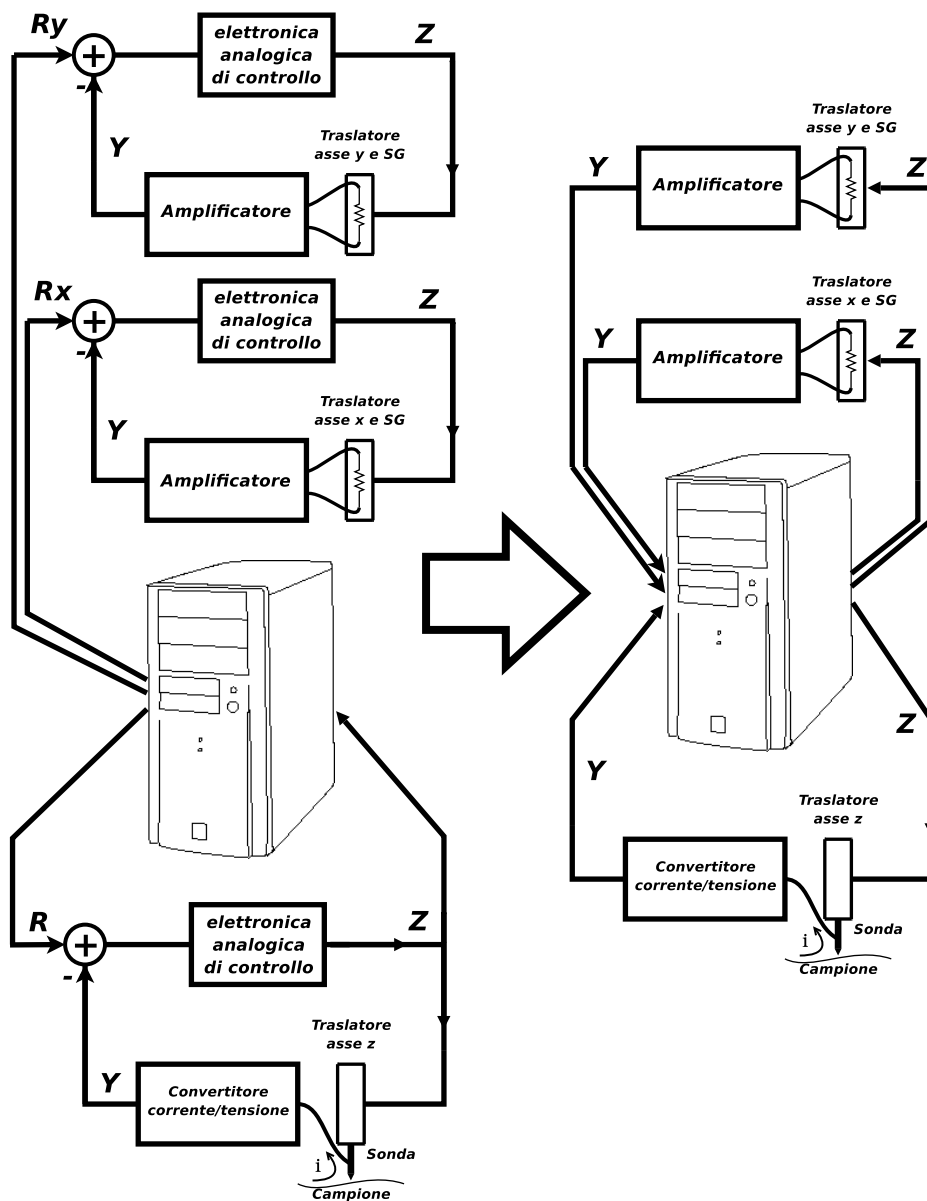


Figura 1.11: Sinistra: sistema di controllo dei tre assi di moto di un microscopio a scansione di sonda realizzato in elettronica analogica. Il personal computer è esterno ai circuiti di controreazione ed ha la funzione principale di acquisire i dati topometrici. Il calcolatore può fornire in uscita i segnali di riferimento ai tre circuiti di controreazione analogica. Destra: Stesso sistema di controllo realizzato attraverso il personal computer. In questo caso il calcolatore è parte degli anelli di reazione e deve avere un tempo di risposta sufficientemente rapido.

di lavoro. I sistemi di controllo come quelli necessari per microscopia a scansione di sonda devono soddisfare il requisito che il massimo tempo di risposta non superi mai un

tempo prestabilito e dipendente dal tipo di sistema da controllare (requisito real-time). Ad esempio nel caso in esame il microscopio SECM lavora con segnali di interazione che hanno componenti in frequenza fino a 1600 Hz a causa del taglio di banda operato dal convertitore corrente-tensione; in base al teorema di campionamento, per ottenere tutta l'informazione contenuta in un tale segnale è necessario campionarlo ad una frequenza superiore a 3200Hz. Per questo motivo la frequenza di campionamento dei segnali del microscopio è stata fissata a $5kHz$ che corrisponde ad un periodo di campionamento di $200\mu s$. Il requisito real-time in un caso del genere prevede un tempo di risposta massimo inferiore a $200\mu s$ che consenta di rispondere ad uno stimolo prima che giunga lo stimolo successivo. Tempi di risposta superiori, oltre a creare una difficoltà a smaltire dati non elaborati, possono recare danni alla misura qualora la sonda impatti sul campione.

Il tempo di risposta massimo in genere può essere definito solo in modo statistico fornendo la probabilità di ottenere un tempo di risposta superiore a quello limite. Specialmente per quanto riguarda un sistema di controllo realizzato con un personal computer non è possibile fornire la certezza che il requisito real-time sia rispettato ad ogni campionamento in quanto le molteplici applicazioni che girano sul computer possono in rari casi creare dei ritardi imprevedibili. In particolare si può definire il *jitter* come l'ampiezza della distribuzione statistica dei tempi di risposta del sistema. Nei sistemi che usano DSP, viceversa, il tempo di risposta è praticamente costante in quanto il programma di controllo è l'unica applicazione che viene eseguita dal processore. In questo caso il tempo di risposta può essere determinato direttamente a partire dal codice sorgente.

Nel caso in esame, una scansione completa corrisponde ad acquisire circa 6 milioni campioni. Per validare il funzionamento del sistema di controllo è sufficiente verificare che la probabilità che venga superato il tempo di risposta massimo sia di molto inferiore ad una volta sulla totalità dei campioni acquisiti. Il rischio di un danneggiamento della misura dovuto ad un singolo ritardo del sistema di controllo è minimo e comunque accettabile in un'applicazione scientifica di questo livello. Questo rischio può venire ulteriormente ridotto gestendo l'evento sfavorevole con un'opportuna procedura di sicurezza.

I personal computer odierni sono studiati per l'ottimizzazione del tempo di risposta medio e non offrono le precedenti garanzie senza opportuni accorgimenti. Difatti mentre il programma di controllo del microscopio sta girando molte altre applicazioni del sistema operativo sono attive e possono sottrarre tempo macchina al processo di controllo anche per diversi millisecondi. Un metodo per aggirare questo ostacolo è modificare il sistema operativo affinché risponda ai requisiti real-time per le applicazioni di microscopia (ad esempio RTAI Linux[11]) favorendo il servizio dall'applicazione di controllo. Ciò comporta però complicazioni dal punto di vista della programmazione da parte dell'utente in quanto si trova a che fare con un sistema operativo non standard.

Attualmente la soluzione più comune è quella che prevede l'utilizzo di un processore esterno dedicato alle funzioni di acquisizione e calcolo: un DSP (Digital Signal Processor)[12]. Su questo processore gira soltanto il programma di controllo del microscopio e quindi garantisce tempi di risposta molto più brevi e predicibili rispetto ad un personal computer. I problemi di interfacciamento per il trasferimento dati al personal computer principale (necessario per l'immagazzinamento dati e la elaborazione a posteriori) e la programmazione non standard di tali dispositivi complicano però leggermente il lavoro dell'utente. In questo lavoro è stato invece possibile ottenere prestazioni real-time su un normale personal computer che utilizza un sistema operativo standard Linux. Per far ciò è stato creato un driver che controlla le schede di acquisizione/pilotaggio (ADC/DAC) presenti nel personal computer gestendo le richieste di servizio delle stesse direttamente all'interno del cuore del sistema operativo (*kernel*) invece che a livello dei normali programmi utente (*user space*) che hanno minor priorità.

I vantaggi di un tale approccio sono molteplici:

- Semplificazione dell'hardware: con la sola aggiunta di opportune schede di acquisizione all'interno del personal computer e dei relativi filtri anti-alias è possibile ridurre notevolmente l'elettronica presente all'esterno del calcolatore. Una scheda di acquisizione ed i filtri sono comunque necessari nel caso in cui il circuito di controreazione sia realizzato in elettronica analogica.

- Semplificazione del software: il software di controllo, di visualizzazione ed elaborazione può essere scritto in linguaggio C standard e può essere creato un unico ambiente per il funzionamento del microscopio. Tutti i dati della scansione sono disponibili per una analisi in tempo reale durante la scansione ed un'implementazione di un sistema di controllo autoadattivo è più semplice.
- Portabilità: il software di controllo può essere utilizzato su calcolatori con struttura anche molto differente realizzando solo semplici modifiche nel codice.

La scelta del sistema operativo Linux è risultata opportuna per i seguenti motivi:

- Completa disponibilità del codice sorgente del sistema operativo, requisito necessario per poter ottimizzare la risposta temporale.
- Ottima compatibilità al variare dell'architettura del calcolatore sul quale è installato.
- Possibilità di eseguire il programma di controllo come parte del sistema operativo (a livello *kernel*) in modo che possa ottenere elevata priorità e quindi tempi di risposta molto contenuti.

Capitolo 2

Sistema di controllo con personal computer

Il programma per il controllo del microscopio deve svolgere la funzione principale di acquisire i dati della misura attraverso i convertitori ADC delle schede di acquisizione, elaborarli e generare i segnali di controllo che vengono inviati in uscita attraverso i convertitori DAC della scheda di acquisizione. Il processo *Real Time* che svolge queste funzioni è stato implementato direttamente a livello del *kernel* del sistema operativo di modo che possa godere della massima priorità di esecuzione possibile. In questo modo a differenza di una normale applicazione eseguita in *user space* il processo di controllo non può essere interrotto grazie allo sfruttamento del meccanismo di *interrupt*.

Gli *interrupt* sono segnali che le periferiche fanno pervenire al processore quando ne richiedono un servizio. Il processore agisce in modo da interrompere le operazioni in corso ed eseguire il prima possibile le istruzioni contenute in un apposito algoritmo chiamato *interrupt handler*. Al termine di questo il processore riprende le operazioni interrotte all'inizio dell'*interrupt* in modo da continuare il suo regolare funzionamento. È quindi possibile sfruttare l'*interrupt* generato dalla scheda di acquisizione ogni volta che viene effettuato un campionamento (ogni $200\mu s$) per far partire la procedura di calcolo richiesta dal sistema per il controllo del microscopio ed ottenere un tempo di risposta molto contenuto.

2.1 Sistema di controllo

Il sistema di controllo è costituito da varie parti (moduli) che vengono caricate su richiesta all'interno del *kernel*. Il diagramma a blocchi che descrive il suo funzionamento è mostrato in figura 2.1. L'utente, come avviene comunemente per la gestione delle periferiche in Linux, può interagire con il sistema di controllo attraverso dei *device*, ovvero dei file, sui quali possono essere effettuate normali operazioni di lettura e scrittura. Un programma in *user space* a bassa priorità può impostare i parametri iniziali della scansione attraverso un'operazione di scrittura sul *device* e acquisire i dati elaborati della scansione attraverso operazioni di lettura sul *device* stesso.

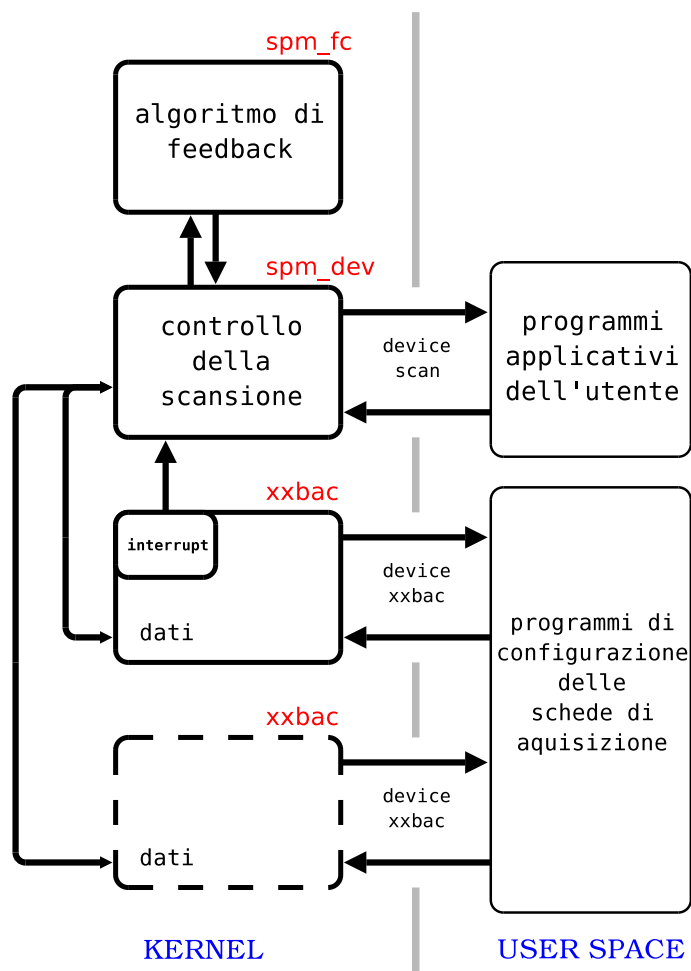


Figura 2.1: Diagramma a blocchi che descrive il sistema di controllo con personal computer.

Il cuore del sistema di controllo è il modulo *spm_dev* che colloquia con i programmi in *user space* attraverso il *device scan*, esegue l'algoritmo di controreazione presente nel modulo *spm_fc* e pilota (in base a quanto richiesto dall'utente) uno o più moduli *xbac* ognuno dei quali gestisce il funzionamento di una scheda di acquisizione. L'utente può interagire con i moduli *xbac* per configurare le schede di acquisizione attraverso altri opportuni *device*. I vari moduli comunicano tra loro utilizzando una struttura dati comune. Questa struttura ramificata a moduli indipendenti permette di scindere completamente i vari livelli del sistema di controllo. L'utente che vuole sperimentare un nuovo algoritmo di controllo dovrà modificare soltanto il modulo *spm_fc*, mentre nell'eventualità che sia necessario fornire il supporto per una nuova scheda di acquisizione è sufficiente modificare i moduli di gestione *xbac*. Tutto il pacchetto è programmato in linguaggio C standard per una ancor più facile gestione e manutenzione.

La presenza di più schede di acquisizione sul medesimo personal computer può essere necessaria per aumentare il numero delle uscite DAC del sistema di controllo, ad ogni modo per le applicazioni più semplici è sufficiente una scheda principale dotata di opportuni circuiti di temporizzazione. Il ritmo del sistema di controllo viene infatti fornito dall'*interrupt* generato della scheda di acquisizione principale. Il ciclo infinito di funzionamento può essere così riassunto:

- (1) la scheda di acquisizione principale è programmata per campionare gli ingressi con un ritmo fissato (nel caso in esame una volta ogni $200\mu s$) e generare un segnale di *interrupt* appena è avvenuta la conversione. Data la precisione della temporizzazione della scheda il *jitter* dovuto a questo processo è trascurabile.
- (2) l'*interrupt* è servito dall'algoritmo *interrupt handler* presente nel modulo *xbac* relativo alla scheda di acquisizione principale. Tutti le altre linee di *interrupt* presenti nel personal computer vengono mascherate di modo che non possano interrompere l'esecuzione di questo processo.
- (3) se una misura di microscopia a scansione di sonda è in corso viene eseguita una funzione all'interno dell'*spm_dev* che aggiorna i parametri necessari al moto del microscopio come il conteggio dei punti e delle linee di scansione.

- (4) il modulo *spm_fc* viene eseguito per calcolare i segnali di risposta che verranno mandati al sistema di moto del microscopio.
- (5) i moduli *xxbac* scrivono i segnali di risposta sui DAC. A questo punto il tempo trascorso dalla generazione dell'*interrupt* avvenuto al punto (1) è il ritardo di risposta del sistema di controllo. Questo tempo di ritardo è affetto da *jitter* dovuto alla variazione della velocità di esecuzione dei precedenti punti dal (2) al (5).
- (6) la funzione *interrupt handler* termina ed il sistema operativo ricomincia a lavorare normalmente.

Un metodo alternativo a questo sarebbe stato quello di sincronizzare la scrittura dei DAC del punto (5) un certo numero di μs dopo la generazione dell'*interrupt* sfruttando ancora la temporizzazione della scheda di acquisizione principale. Questo avrebbe eliminato il *jitter* e il rumore di fase ad esso connesso ma, d'altra parte, avrebbe introdotto un ritardo sistematico molto lungo rispetto ai tempi di risposta medi ottenibili come mostrato in seguito.

Per la realizzazione delle misure di microscopia a scansione di sonda è poi necessario un programma che raccolga i dati della scansione e li visualizzi. Siccome, in questo caso, non è necessario lavorare in tempo reale questa parte del progetto è stata implementata per funzionare in *user space* a bassa priorità.

La parte centrale del progetto è sicuramente l'*interrupt handler* perché necessita di interagire contemporaneamente con l'hardware della schede di acquisizione e col sistema operativo; inoltre al suo interno viene eseguito il modulo *spm_fc* che effettua i calcoli per generare il segnale di risposta del sistema di controllo del microscopio. Tutte queste operazioni devono essere effettuate nel minor tempo possibile.

Il sistema di controllo può utilizzare vari tipi di schede di acquisizione e comunque l'aggiunta del supporto per ulteriori schede può venir fatta aggiungendo i moduli *xxbac* dedicati. Attualmente sono stati implementati i moduli per gestire i modelli PCI-6221 della National Instruments e DAS-6014 della Measurements Computing come schede di acquisizione principali. Entrambi questi modelli sono dotati di un ADC a 16 bit

che indirizza 8 ingressi differenziali e di 2 DAC a 16 bit. Inoltre è presente anche un sistema di temporizzazione in grado di generare gli *interrupt*. Questi modelli sono stati scelti anche grazie alla disponibilità del codice sorgente di alcuni driver prototipo e della mappa dei loro registri. È possibile aggiungere anche una scheda di acquisizione secondaria per aumentare il numero delle uscite DAC. Per questo ruolo può anche essere utilizzato il modello DAC-2001 della Iotech con 4 DAC a 16 bit ma non dotata del circuito che genera il segnale di *interrupt*.

2.2 Prestazione del sistema di controllo

Per valutare le prestazioni di un tale sistema di controllo è necessario caratterizzarne il tempo di risposta.

Il tempo di risposta, nel caso di un'applicazione come quella trattata in questo lavoro, può essere suddiviso per facilitarne l'analisi in latenza e tempo di calcolo. La latenza è il tempo che intercorre tra la generazione di un evento all'ingresso del sistema di controllo (ovvero il campionamento di un dato da parte della scheda di acquisizione) e il momento in cui il calcolatore comincia ad elaborare la risposta (ovvero quando viene lanciato l'*interrupt handler*). Il tempo di calcolo è il tempo necessario per raccogliere i dati, elaborare la risposta e fornirla in uscita. Mentre quest'ultimo è piuttosto facile da misurare controllando l'avanzamento dell'orologio interno del calcolatore durante l'*interrupt handler*, la misurazione della latenza è più complicata e richiede l'utilizzo di un apposito software e di elettronica esterna. Questo perché partendo dalle informazioni note non siamo in grado di stabilire in quale momento è partito il segnale di *interrupt* ma solo quando si è cominciato a servirlo.

2.2.1 Latenza

La latenza è stata misurata su vari personal computer utilizzando un contatore binario a 12 bit applicato alla porta parallela[13]. I 12 bit del contatore sono stati connessi sia alle 8 linee dati che alle 4 linee di stato, inoltre il nono bit è stato connesso anche all'ingresso *interrupt* della porta. L'ingresso del contatore è stato connesso ad un segnale alla

frequenza costante di $4MHz$, quindi ogni 2^9 (512) cicli un *interrupt* viene inviato al processore attraverso la porta parallela. Appena il processore comincia a servire l'*interrupt*, la procedura *interrupt handler* legge i 12 bit del contatore provenienti dalla porta parallela. La differenza tra questo numero binario ed il numero a cui è partito l'*interrupt* indica il tempo di latenza dell'evento. Nell'eventualità di una latenza eccezionalmente lunga e maggiore del massimo conteggio del contatore (4096 cicli in questo caso) è comunque possibile ottenere una stima corretta per il tempo di latenza comparando le letture dell'orologio interno del calcolatore tra l'inizio di un *interrupt handler* e l'inizio del precedente.

Con questo metodo sono state verificate le prestazioni di varie configurazioni diverse di hardware come riportato in tabella 2.1. Ogni misura è consistita nell'acquisizione di una statistica dei tempi di latenza su sei milioni di campioni. I dati sono stati raccolti e visualizzati in tempo reale in un istogramma da un apposito programma in *user space*. In questo modo è stato possibile simulare le condizioni operative di una misura a scansione di sonda in cui è presente un programma in *user space* per l'acquisizione dei dati.

In tutte le configurazioni riportate in tabella 2.1 sono state ottenute delle prestazioni più che sufficienti per realizzare un sistema di controllo cadenzato a $200\mu s$. Tuttavia, in certi casi, inizialmente sono stati rilevati degli sporadici tempi di latenza inaccettabilmente lunghi (anche oltre il ms) ed è quindi stato necessario individuarne la fonte ed eliminarla. Solo in un caso non riportato in tabella 2.1 non è stato possibile risolvere il problema. Solitamente il responsabile di questi difetti è stato trovato in alcuni driver di periferiche, specie in quelli che fanno uso di *interrupt*. Ad esempio nei casi indicati con la nota 1 in tabella 2.1 è stato necessario limitare al massimo l'attività del disco rigido, lavorando in memoria e trasferendoci i dati soltanto a misura ultimata. È possibile concludere quindi che, mantenendo lo stesso sistema operativo, le maggiori variazioni di prestazioni sono dovute non tanto alla velocità del processore ma piuttosto alla configurazione hardware globale del personal computer. Minimi difetti in un driver di periferica che tengono occupato troppo a lungo il processore, benché inavvertibili nel normale uso, rendono inutilizzabile il personal computer per applicazioni *real-time* di

#	processore	scheda madre	tempo di latenza limiti distribuzione [μs]	tempo medio di latenza [μs]	latenza minima osservata [μs]	nota
1	AMD Athlon 3400 2.4GHz	Asus K8VX	3.75 ... 63	5.6	4.0	
2	AMD Athlon 4200 X2 2.2GHz	MSI K9N	4 ... 52.25	5.7		
3	AMD Athlon 0.7GHz	Gigabyte GA-7ZX	6.75 ... 50.25	7.6	6.75	1
4	AMD Sempron 3400+ 1.8GHz	Asus M2N-MXSE	7.0 ... 64.25	8.7	7.25	
4a	AMD Sempron 3400+ 1.8GHz	Asus M2N-MXSE	7.25 ... 70	8.8		2
5	AMD Athlon XP 2400+ 2GHz	Asus A7V8X	6.0 ... 61.5	8.2		1
6	AMD Athlon 4400 X2 2.3GHz	Asus M2A-VM	2.0 ... 75	5.1		3
7	Intel Pentium 4 HT 3.2GHz	Asus P5KR	1.75 ... 61.5	2.3		

Tabella 2.1: Prestazione delle configurazioni dei personal computer provati per realizzare applicazioni Real-time con versione del *kernel*[14] 2.6.23 o 2.6.24 in distribuzione *Debian 4.0*[15]. I dati statistici sono relativi ad acquisizioni di $6 \cdot 10^6$ eventi con una cadenza di 128 μs . Per ogni configurazione sono riportati la latenza minima e massima riscontrata (colonna 4) e il valor medio (colonna 5). In colonna 6 è riportato il tempo minimo di latenza come rilevato durante l'osservazione all'oscilloscopio (vedi testo). Note: 1: test realizzati con un attività minima del disco fisso, cioè tenendo tutti i dati in memoria fino alla fine dell'acquisizione; 2: è stata utilizzata una porta parallela connessa sul bus PCI; 3: per il sistema operativo è stata utilizzata la distribuzione *Fedora 7*[16].

questo tipo.

In figura 2.2a (a tratto continuo) è riportato l'istogramma della distribuzione dei tempi di latenza per la configurazione 4 in tabella 2.1.

La statistica sui tempi di latenza realizzata con il metodo trattato sopra è sicuramente affidabile ma può risultare dispendiosa in quanto richiede l'uso di elettronica esterna. Per questo motivo è stata provata anche una variante che fa soltanto uso di un generatore di impulsi esterno stabile per generare una serie di *interrupt* cadenzati. Ad esempio è possibile utilizzare un generatore di funzioni connesso all'ingresso di *interrupt* della porta parallela oppure direttamente il sistema di temporizzazione della

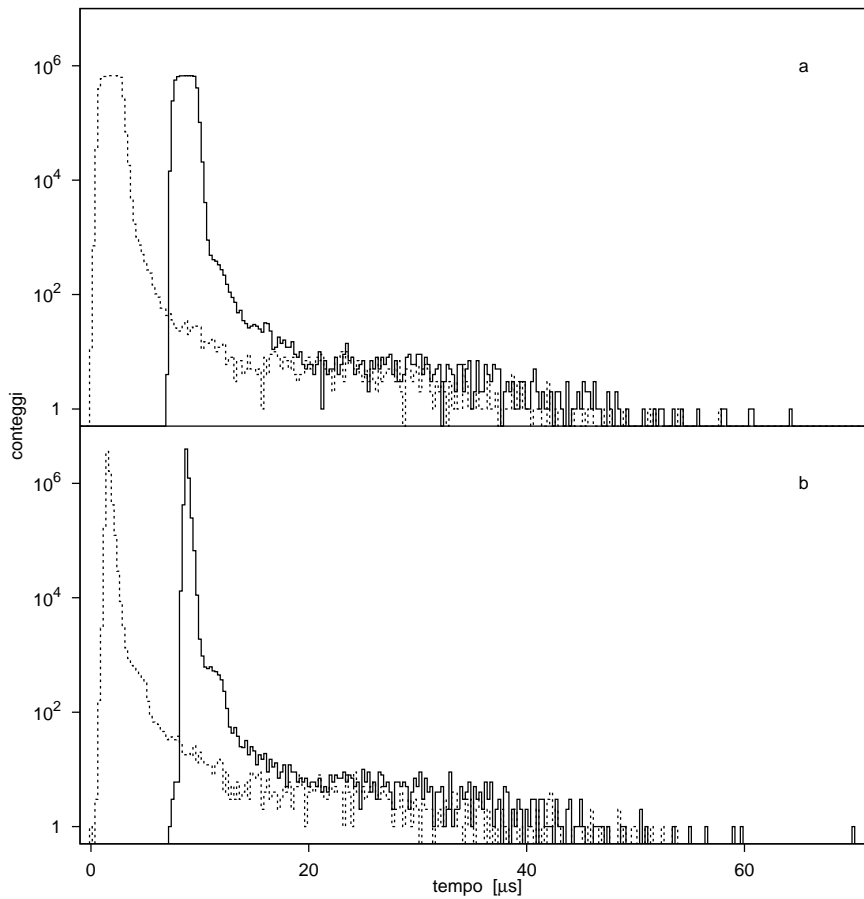


Figura 2.2: Distribuzioni dei tempi di latenza ottenute con la configurazione 4 in tabella 2.1. In figura a) un contatore esterno è stato connesso alla porta parallela della scheda madre: in tratto continuo è riportata la distribuzione ottenuta considerando i tempi dati dal contatore esterno, il grafico tratteggiato rappresenta la distribuzione ottenuta utilizzando il metodo alternativo discusso nel testo con la minima latenza allineata arbitrariamente al valore di tempo 0. In figura b) sono state invece utilizzate le linee di *interrupt* del bus PCI: in tratto continuo è riportata la distribuzione ottenuta considerando i tempi dati dal contatore esterno connesso alla porta parallela inserita nel bus PCI, il grafico tratteggiato rappresenta la distribuzione ottenuta utilizzando il metodo alternativo con gli *interrupt* generati dalla scheda di acquisizione PCI-6221 della National Instruments.

scheda di acquisizione. In questa modalità viene misurato il tempo al quale comincia ogni *interrupt handler* attraverso il clock interno del personal computer. La serie di valori temporali così ottenuta viene divisa in blocchi di circa 10000 eventi e viene realizzato un fit con una funzione lineare su ciascun blocco.

La funzione ottenuta descrive molto accuratamente la progressione temporale degli impulsi forniti dal generatore di impulsi esterno a meno di una costante additiva t_0 . La differenza tra il tempo misurato e la retta del fit coincide con la latenza dell'evento a meno della costante t_0 che corrisponde ad uno spostamento orizzontale della distribuzione nell'istogramma. Ad esempio in figura 2.2a è riportato a tratteggio l'istogramma ottenuto con questo secondo metodo e può essere osservata la compatibilità con i risultati ottenuti con il primo.

La costante t_0 corrisponde al tempo di latenza minimo riscontrato nella misura. Per ottenere una stima dell'adeguatezza di una certa configurazione hardware ad eseguire un controllo real-time spesso non è necessario conoscerne il valore t_0 perché difficilmente supera i $10\mu s$ ed in genere è circa un ordine di grandezza più piccolo del tempo di latenza massimo. In ogni caso è possibile misurarlo tramite un oscilloscopio. La minima differenza di tempo tra l'impulso fornito dal generatore esterno e il segnale che viene generato su un'uscita della porta parallela all'inizio dell'*interrupt handler* è la miglior stima di questo tempo. L'accuratezza di questo metodo è dimostrata da alcune misurazioni riportate in tabella 2.1.

Utilizzando la temporizzazione fornita dalla scheda di acquisizione invece che dal generatore esterno si possono ottenere distribuzioni dai dati raccolti anche durante vere sessioni in cui il personal computer è effettivamente usato come sistema di controllo. Ad esempio nell'istogramma di figura 2.2b a linea tratteggiata si può osservare il risultato di una statistica effettuata utilizzando la temporizzazione della scheda di acquisizione PCI-6221 della National Instruments. Utilizzando la stessa configurazione hardware la misura è stata poi ripetuta utilizzando un contatore esterno connesso ad una porta parallela inserita nel bus PCI ed ottenendo il grafico a tratto continuo di figura 2.2b simile al precedente a meno della traslazione t_0 . In questi due casi gli *interrupt* arrivano al processore attraverso il bus PCI. Anche gli istogrammi di figura 2.2a sono stati ottenuti sulla stessa configurazione hardware ma gli *interrupt* provenivano direttamente dalla porta parallela in quel caso. È apparente una differenza nella forma dei picchi tra gli istogrammi a e b di figura 2.2. Questa è presumibilmente dovuta alla differente gestione da parte della scheda madre degli *interrupt* provenienti dal bus

PCI rispetto a quelli provenienti dalla porta parallela. A parte questa discrepanza, comunque irrilevante, il resto delle proprietà delle distribuzioni è molto simile nei due casi.

L'utilizzo del metodo alternativo è però consigliato soltanto se le temporizzazioni del generatore esterno/scheda di acquisizione e dell'orologio interno al calcolatore sono sufficientemente stabili (almeno dell'ordine di una parte su 10^6 per un tempo di alcuni minuti). Questo livello di precisione è facilmente ottenuto da qualsiasi temporizzatore al quarzo, tuttavia esistono applicazioni software che modificano la marcia del temporizzatore interno del personal computer. Per fare un esempio è possibile citare il protocollo *ntp*, che allinea la temporizzazione del processore ad una fonte esterna sulla rete. In questi casi è necessario inibire o terminare l'applicazione in questione per ottenere delle statistiche che abbiano un significato.

Il tempo di calcolo è un parametro che dipende principalmente dagli algoritmi di calcolo richiesti nel sistema di controllo e verrà valutato nella successiva sezione.

2.3 Esempi di applicazione

Di seguito verranno descritti alcuni esempi di applicazione innovativa dell'uso del sistema di controllo. La loro fattibilità è possibile soltanto utilizzando un sistema digitale del tipo descritto. In alcuni casi sarebbe possibile una realizzazione anche con tecniche analogiche ma in modo più complesso e dispendioso a causa di problemi di sincronizzazione e di implementazione di funzioni complesse.

2.3.1 Controllo di controreazione PID

In microscopia a scansione di sonda il sistema di controllo deve agire in modo da evitare contatti tra la sonda ed il campione sottostante mantenendo il parametro di interazione il più possibile costante. Per quanto detto al paragrafo 1.9 la funzione di trasferimento ad anello aperto $G_A(\omega)$ dovrà essere tale da produrre una banda di inseguimento B_I che copra il più possibile la banda delle frequenze necessarie al moto del microscopio.

La banda in questione si dovrà estendere dalla frequenza 0 (necessaria per mantenere il parametro controllato intorno al valore di riferimento costante nel tempo) ad una frequenza f_0 massima dipendente dalla velocità di scansione e dalla morfologia del campione in esame. Maggiore è la velocità di scansione (ovvero la velocità di moto orizzontale della sonda sopra il campione durante le scansioni espressa ad esempio in nm/s) e la densità spaziale di asperità sul campione e maggiore sarà la f_0 richiesta per il funzionamento del microscopio. Lo scopo del sistema di controllo è implementare una funzione digitale $A(\omega)$ che soddisfi i precedenti requisiti.

In applicazioni SPM il tipo di sistema di controllo più comunemente usato per la sua semplicità ed universalità è chiamato PID. Il blocco che realizza la funzione $A(\omega)$ acquisisce il segnale in ingresso e lo elabora in 3 modi. Si ha un ramo proporzionale in cui il segnale di ingresso viene amplificato, un ramo integrale in cui il segnale di ingresso viene integrato ed un ramo differenziale in cui viene derivato (dalle iniziali deriva il nome PID). Il segnale di uscita si ottiene sommando i segnali provenienti dai tre rami che possono essere amplificati indipendentemente per regolarne la risposta.

Un sistema di controllo di questo tipo sebbene non sia tra i più raffinati viene comunque utilizzato in SPM per la sua versatilità. Difatti la funzione di trasferimento $B(\omega)$ dipendendo dall'interazione microscopica tra sonda e campione non è in genere nota a priori e può subire notevoli variazioni anche nel corso di una sola scansione. Una funzione PID consente di mantenere notevole stabilità di funzionamento anche in queste condizioni.

A meno di rari casi il ramo differenziale non viene utilizzato in STM perché comporta un elevato guadagno in alta frequenza per la funzione $G_A(\omega)$. Questo potrebbe infatti aumentare ingiustificatamente il rumore in alta frequenza nell'anello di controllo e generare instabilità secondo il criterio di Nyquist.

È possibile definire una frequenza f_c alla quale il contributo del ramo integrale uguaglia quello del ramo proporzionale (per frequenze molto inferiori il contributo del ramo proporzionale è trascurabile, viceversa per frequenze molto superiori è trascurabile il contributo del ramo integrale). Solitamente i sistemi controllati hanno una funzione di trasferimento approssimabile ad un filtro passa-basso, in questi casi trami-

te le regolazioni dei parametri del sistema di controllo la frequenza f_c viene impostata uguale alla frequenza di taglio del sistema controllato. La funzione $G_A(\omega)$ così ottenuta corrisponde ad un sistema del primo ordine con un polo in $\omega = 0$. Solitamente durante misure SECM e STM sono richieste bande passanti molto piccole rispetto alla frequenza di taglio del sistema controllato ($1.6kHz$ nel caso venga utilizzato il convertitore corrente-tensione da $470G\Omega$), per questo motivo e per ridurre al massimo il rumore nel sistema di controllo è stato preferito il solo utilizzo del ramo integrale del circuito PID. Questa scelta, avvalorata anche dalle precedenti esperienze di scansione con sistema di controllo analogico, massimizza la stabilità del sistema di controllo e permette di poter trascurare l'esistenza della frequenza di taglio del convertitore corrente-tensione.

La funzione PID è stata comunque implementata nelle sue tre parti in un algoritmo di calcolo digitale ed inserita nel modulo *spm_fc*. Similmente a quanto riscontrabile in letteratura[17], la formula a tempo discreto che realizza le funzioni suddette è la seguente:

$$Z_n = K_P \cdot \epsilon_n + K_I \sum_{i=1}^n (\epsilon_i + \epsilon_{i-1}) \frac{\Delta t}{2} + K_D \frac{(\epsilon_n - \epsilon_{n-1})}{\Delta t} \quad (2.1)$$

dove ϵ_n è l'ingresso all'ennesima iterazione, Z_n è l'uscita all'ennesima iterazione, Δt l'intervallo di tempo tra due iterazioni successive (ovvero l'inverso della frequenza di campionamento della scheda di acquisizione); K_P , K_I e K_D sono i tre fattori moltiplicativi di amplificazione dei rami proporzionale P , integrale I e differenziale D . Come detto in precedenza, a meno che non sia diversamente specificato, i parametri K_P e K_D sono sempre impostati a 0 per escludere il ramo proporzionale e differenziale. Visto che il secondo addendo che rappresenta il ramo integrale richiederebbe un tempo di calcolo enorme per realizzare la sommatoria per n molto grande, è preferibile utilizzare una formula con un calcolo progressivo come la seguente:

$$Z_n = K_P \cdot \epsilon_n + K_I \cdot I_n + K_D \frac{(\epsilon_n - \epsilon_{n-1})}{\Delta t} \quad (2.2)$$

dove

$$I_n = I_{n-1} + (\epsilon_n + \epsilon_{n-1}) \frac{\Delta t}{2} \quad (2.3)$$

Questo è il cuore di tutti gli algoritmi di controllo realizzati in questo progetto. Il compito dell'utente è quello di impostare i parametri K_P , K_I e K_D (se presenti) in modo da massimizzare la prestazione del microscopio.

2.3.2 Controlli di controreazione multipli

I traslatori piezoelettrici sono i sistemi di movimento principalmente utilizzati in SPM. La loro accuratezza intrinseca è molto scarsa a causa di isteresi e non linearità. In passato [8] è stato descritto ed implementato un metodo analogico per linearizzare il movimento di una coppia di traslatori (modello $PI - 841.40$, della Physik Instrumente) per gli assi x e y presenti nel microscopio a scansione. Ognuno di questi traslatori è dotato di due resistenze SG affette da interferenza con il segnale di pilotaggio dell'elemento piezoelettrico. È stato possibile ridurre l'interferenza ad un livello trascurabile ponendo le due resistenze in un ponte di misura ed amplificando opportunamente il segnale differenziale di uscita. Questo segnale veniva poi sfruttato come parametro di ingresso in un circuito di controreazione. Recentemente i due traslatori sono stati sostituiti con un unico blocco modello XY flexure $PI - 714.2SL$ prodotto da Physik Instrumente che garantisce il moto su entrambi gli assi con l'obbiettivo di aumentare la stabilità e la precisione di funzionamento.

A differenza del precedente sistema di moto, questo presenta una sola resistenza sensore per ogni asse di movimento. Inoltre la riunione in un solo blocco metallico dei due traslatori favorisce interferenza non solo tra il segnale di pilotaggio di un traslatore ed il relativo sensore, ma anche incrociata tra un canale e l'altro. Per questi motivi non è stato possibile utilizzare la precedente soluzione.

Per eliminare questi effetti l'amplificazione del segnale delle resistenze sensore è stata invece effettuata utilizzando un partitore resistivo alimentato in corrente alternata. Il segnale in uscita è stato poi demodulato tramite un algoritmo di calcolo all'interno del codice di controllo. In altre parole il personal computer ha la funzione di un amplificatore *lock-in*. In questo modo si è ottenuta una separazione in frequenza tra tutti i segnali di interferenza (presenti in banda base fino alle frequenze di lavoro del microscopio), il segnale di posizione dell'asse y (modulato a 450 Hz) ed il segnale di

posizione dell'asse x (modulato a 800 Hz). L'utilizzo di due frequenze diverse per i due assi è richiesto perché è presente interferenza incrociata tra la resistenza sensore di un asse e la tensione di pilotaggio dell'altro asse.

Questa applicazione sicuramente fornisce un esempio della versatilità ottenibile in applicazioni SPM che utilizzino il personal computer per realizzare il sistema di controllo. In pratica sarebbe stato possibile realizzare un sistema di questo tipo con sola elettronica analogica ma avrebbe richiesto un maggior impegno progettistico e soprattutto più tempo per la messa a punto. Lo schema di funzionamento del sistema di

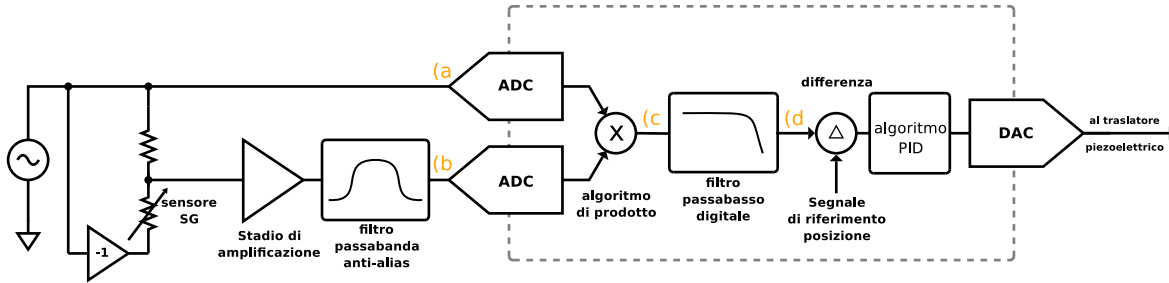


Figura 2.3: Schema di principio del sistema di linearizzazione del moto per gli assi x e y realizzato tramite personal computer. Nel rettangolo tratteggiato sono riportate le funzioni svolte dagli algoritmi digitali. Un esempio degli spettri dei segnali presenti nei punti (a), (b), (c) e (d) è mostrato in figura 2.5.

controllo e linearizzazione per ogni asse di moto orizzontale può essere schematizzato come in figura 2.3. Un generatore sinusoidale alimenta un partitore di tensione in cui è presente la resistenza SG. Il segnale risultante viene amplificato attraverso l'amplificatore illustrato in figura 2.4 ed inviato alla scheda di acquisizione insieme al segnale sinusoidale di alimentazione. Lo spettro di quest'ultimo è mostrato in figura 2.5 nel grafico (a). L'informazione utile, modulata in ampiezza alla frequenza del generatore sinusoidale, è contenuta all'interno del segnale trasdotto insieme ai segnali interferenti dell'altro canale e della tensione di pilotaggio del traslatore come mostrato in figura 2.5 nel grafico (b). Un primo filtro analogico è necessario come anti-alias subito prima dell'ingresso ADC della scheda di acquisizione. In questo caso l'utilizzo di un normale filtro passa-basso non è opportuno perché introduce una rotazione di fase. Per una corretta rivelazione del segnale utile è necessario infatti che il segnale trasdotto e quel-

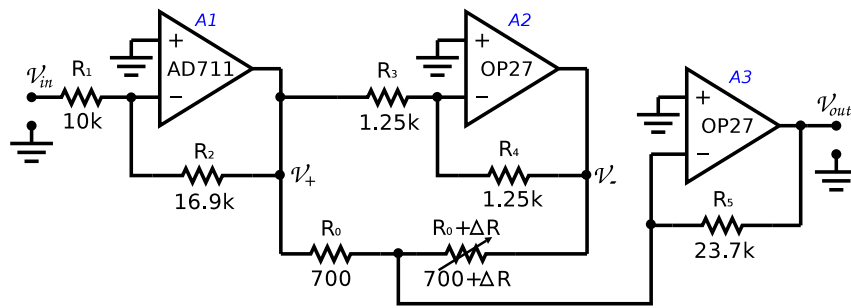


Figura 2.4: Schema circuitale dell'amplificatore per i sensori SG del traslatore modello XY flexture $PI - 714.2SL$. La resistenza SG è indicata come $R_0 + \Delta R$. Il segnale sinusoidale del generatore è connesso all'ingresso V_{in} . Maggiori dettagli riguardo a questo circuito sono presenti al paragrafo 4.1.3.

lo del generatore sinusoidale siano in fase. Per questo motivo un filtro passa-banda centrato sulla frequenza del generatore, oltre a effettuare un primo taglio della componenti di interferenza anche a frequenze basse, mantiene in fase il segnale trasdotto. Il sistema di controllo digitale a questo punto, all'interno del modulo *spm_fc* effettua

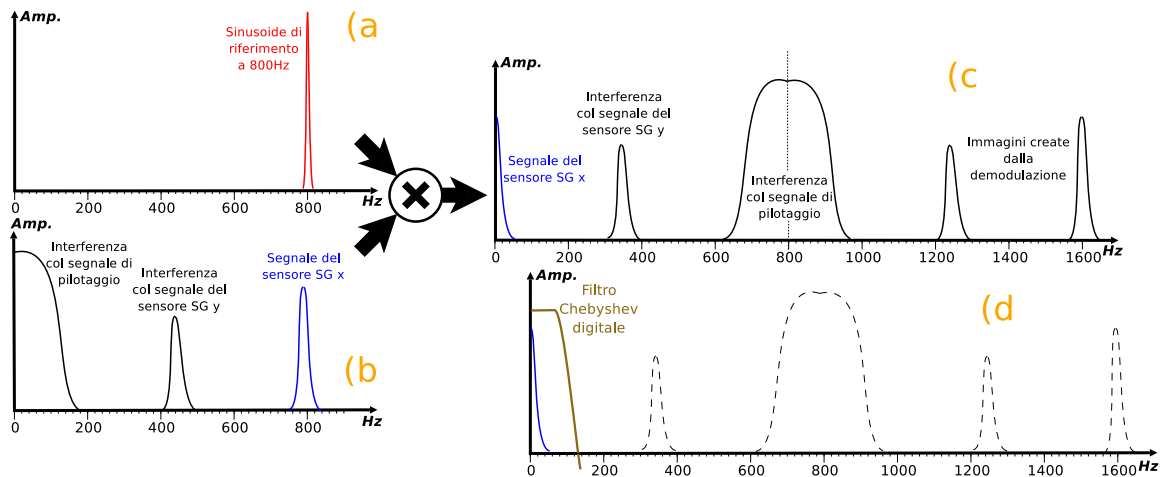


Figura 2.5: Esempio schematico degli spettri in frequenza dei segnali presenti nel circuito analogico/digitale di figura 2.3.

il prodotto tra il segnale trasdotto e la sinusoide di alimentazione. Questa elaborazione di demodulazione riporta in banda base il segnale utile, ne crea un'immagine a frequenza doppia e trasla i segnali di interferenza a frequenze maggiori di $200Hz$ come mostrato in figura 2.5 nel grafico (c). A questo punto, sempre all'interno del modulo

spm_fc, è necessario un filtro passa-basso digitale per ridurre definitivamente ad un valore trascurabile i canali di interferenza presenti a frequenze più elevate e il segnale immagine introdotto dalla demodulazione (figura 2.5 grafico (d)). Il segnale prodotto è lineare con la traslazione e può essere sfruttato come parametro di ingresso in un algoritmo PID. Quest'ultimo fornisce in uscita la tensione di pilotaggio dell'elemento piezoelettrico.

Filtro Digitale

Il filtro passa-basso digitale è sicuramente la parte più critica dell'algoritmo dal punto di vista del requisito real-time perché può richiedere un notevole tempo di calcolo. Dovendo lavorare in ambiente *kernel* l'algoritmo non potrà inoltre utilizzare il calcolo in virgola mobile ma soltanto quello intero. Ad ogni modo quest'ultimo utilizzando opportuni accorgimenti permette di ottenere risultati simili risparmiando tempo di calcolo.

I filtri digitali si dividono in due categorie[18]:

- Finite impulse response (FIR): la cui uscita dipende solo dall'ingresso attuale e da n precedenti ingressi. Per questo motivo la risposta impulsiva è limitata temporalmente.
- Infinite impulse response (IIR): la cui uscita dipende inoltre anche da m precedenti uscite, questi filtri sono anche detti filtri ricorsivi.

Un filtro FIR si realizza facendo la convoluzione tra gli ingressi del filtro (I_t) ed un vettore di coefficienti (c_i) in base alla seguente formula:

$$U_t = \sum_{i=0}^n (I_{t-i} \cdot c_i) \quad (2.4)$$

dove U_t è l'uscita del filtro all'istante t .

Con questo tipo di approccio si può realizzare qualunque tipo di filtro a patto di conoscere la sua risposta impulsiva: infatti quest'ultima viene utilizzata direttamente come vettore di coefficienti. Il tempo di calcolo necessario all'algoritmo è proporzionale al numero dei coefficienti: in linea di principio è possibile ridurre il loro numero

peggiorando però il rendimento del filtro. Per questi motivi è necessario valutare una adeguata lunghezza del vettore per effettuare un compromesso tra velocità di esecuzione e rendimento del filtro.

Diversamente un filtro IIR è realizzato con un algoritmo che sfrutta n precedenti ingressi (I_t) ed m precedenti uscite (U_t) del filtro in convoluzione con un vettore di coefficienti (a_i per gli ingressi e b_i per le uscite) in base alla seguente formula:

$$U_t = \sum_{i=0}^n (I_{t-i} \cdot a_i) + \sum_{i=1}^m (U_{t-i} \cdot b_i) \quad (2.5)$$

Questi filtri permettono un calcolo più veloce a parità di prestazioni rispetto ai precedenti e forniscono una risposta impulsiva infinita con un numero di coefficienti molto ridotto. Tuttavia sono molto meno versatili e meno pratici da utilizzare in aritmetica intera.

Una tipologia di filtri molto adatta per selezionare intervalli di frequenza in un segnale è il filtro Chebyshev. Questo tipo di filtro è stato scelto per essere implementato all'interno dell'algoritmo di controllo e per provarne sia la realizzazione FIR che quella IIR. I parametri caratteristici sono il *ripple* che indica la variazione di amplificazione massima nella banda passante, la frequenza di taglio che viene espressa rispetto alla frequenza di campionamento (può quindi assumere un valore massimo di 0.5) e la *stopband attenuation* che indica l'attenuazione massima a frequenze superiori alla frequenza di taglio.

Un algoritmo IIR che realizza un filtro Chebyshev ad N poli richiede il calcolo di un prodotto di convoluzione a $2N + 1$ coefficienti ($N + 1$ per gli ingressi e N per le uscite precedenti) pertanto il suo tempo di esecuzione, anche per N piuttosto elevato, risulterebbe quasi trascurabile rispetto al tempo totale richiesto dall'esecuzione di un ciclo dell'*interrupt handler*. La versatilità di questi filtri è limitata però dall'insorgenza di instabilità. Ad esempio i coefficienti di convoluzione che vengono utilizzati per realizzare un filtro a 6 poli con *ripple* di 0.5% ed una frequenza di taglio di 0.01 sono riportati in tabella 2.2.

$a_0 = 1.391351 \cdot 10^{-10}$	
$a_1 = 8.348109 \cdot 10^{-10}$	$b_1 = 5.883343$
$a_2 = 2.087027 \cdot 10^{-9}$	$b_2 = -1.442798 \cdot 10^1$
$a_3 = 2.782703 \cdot 10^{-9}$	$b_3 = 1.887786 \cdot 10^1$
$a_4 = 2.087027 \cdot 10^{-9}$	$b_4 = -1.389914 \cdot 10^1$
$a_5 = 8.348109 \cdot 10^{-10}$	$b_5 = 5.459909$
$a_6 = 1.391351 \cdot 10^{-10}$	$b_6 = -8.939932 \cdot 10^1$

Tabella 2.2: Coefficienti di convoluzione per un filtro Chebyshev digitale IIR a 6 poli, con *ripple* 0.5% e frequenza di taglio 0.01. I valori sono stati calcolati con un opportuno programma in linguaggio *BASIC*[18].

La notevole differenza di ordine di grandezza tra i coefficienti a_i applicati agli ingressi ed i coefficienti b_i applicati alle uscite precedenti è evidente. In queste condizioni l'errore di arrotondamento sul calcolo di convoluzione delle uscite precedenti facilmente supera il contributo dovuto alla convoluzione degli ingressi e il filtro non può funzionare. La differenza di ordini di grandezza aumenta all'aumentare del numero dei poli del filtro e all'avvicinarsi della frequenza di taglio ai valori limite 0 e 0.5. Un'approssimazione del massimo numero di poli in funzione della frequenza di taglio per un algoritmo funzionante con variabili a 32 bit è indicata in tabella 2.3.

Frequenza di taglio/Frequenza di campionamento	0.02	0.05	0.10	0.25	0.40	0.45	0.48
Numero massimo di poli del filtro	4	6	10	20	10	6	4

Tabella 2.3: Massimo numero di poli per ottenere un filtro Chebyshev digitale funzionante in funzione della frequenza di taglio nel caso di algoritmi con calcolo a 32 bit.

Approssimandosi a questi valori limite la risposta del filtro comunque peggiora sia dal punto di vista del *ripple* che dalla *stopband attenuation*.

Questo ostacolo può essere superato aumentando la precisione delle variabili utilizzate oppure realizzando il filtro come una cascata di filtri da 2 poli ciascuno.

Per realizzare invece un filtro Chebyshev con un algoritmo FIR è sufficiente calcolare la risposta impulsiva del filtro ideale ed utilizzarla come vettore di coefficienti per la convoluzione. Tale serie di coefficienti sarà infinita e decadrà esponenzialmente verso 0. L'uso dell'aritmetica intera (utilizzando un opportuno fattore di riscalamento) impone di utilizzare un numero limitato di cifre decimali dei coefficienti: per questo motivo il vettore dei coefficienti da un certo coefficiente in poi verrà rappresentato unicamente da valori nulli e la serie infinita potrà essere troncata. Questo primo troncamento influenza in prima approssimazione soltanto il valore della *stopband attenuation* come mostrato in figura 2.6. Successivamente, specie in applicazioni in cui è richiesto il requisito real-time può essere necessario troncane ulteriormente la serie dei coefficienti per ridurre il tempo di calcolo del filtro. In questo caso per evitare un peggioramento sensibile delle caratteristiche del filtro è opportuno applicare alla serie dei coefficienti troncata una finestra Blackman oppure Hamming[18].

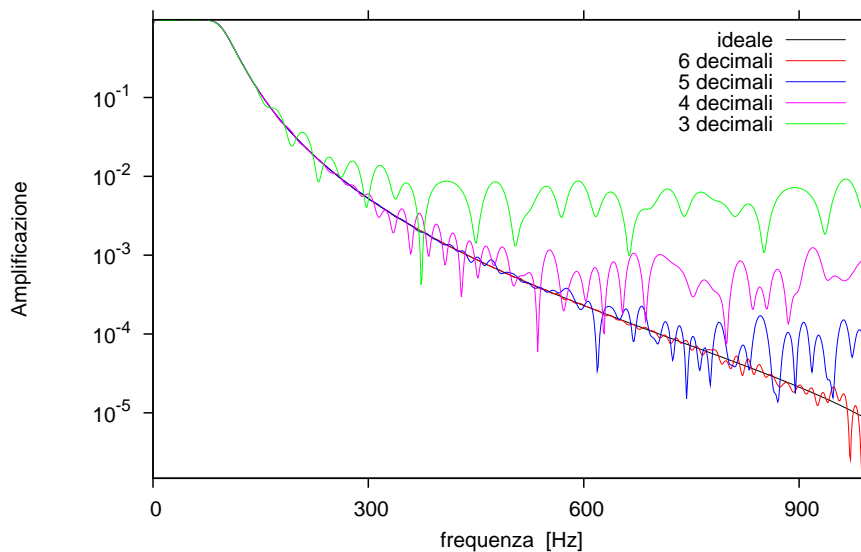


Figura 2.6: Risposta in frequenza di un filtro Chebyshev digitale FIR con una frequenza di taglio pari a 100Hz (frequenza di campionamento 5000Hz), 4 poli, *ripple* 0.5% al variare del numero di decimali al quale è stata troncata la serie dei coefficienti. La *stopband attenuation* si riduce di un fattore 10 ogni decimale in meno.

Nel modulo *spm_fc* realizzato per effettuare SECM ed STM è stato possibile

implementare per entrambi i canali del moto orizzontale sia un filtro Chebyshev a 2 poli IIR con frequenza di taglio $125Hz$ e 0.5% di *ripple* che uno a 6 poli FIR con frequenza di taglio $100Hz$, *ripple* 0.5% e con il vettore dei coefficienti troncato al 221 elemento. Il secondo a causa del maggior numero di poli e della frequenza di taglio più bassa permette una maggior reiezione dei canali di interferenza ma riduce la massima banda passante stabile ottenibile a causa del maggior ritardo di fase introdotto a pari frequenza (per il criterio di stabilità di Nyquist).

In totale nel modulo *spm_fc* sono quindi presenti 3 circuiti di controreazione: due per la linearizzazione del moto sugli assi x e y ed uno per il controllo della quota della sonda.

Misura STM su reticolo di calibrazione

Questo algoritmo di controllo è stato calibrato ed utilizzato sul personal computer della configurazione 7 in tabella 2.1 utilizzando 2 schede di acquisizione DAS-6014 della Measurements Computing. In questa configurazione sono state ottenute delle immagini topometriche STM (figura 2.7) di una regione di un reticolo di calibrazione modello TDG01-AU (NT-MDT, Russia) sia con il sistema di linearizzazione attivo (immagini a destra) che con il sistema di linearizzazione spento (immagini a sinistra). Dalle misure di calibrazione, oltre al notevole miglioramento nella linearità ottenuto, è risultato che il fattore di trasferimento resistenza/distanza dei sensori SG per il traslatore XY flexture *PI - 714.2SL* è:

$$f_{SG} = 83 \cdot 10^{-3} \Omega / \mu m \quad (2.6)$$

2.3.3 Misure dei tempi di calcolo

La misura dei tempi di calcolo necessaria agli algoritmi di controllo viene realizzata con una statistica sulla differenza tra i tempi dell'orologio interno del calcolatore all'inizio ed alla fine dell'*interrupt handler*. Nel grafico 2.8 sono mostrati alcuni istogrammi relativi alla configurazione hardware utilizzata nel precedente paragrafo al variare del

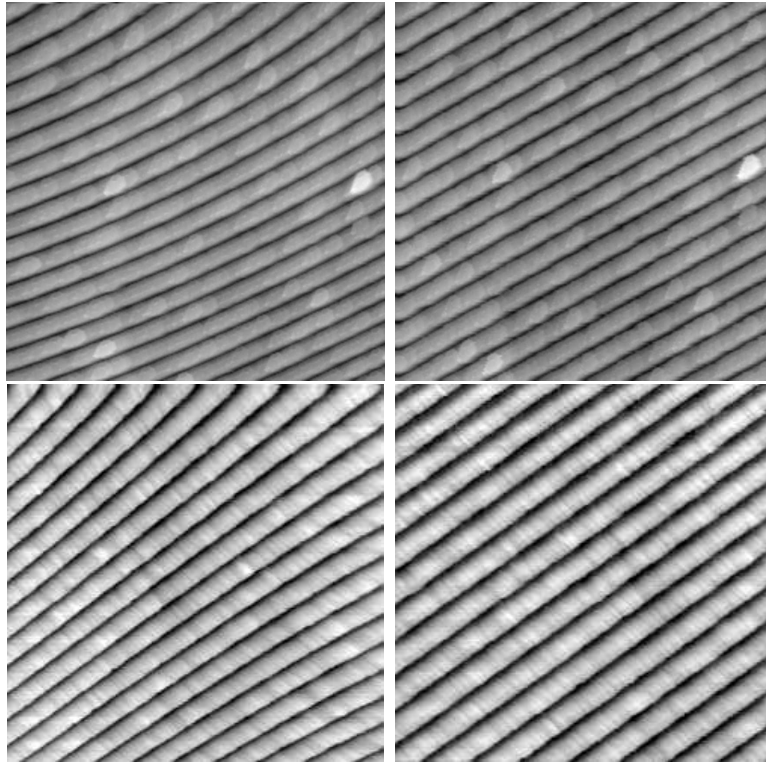


Figura 2.7: Immagini topometriche di un reticolo di calibrazione modello TDG01-AU (NT-MDT, Russia) il cui passo è $278nm$. Le immagini superiori sono state ottenute utilizzando il filtro digitale FIR, le inferiori utilizzando il filtro digitale IIR. Le immagini a destra sono state ottenute con il moto x e y linearizzato con il metodo illustrato, viceversa in quelle a sinistra il moto x e y è stato controllato senza anello di linearizzazione.

modulo *spm_fc* impiegato. Tutte le statistiche sono state effettuate su 6 milioni di campioni.

In un primo caso il modulo *spm_fc* impiegato non realizzava alcun tipo di computazione, pertanto il tempo di calcolo medio riscontrato di $16.5\mu s$ è imputabile principalmente alla sola lettura degli ADC e alla scrittura dei DAC; in questa configurazione hardware non è quindi possibile scendere al di sotto di questo tempo limite.

Successivamente il modulo *spm_fc* impiegato presentava al suo interno l'algoritmo di calcolo due filtri Chebyshev FIR (dello stesso tipo di quelli necessari per la linearizzazione) con la lunghezza del vettore variabile da 221 fino a 3536 coefficienti. Da queste statistiche, come atteso, emerge che il tempo di calcolo necessario a realizzare i prodotti di convoluzione aumenta linearmente con la lunghezza dei vettori e che sono

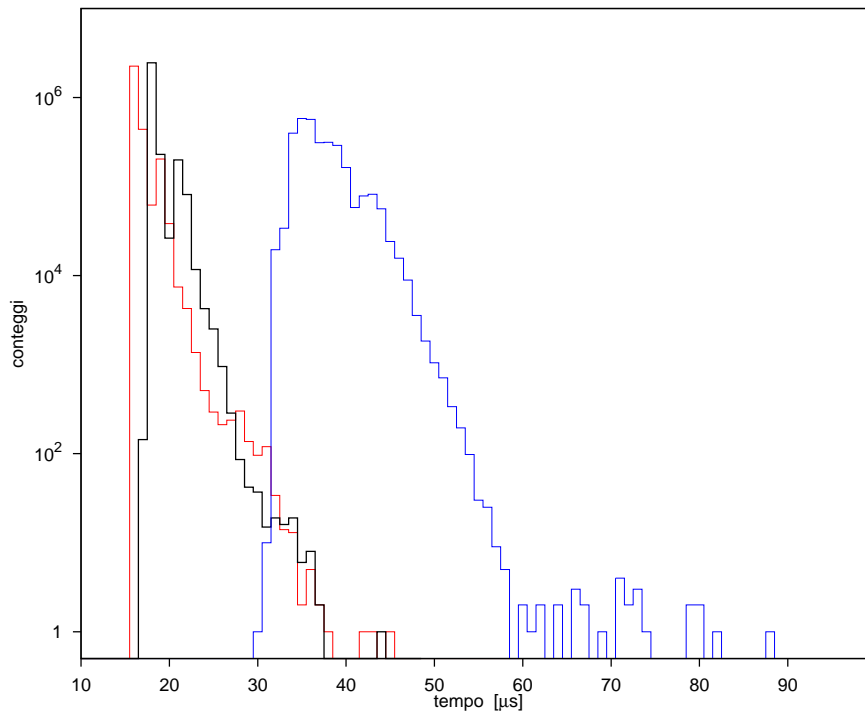


Figura 2.8: Distribuzione dei tempi di calcolo nella configurazione hardware 7 in tabella 2.1 al variare del numero di coefficienti del filtro Chebyshev digitale FIR. Il grafico rosso corrisponde al caso in cui nessuna computazione viene effettuata all'interno del modulo *spm_fc*, il grafico nero è relativo al modulo *spm_fc* utilizzato in SPM con 221 coefficienti, il grafico blu è nella stessa configurazione del nero ma con un numero di coefficienti di 3536.

necessari $2.8ns$ per completare ed accumulare in memoria il risultato di una singola moltiplicazione nella realizzazione del prodotto di convoluzione.

Il tempo di calcolo massimo per la configurazione a 221 coefficienti è di circa $45\mu s$, questo accoppiato ad una latenza massima di circa $60\mu s$ rende ampiamente possibile la realizzazione dell'algoritmo di controllo cadenzato con un periodo di campionamento di $200\mu s$.

Il tempo di risposta medio del sistema di controllo in questa configurazione è invece di $21\mu s$ dati da $2.3\mu s$ medi di latenza e $18.4\mu s$ di tempo di calcolo.

2.3.4 Misura della banda di inseguimento del sistema di controllo

La funzione di trasferimento che lega il parametro di interazione alla distanza sonda-campione in SPM può dipendere dalle condizioni della sonda, del campione e dell'ambiente di misura. Specialmente in SECM può subire variazioni significative anche durante una singola scansione. Queste variazioni influenzano direttamente anche la funzione $B(\omega)$ e indirettamente le grandezze caratteristiche del sistema di controllo quali la banda di inseguimento B_I . In questi casi è molto arduo riuscire ad impostare in modo ottimale i parametri del sistema di controllo senza procedere per correzioni. Uno strumento che permetta di valutare B_I e quindi la velocità di risposta è indispensabile per valutare se il sistema sarà in grado di rispondere in modo sufficientemente veloce alle sollecitazioni della misura permettendo la misura topometrica del campione.

Per misurare la banda di inseguimento B_I è necessario introdurre un segnale con componenti spettrali note all'interno dell'anello di controreazione ed esaminare come queste componenti vengono modificate dal funzionamento del sistema stesso. Per questo motivo, all'interno del modulo *spm_fc* è stata implementata una opzione che permette di aggiungere un segnale detto *chirp* al valore di riferimento che invece normalmente è costante. Il segnale *chirp* è stato sintetizzato all'interno di un vettore di 6024 componenti sommando 10 sinusoidi (ognuna con frequenza doppia rispetto alla precedente ma stessa ampiezza) opportunamente sfasate per non generare fronti troppo ripidi sul segnale risultante. La trasformata di Fourier a tempo discreto di un tale vettore per una frequenza di campionamento di 5kHz presenta un pettine di 10 armoniche da $0.83Hz$ a $425Hz$ equispaziate in scala logaritmica.

Per effettuare la misura la sonda viene portata in vicinanza del campione in modo che si possa instaurare l'interazione e il circuito di controreazione cominci a funzionare. Il parametro controllato (nel caso di SECM o STM è il segnale di corrente acquisito dalla scheda di acquisizione) viene quindi campionato normalmente per un determinato tempo mentre al valore di riferimento viene sommato il segnale di *chirp*. È opportuno effettuare la misura con il moto orizzontale della sonda disabilitato al-

trimenti le asperità eventualmente presenti sul campione potrebbero creare un segnale di interazione aggiuntivo falsando in parte il risultato della misura. La funzione di trasferimento ad anello chiuso $G_C(\omega)$ del sistema di controllo può essere ricavata direttamente esaminando la trasformata di Fourier a tempo discreto del parametro controllato ($Y(\omega)$) come mostrato nei grafici in figura 2.9. In base all'equazione 1.5 si ha che $G_C(\omega) = Y(\omega)/R(\omega)$ (dove, in questo caso, $R(\omega)$ è la trasformata di Fourier a tempo discreto del valore di riferimento con il *chirp* aggiunto). Alle singole frequenze dove sono presenti le armoniche del *chirp* $R(\omega)$ è costante e quindi si ottiene $G_C(\omega) \propto Y(\omega)$. In particolare, come può essere osservato in figura, la $G_C(\omega)$ assume un andamento simile ad un filtro passa-basso con una frequenza di taglio che indica direttamente il valore della banda di inseguimento B_I . Nell'eventualità che il fondo di rumore (visibile in figura 2.9) dello spettro del segnale di corrente risulti paragonabile all'ampiezza delle armoniche presenti nel segnale di *chirp* è possibile incrementare l'ampiezza di quest'ultimo in modo da rendere nuovamente apprezzabile l'andamento della funzione di trasferimento ad anello chiuso.

L'ampiezza dalla banda di inseguimento B_I può essere regolata dall'utente a parità di condizioni di misura variando il parametro K_I dell'algoritmo di PID. La frequenza di taglio della funzione $G_C(\omega)$ del sistema di controllo varia proporzionalmente al parametro K_I .

2.3.5 Misura della dipendenza tra corrente di interazione e distanza sonda-campione

Ulteriori informazioni riguardanti il meccanismo microscopico di interazione tra sonda e campione possono essere ottenute studiando la dipendenza tra la distanza sonda-campione e la corrente di interazione. Attraverso il sistema di controllo con personal computer sono state implementate due modalità di misura per questa grandezza; entrambe richiedono che la sonda, stazionante sopra un punto del campione in esame, venga fatta traslare in verticale per cogliere le variazioni di corrente relative.

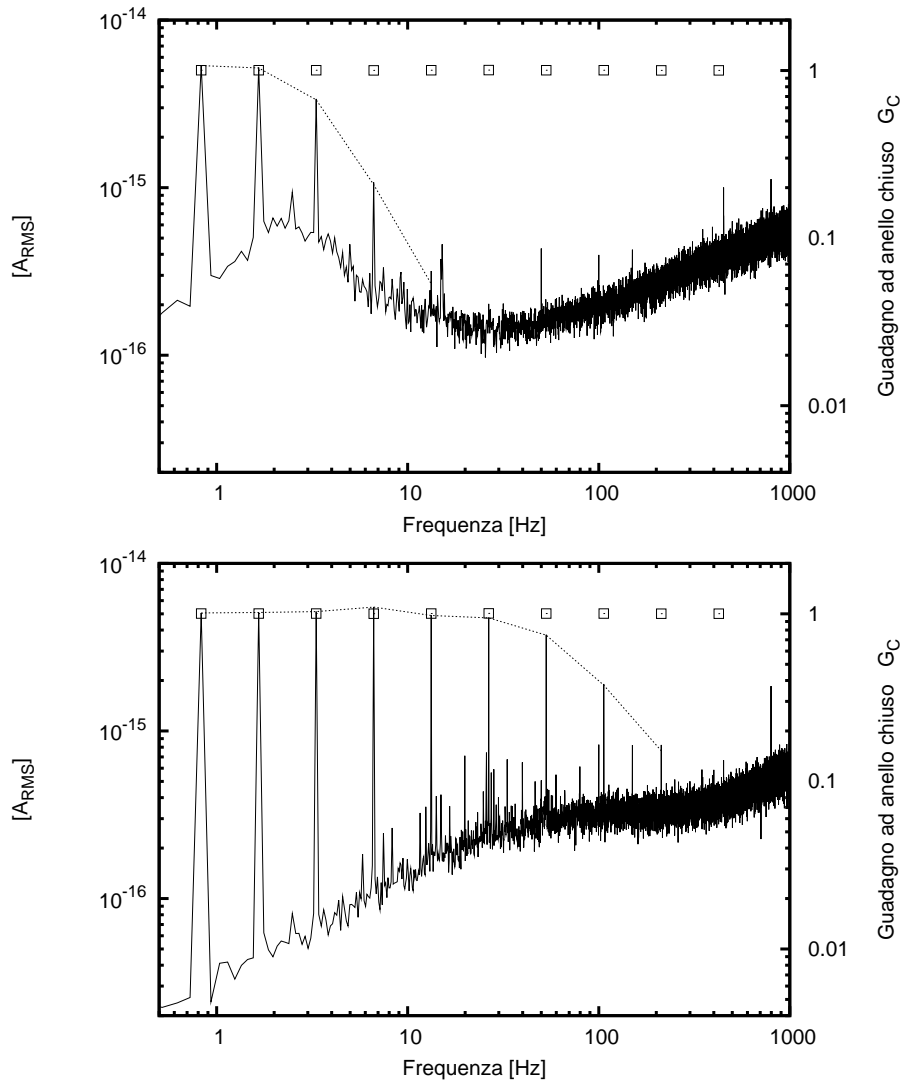


Figura 2.9: Spettri del segnale di corrente (grafici a tratto continuo) durante due scansioni SECM. Al segnale di riferimento è stato sommato il segnale *chirp* le cui componenti armoniche sono evidenziate dai quadrati. Le linee tratteggiate (scala a destra) sono le funzioni di trasferimento $G_C(\omega)$ relative al sistema di controllo nei due casi. Le due misure differiscono soltanto nella zona del campione di mica utilizzato per l’acquisizione e nella sonda impiegata, pertanto la variabilità della banda passante della funzione $G_C(\omega)$ osservata in figura è imputabile soltanto alle variazioni della funzione di trasferimento che lega il parametro di interazione alla distanza sonda-campione.

Nella prima modalità, chiamata “a controreazione spenta”, la sonda viene mantenuta per un certo periodo sopra un determinato punto della superficie del campione sottostante fino a che le derive termiche del moto verticale non sono trascurabili. Questa

prima fase viene effettuata con il circuito di controreazione acceso in modo da mantenere la quota della sonda. La misura vera e propria comincia togliendo il controllo del moto della sonda al circuito di controreazione ed applicando un'onda triangolare alla tensione di pilotaggio del traslatore piezoelettrico z . Acquisendo le variazioni di corrente in funzione della variazione della quota della sonda (come evidenziato in figura 2.10) si ricava quindi la dipendenza distanza-corrente.

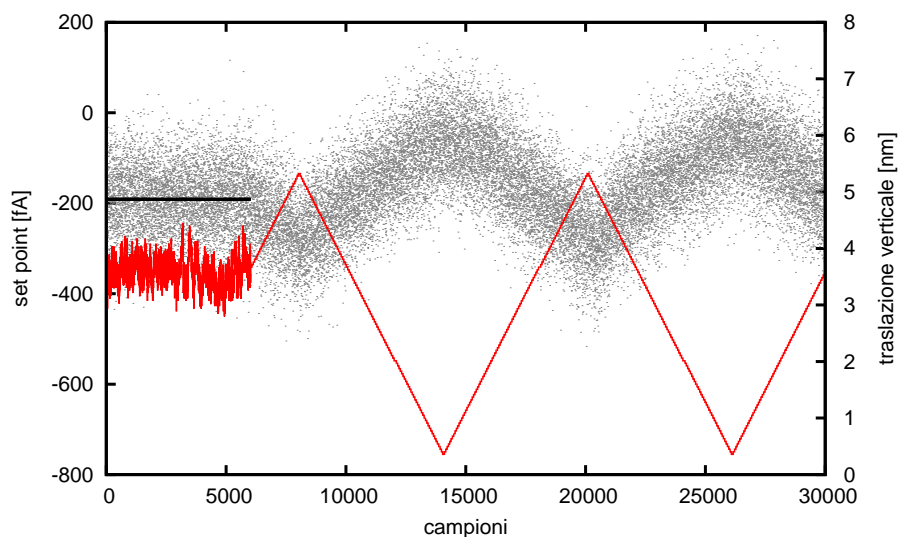


Figura 2.10: Grafico dei segnali in gioco durante la determinazione della dipendenza tra corrente di interazione e distanza sonda-campione nel metodo “a controreazione spenta” realizzato durante una misura SECM su mica sfaldata con una V_{bias} di $-3.2V$ ed una umidità ambientale relativa del 55%. La linea rossa rappresenta la traslazione verticale della sonda (asse y a destra), i punti grigi rappresentano la corrente di interazione (asse y a sinistra) mentre la linea nera rappresenta il *set point* (asse y a sinistra). Il sistema di controreazione è attivo soltanto durante i primi 6000 campionamenti rappresentati.

Il principale vantaggio di questa modalità è che non è influenzata dalla banda di inseguimento del sistema di controllo, non essendo quest'ultimo acceso. Per questo motivo è possibile lavorare con un'onda triangolare a frequenza elevata rendendo più veloce la misura: l'unico limite è dato infatti dalla frequenza di taglio del convertitore corrente-tensione. D'altra parte, il fatto che il sistema di controreazione sia spento rischia di pregiudicare la salvaguardia di sonda e campione. Una sottovalutazione della distanza tra sonda e campione all'inizio della procedura oppure minime derive termi-

che di posizione possono portare ad un impatto ed alla conseguente compromissione della misura. Per questo motivo è solitamente preferibile utilizzare la seconda modalità.

Nella seconda modalità, detta “a controreazione accesa”, il circuito di controreazione viene mantenuto sempre attivo e funziona allo stesso modo che in una normale scansione SPM. Stavolta un segnale ad onda triangolare viene sommato al segnale di riferimento (S_p) che solitamente è invece costante. In questo modo, facendo variare nel tempo il valore di corrente al quale il sistema di controllo fa stabilizzare il microscopio, la tensione di pilotaggio subirà automaticamente le variazioni imposte dal circuito di controreazione fornendo i dati necessari per la determinazione della dipendenza distanza-corrente. La limitazione di questa modalità è che l’onda triangolare deve avere una frequenza sufficientemente inferiore alla banda passante ad anello chiuso del circuito di controllo in modo da dare il tempo al moto verticale del microscopio di seguire le variazioni imposte sul segnale di riferimento. Il risultato di una di queste misure è mostrato in figura 2.11. In questo caso risulta molto facile notare la dipendenza crescente e non lineare tra la traslazione verticale della sonda verso la superficie ed il modulo della corrente di interazione. Queste caratteristiche riscontrabili anche in STM (vedi formula 1.3) sono risultate comuni anche in SECM.

2.4 Differenze tra un sistema di controllo PID analogico ed uno digitale

In base al teorema del campionamento di Nyquist-Shannon, l’informazione contenuta in un segnale non viene persa se lo si campiona ad una frequenza superiore al doppio della massima frequenza spettrale presente nel segnale. Per questo motivo, sotto queste condizioni, un sistema di trattazione di segnali digitale può idealmente replicare con la massima fedeltà il funzionamento del suo equivalente analogico. In realtà la quantizzazione operata dalle conversioni analogico-digitali, il ritardo di risposta del sistema digitale e ulteriori imperfezioni possono comportare delle diversità di comportamento tra un sistema digitale ed uno analogico.

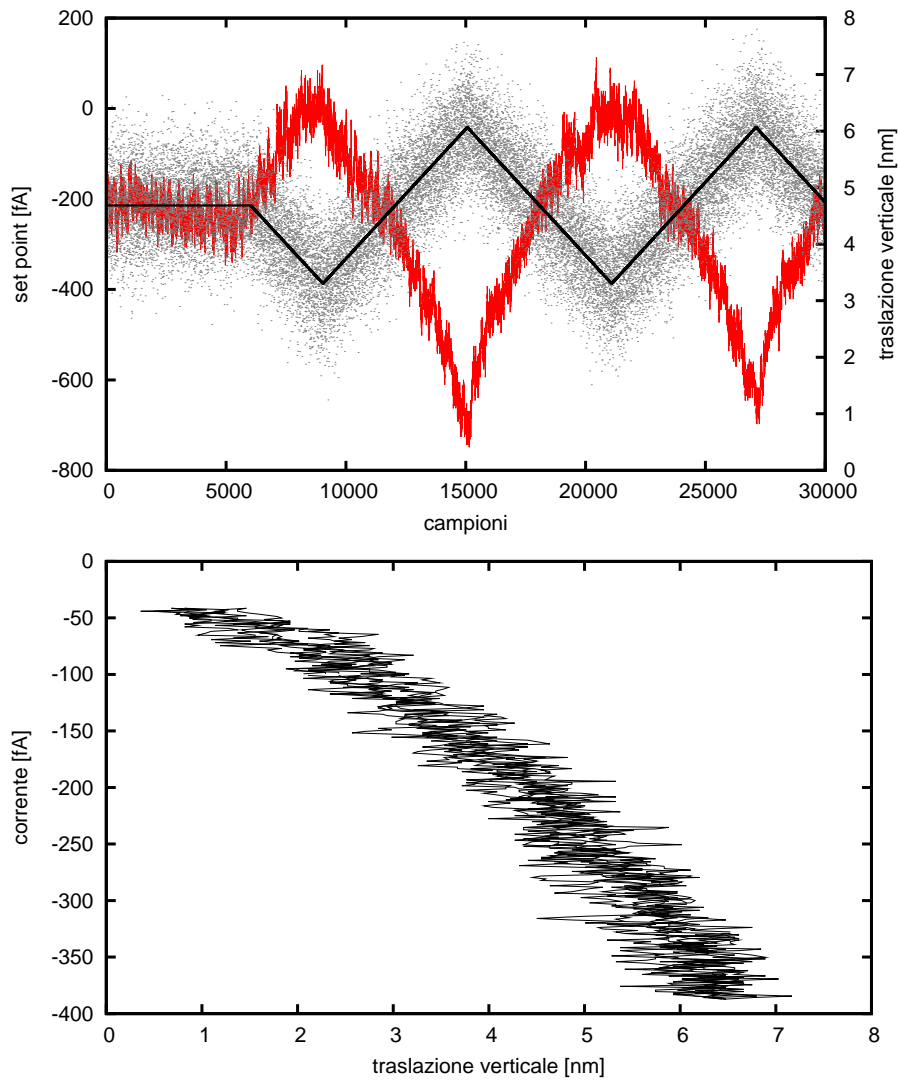


Figura 2.11: Sopra: grafico dei segnali in gioco durante la determinazione della dipendenza tra corrente di interazione e distanza sonda-campione nel metodo “a controreazione accesa” realizzato sullo stesso campione e nelle stesse condizioni ambientali e sperimentali di figura 2.10. La linea rossa rappresenta la traslazione verticale della sonda (asse y a destra), i punti grigi rappresentano la corrente di interazione (asse y a sinistra) mentre la linea nera rappresenta il *set point*. Il sistema di controreazione è attivo per tutta la misura. Sotto: grafico della dipendenza tra corrente di interazione e distanza sonda-campione.

Nel sistema digitale la quantizzazione produce un rumore aggiuntivo sul segnale acquisito che agisce similmente al rumore introdotto dall’elettronica in un sistema analogico. Il rumore introdotto dalla quantizzazione viene valutato diversamente dal rumore dell’elettronica analogica ed il fatto che possa essere trascurato dipende princi-

palmente dalla qualità della scheda di acquisizione utilizzata. La trattazione del rumore introdotto dal sistema digitale verrà discussa in seguito in questa tesi.

Un'altra notevole differenza tra il caso analogico e quello digitale è nel tempo di risposta. Il sistema digitale, come visto in precedenza, presenta un ritardo di risposta dovuto alla latenza ed al tempo di calcolo variabile in funzione della configurazione del personal computer e della complessità dell'algoritmo usato. Questo ritardo compreso tra una ed alcune decine di microsecondi non è presente invece nel caso analogico.

In prima approssimazione questo limita la massima frequenza di campionamento (f_C) alla quale è possibile lavorare con il sistema digitale. Inoltre se il tempo di risposta raggiunge valori particolarmente elevati, confrontati con i tempi caratteristici del moto della sonda, può provocare collisioni con il campione. Nel caso in esame un valore di $f_C = 5kHz$ è comunque più che sufficiente per la corretta acquisizione dei segnali di interazione e, come provato in fase sperimentale, tempi di ritardo di risposta massimi anche dell'ordine di $100\mu s$ non compromettono il funzionamento del sistema data la scarsa velocità di misura. Una conseguenza più critica è invece l'introduzione di un ritardo di fase proporzionale alla frequenza nella funzione di risposta del sistema digitale.

La risposta in frequenza del sistema di controllo ottenuto nella configurazione 7 in tabella 2.1 è stata misurata inviando nell'ingresso ADC della scheda di acquisizione un segnale sinusoidale di ampiezza $1V_{RMS}$ proveniente dal generatore interno di un amplificatore *lock-in* SR830 (Stanford Research Systems). Il segnale elaborato dall'algoritmo PID viene inviato in uscita dai DAC della scheda di acquisizione per essere acquisito nell'ingresso dell'amplificatore *lock-in*. Essendo questa una misura ad anello aperto, è stato necessario modificare leggermente il modulo *spm_fc* in modo che il *set point* venga corretto lievemente ed automaticamente nel corso della misura per evitare la saturazione dell'uscita del sistema di controllo. Questa correzione ha un contributo trascurabile nella determinazione della funzione di trasferimento.

In rosso in figura 2.12 sono mostrati modulo e fase della risposta in frequenza del sistema di controllo in cui si utilizza un algoritmo PID (equazioni 2.2 e 2.3) nel quale è stato attivato soltanto il ramo integrale. Il modulo decresce quindi in modo

inversamente proporzionale alla frequenza. Approssimandosi a $2500Hz$ il grafico del modulo perde linearità a causa della forma matematica utilizzata nel calcolo del ramo integrale. Per quanto riguarda la fase è possibile notare che oltre ai 90° di ritardo introdotti dall'integrazione è presente un'ulteriore ritardo dovuto al tempo di risposta del sistema di controllo ed alla forma matematica del calcolo del ramo integrale. Il ritardo di fase totale in funzione della frequenza può essere descritto dalla seguente formula:

$$\Delta\phi(f) = 90^\circ + 360^\circ \cdot f \cdot \left(t_r + \frac{1}{2f_C}\right) \quad (2.7)$$

dove $\Delta\phi(f)$ è il ritardo di fase espresso in gradi sessagesimali e t_r il tempo di risposta medio del sistema. L'addendo $1/(2f_C)$ presente in questa formula è dovuto al fatto che calcolare il termine incrementale dell'integrale con la media dei due ingressi precedenti, nella cosiddetta approssimazione a trapezio, equivale a calcolare l'integrale con metà tempo di campionamento di ritardo.

Per sistemi di controllo molto veloci che richiedono una banda di inseguimento dell'ordine di $f_C/2$ un tale ritardo di fase può compromettere la stabilità del sistema di controllo in base al criterio di Nyquist. In questi casi la $\Delta\phi(f)$ è un parametro critico ed è opportuno sostituire l'algoritmo di formula 2.3 con il seguente:

$$I_n = I_{n-1} + \epsilon_n \cdot \Delta t \quad (2.8)$$

al quale corrisponde il seguente ritardo di fase:

$$\Delta\phi_2(f) = 90^\circ + 360^\circ \cdot f \cdot t_r \quad (2.9)$$

In nero in figura 2.12 è mostrata la risposta in frequenza del sistema di controllo in cui è utilizzato un algoritmo PID del tipo di formula 2.8.

Per quanto riguarda il lavoro realizzato in questa tesi, il microscopio viene utilizzato con valori della banda di inseguimento B_I che non superano di molto il centinaio di Hertz, pertanto è risultato indifferente utilizzare una versione o l'altra dell'algoritmo.

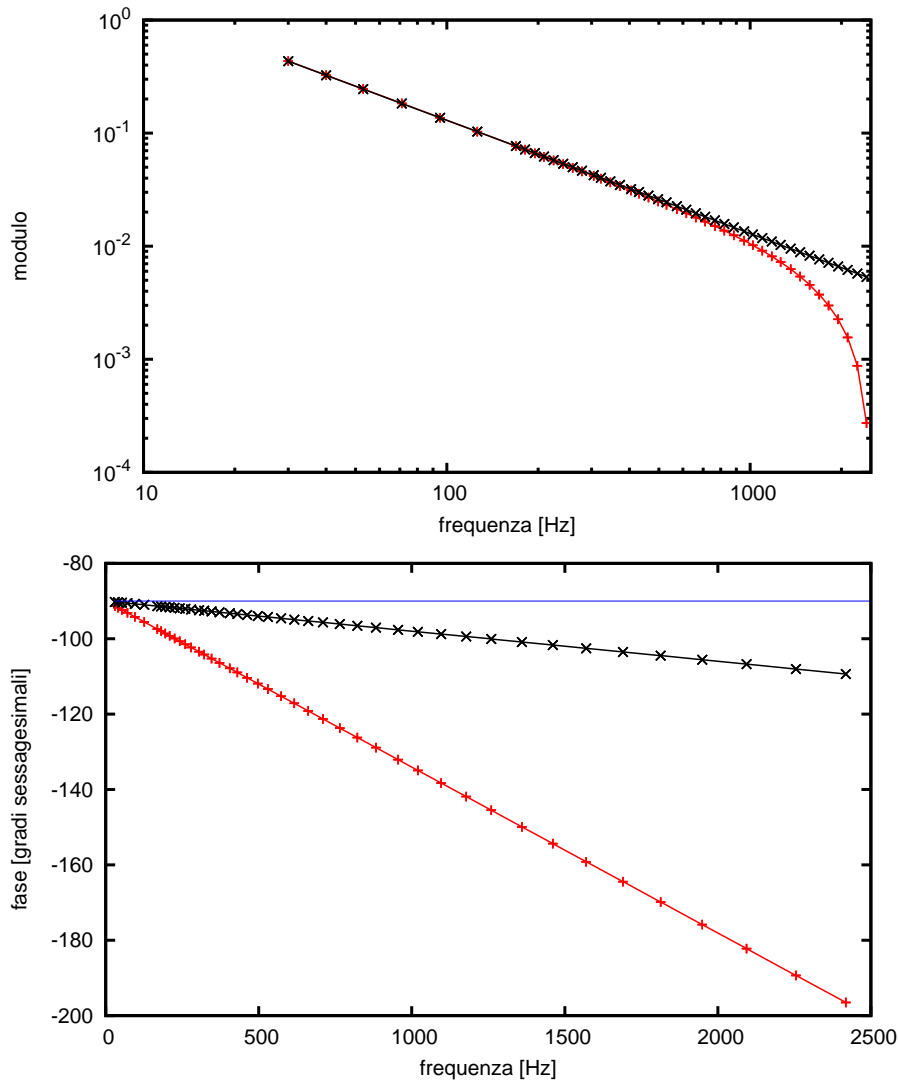


Figura 2.12: Risposta in frequenza del PID del sistema di controllo digitale realizzato. I parametri dell'algoritmo (vedi formula 2.2) sono stati impostati in questo modo: $K_P = 0$, $K_I = 100$, $K_D = 0$. La linea blu nel grafico della fase rappresenta l'andamento della stessa per un integratore ideale. La curva rossa è relativa ad un algoritmo integrale del tipo di formula 2.3, mentre la curva nera è relativa ad un algoritmo integrale del tipo di formula 2.8.

Capitolo 3

Mica muscovite: substrato per SECM

3.1 Spettroscopia dielettrica mica muscovite - sperimentale

L'analisi spettroscopica della conducibilità superficiale della mica è stata effettuata utilizzando lastre di mica di 1.5cm di lato (acquistate dalla SPI supplies), comunemente utilizzate in microscopia. Il campione è stato posto a faccia rivolta verso il basso su due elettrodi filiformi d'oro adagiati in due scanalature parallele incise su un supporto di teflon. La distanza tra gli elettrodi è 0.8cm. Le misure sono state eseguite tramite un amplificatore lock-in che misurava la corrente superficiale in corrispondenza di una polarizzazione alternata degli elettrodi di $1V_{RMS}$ ed in un intervallo di frequenze compreso tra 0.01Hz e 1000Hz. I parametri di misura variabili sono l'umidità ambientale (controllata attraverso soluzioni sature tra 6 e 75 punti percentuale di umidità relativa) e il trattamento superficiale della lastrina eseguito nei quattro seguenti modi:

- Sfaldatura (*trattamento 1*)
- Sfaldatura, lavaggio con H_2O , asciugatura con N_2 (*trattamento 2*)

- Sfaldatura, lavaggio con soluzione salina di $MgSO_4$ 0.1M per almeno 5', risciacquo con H_2O , asciugatura con N_2 (*trattamento 3*)
- Sfaldatura, deposizione di $10\mu l$ di soluzione $MgCl_2$ 1mM + *HEPES* 10mM contenente 2.5pg di composto organico *pBR322*, lavaggio dopo 5' con H_2O , asciugatura con N_2 (*trattamento 4*)⁽¹⁾

La temperatura ambientale è stata stabilizzata a $25^\circ C$. Maggiori dettagli relativi a questa parte sperimentale sono discussi in un lavoro precedente[8].

3.2 Spettroscopia dielettrica mica muscovite - risultati

In figura 3.1 sono mostrati i grafici del modulo e della fase dell'ammettenza complessa $\tilde{G}(f)$ per la superficie di mica a seguito del trattamento 1. Similmente a questo caso anche per gli altri trattamenti possiamo notare le seguenti caratteristiche conduttive. In alta frequenza tutte le curve dei moduli tendono ad allinearsi lungo una retta con pendenza unitaria mentre la fase raggiunge i 90 gradi compatibilmente con un comportamento capacitivo. Riducendo la frequenza la fase diminuisce e la pendenza delle curve dei moduli si riduce. In figura 3.1 si può notare come la fase raggiunga un intervallo in cui è circa costante nei confronti della frequenza, l'ampiezza di questa regione e le frequenze interessate variano al variare dell'umidità: per bassi valori di umidità questa regione è centrata intorno a $0.1Hz$ ed ha un'ampiezza di una decade e mezzo circa, aumentando l'umidità questa regione si riduce in dimensione ed aumenta la frequenza centrale fino a giungere a $10Hz$ (per un'umidità relativa di 75%). Inoltre osservando il limite di bassa frequenza è possibile notare che la fase tende a 0 per umidità elevate mentre per umidità basse permane decrescente. Infine, in alcuni casi, specialmente per

¹la soluzione HEPES è una soluzione tampone, il composto organico *pBR322* (fornito da Sigma) è un DNA plasmidico, un tipo di campione organico comunemente analizzato mediante scansione di sonda.

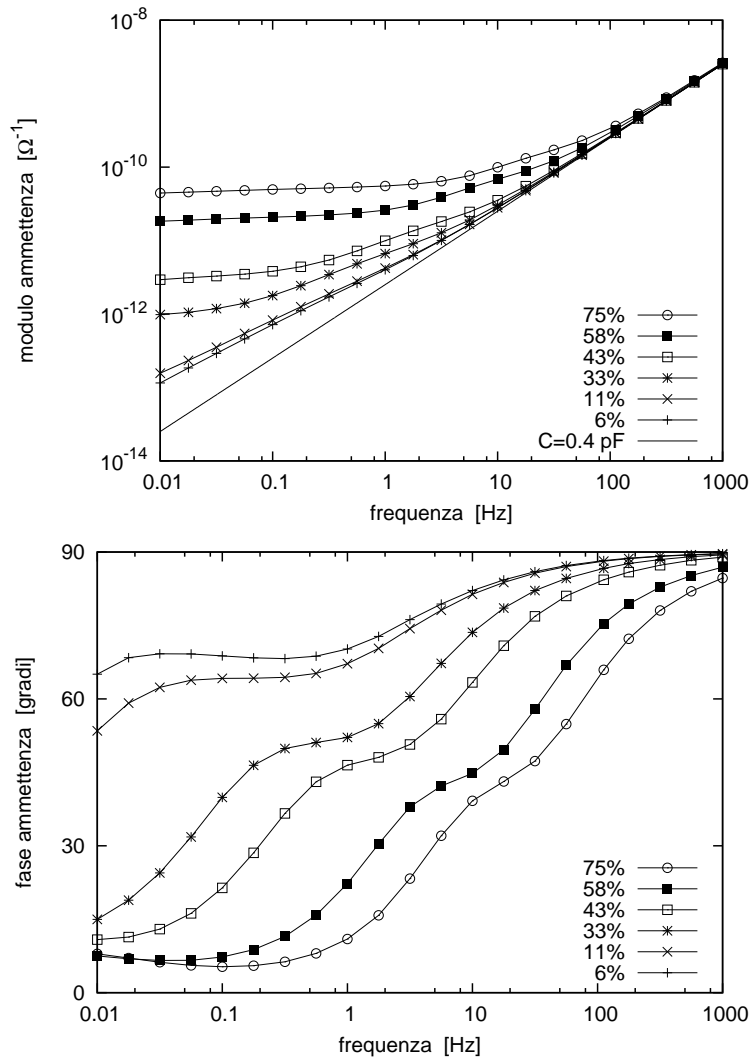


Figura 3.1: Modulo e fase dell'ammittenza della superficie di una lastrina di mica sfaldata. La retta nel grafico del modulo corrisponde ad una capacità di 0.4 pF .

umidità elevate la fase passa per un minimo e poi tende a aumentare nuovamente al calare della frequenza.

L'andamento generale delle curve finora discusso è simile ad altri riportati in letteratura[19][20]. Basandosi sulle caratteristiche riscontrate negli andamenti descritti e sui metodi di trattazione della conduzione nei dielettrici presenti in letteratura è stato possibile realizzare un modello elettrico ed una relativa formula analitica per descrivere la conducibilità superficiale della mica in funzione della frequenza. Innanzitutto l'andamento capacitivo in alta frequenza e quello resistivo in bassa frequenza richiedono

la presenza di una capacità (C) e di una resistenza (R) poste in parallelo. La costanza dell'asintoto in alta frequenza segnala che il parametro C rimane praticamente costante al variare dell'umidità, viceversa la resistenza dipende notevolmente dall'umidità. Il comportamento alle frequenze intermedie suggerisce invece la presenza di un elemento dispersivo del tipo riportato da Chaudry e Jonscher [20] da porre in parallelo agli altri due già citati. Definendo la capacitanza complessa nei suoi contributi reale ed immaginario:

$$\tilde{C}(\omega) = C'(\omega) - jC''(\omega) = \tilde{G}(\omega)/j\omega \quad (3.1)$$

e supponendo che segua la legge universale dei dielettrici [21]:

$$C'(\omega) = \tan \frac{n\pi}{2} C''(\omega) \propto \omega^{n-1} \quad (3.2)$$

con $j = \sqrt{-1}$, $\omega = 2\pi f$ e $0 < n < 1$. L'elemento dispersivo equivalente in termini di ammettenza complessa risulta:

$$\tilde{G}(\omega) = j\omega\tilde{C}(\omega) = a \omega^n \left(1 + j \tan \frac{n\pi}{2} \right) \quad (3.3)$$

con a costante reale. Un solo elemento elettrico di questo tipo non è però sufficiente per la corretta descrizione della conducibilità superficiale della mica. Nel caso in esame il parametro n infatti varia sensibilmente decrescendo in alta frequenza. In letteratura sono discussi modelli fenomenologici in cui è prevista una dipendenza tra n ed ω [22] di tipo però crescente che non si adattano a quanto riscontrato in questo lavoro. Per questo motivo è stato ritenuto opportuno introdurre due elementi (J' e J'') del tipo di formula 3.3 in modo da tener conto della variazione di n nei vari intervalli di frequenza. Dalla curvatura che assumono i grafici della parte reale dell'ammettenza riportati in figura 3.3 segue inoltre che questi due elementi devono essere posti in serie l'uno all'altro e non in parallelo (altrimenti il modello descriverebbe comunque una dipendenza crescente tra n ed ω). Il modello elettrico completo è illustrato in figura 3.2 ed ha un'ammettenza complessa totale di:

$$\tilde{G}(\omega) = S + j\omega C + \left[\frac{1}{a_1 \omega^{n_1} \left(1 + j \tan \frac{n_1\pi}{2} \right)} + \frac{1}{a_2 \omega^{n_2} \left(1 + j \tan \frac{n_2\pi}{2} \right)} \right]^{-1} \quad (3.4)$$

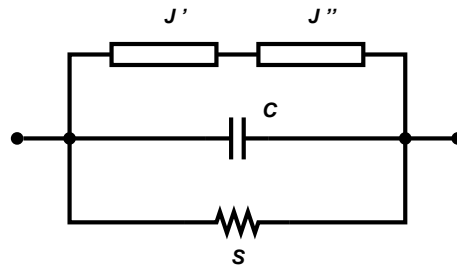


Figura 3.2: Modello elettrico equivalente utilizzato per la descrizione della conducibilità superficiale della mica.

dove $S = 1/R$. Ognuno dei due elementi dispersivi è caratterizzato da due parametri: il fattore di scala a e l'esponente della potenza n che deve assumere un valore compreso tra 0 e 1. In totale il numero dei parametri del modello è 6 (S, C, n_1, a_1, n_2, a_2). Questo non è un numero piccolo ma non è stato possibile ottenere una corretta descrizione della conducibilità superficiale utilizzando un minor numero di parametri; solo in particolari condizioni sperimentali i dati ottenuti rendevano possibile l'uso di un modello elettrico con un solo elemento J al posto di J' e J'' .

Per questo tipo di misure in letteratura solitamente l'analisi dei dati viene realizzata in due fasi. Nella prima vengono sottratti gli andamenti asintotici capacitivi e resistivi in alta e bassa frequenza rispettivamente. Solo in una seconda fase vengono analizzati i comportamenti degli eventuali elementi dispersivi presenti.

Alternativamente in questo lavoro è stato effettuato un fit contemporaneo di tutti e sei i parametri su ogni curva corrispondente ad i 4 trattamenti ed ai vari valori di umidità relativa. Questa procedura dovrebbe produrre risultati meno polarizzati delle precedenti specialmente nel caso in cui non vi sia un andamento asintotico chiaro.

Il fit ai minimi quadrati è stato realizzato utilizzando l'algoritmo non lineare di Marquardt-Levenberg implementato nel pacchetto software *GNUPLOT*. La parte reale e parte immaginaria dell'ammettenza complessa $\tilde{G}(f)$, poste nella forma $\log_{10}[G'(\log_{10} f)]$ e $\log_{10}[G''(\log_{10} f)]$, sono state accorpate in un'unica funzione. La scelta di utilizzare i logaritmi dell'ammettenza in questa funzione è stata fatta perché l'errore sperimentale relativo sui dati è approssimativamente costante al variare della frequenza. Questa costanza è stata realizzata impostando opportunamente l'amplifi-

catore lock-in ed aumentando i tempi di misura per i valori più bassi di ammettenza. L'utilizzo del logaritmo della frequenza è dovuto all'equispaziatura logaritmica delle frequenze usate in fase sperimentale.

Attraverso la procedura di fit sono quindi stati ottenuti i sei parametri in funzione dell'umidità ambientale per i 4 trattamenti della superficie della mica. In alcuni casi uno dei due elementi dispersivi diveniva trascurabile rispetto all'altro oppure n_1 ed n_2 risultavano coincidenti rendendo impossibile la convergenza del fit. Il problema è stato risolto ripetendo il fit con un solo elemento dispersivo sul set di parametri ridotto S , C , n_1 , a_1 . Inoltre, specie nei casi ad elevata umidità, la presenza di un minimo nei grafici della fase dell'ammettenza complessa è stata reputata indice dell'insorgenza di fenomeni di polarizzazione agli elettrodi alle frequenze inferiori al minimo come già riportato in altri casi in letteratura[23]. La maggior prova a favore di questa ipotesi è stata ottenuta ripetendo le misure con la tensione del generatore incrementata a $5V_{RMS}$ rispetto ad $1V_{RMS}$ normalmente usato. Soltanto nei punti in questione è stata riscontrata un'ammettenza diversa indice della non linearità comune ai fenomeni di polarizzazione. I dati sperimentali con presenza di polarizzazione agli elettrodi (quelli evidenziati con un cerchietto in figura 3.3) sono stati scartati in quanto la polarizzazione agli elettrodi non è un fenomeno direttamente legato alla conducibilità superficiale della mica e avrebbe richiesto una ulteriore complicazione del modello elettrico utilizzato nel fit.

Tutti i dati sperimentali sono mostrati in figura 3.3 divisi in parte reale e parte immaginaria di $\tilde{G}(f)$; le linee rappresentano la funzione 3.4 con i parametri ottenuti dal fit. Gli errori sperimentali sono inferiori all'1% e non sono mostrati in quanto risulterebbero più piccoli dei simboli utilizzati. I risultati del fit per i 6 parametri sono invece mostrati in figura 3.4 in funzione del trattamento superficiale e dell'umidità relativa.

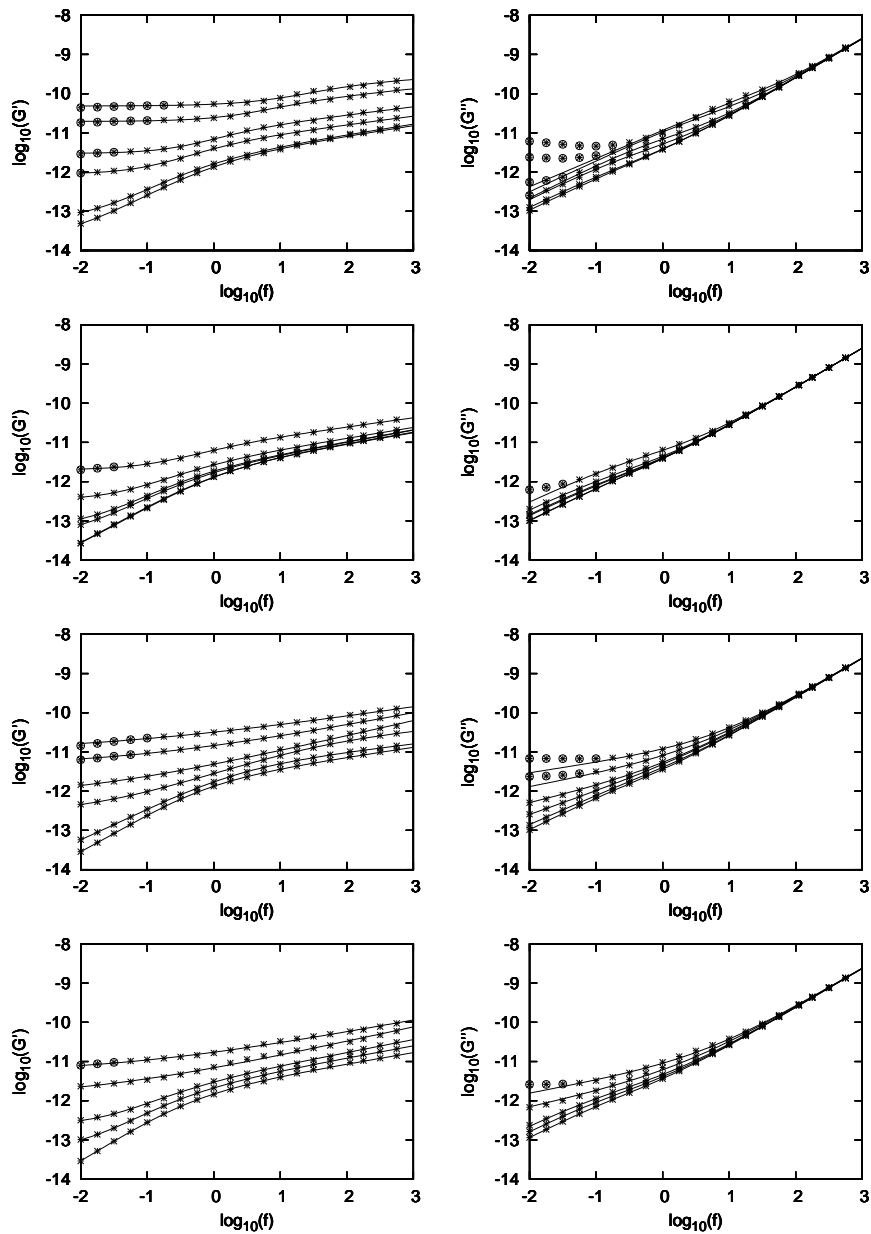


Figura 3.3: Parte reale (colonna di destra) e parte immaginaria (colonna di sinistra) dell'ammittenza della superficie di mica. I punti rappresentano i dati sperimentali mentre le curve sono i risultati del fit sulla funzione 3.4. I grafici si riferiscono dall'alto verso il basso al trattamento superficiale 1, 2, 3 e 4 rispettivamente. All'interno di ogni grafico, dall'alto verso il basso le linee corrispondono alle seguenti umidità relative ambientali: 75%, 58%, 43%, 33%, 11% e 6%. Nel trattamento 4 non sono presenti le curve relative all'umidità relativa 6%, mentre nel trattamento 2 le curve relative ad una umidità di 6% ed 11% sono sovrapposte. I punti cerchiati non sono stati usati nel fit.

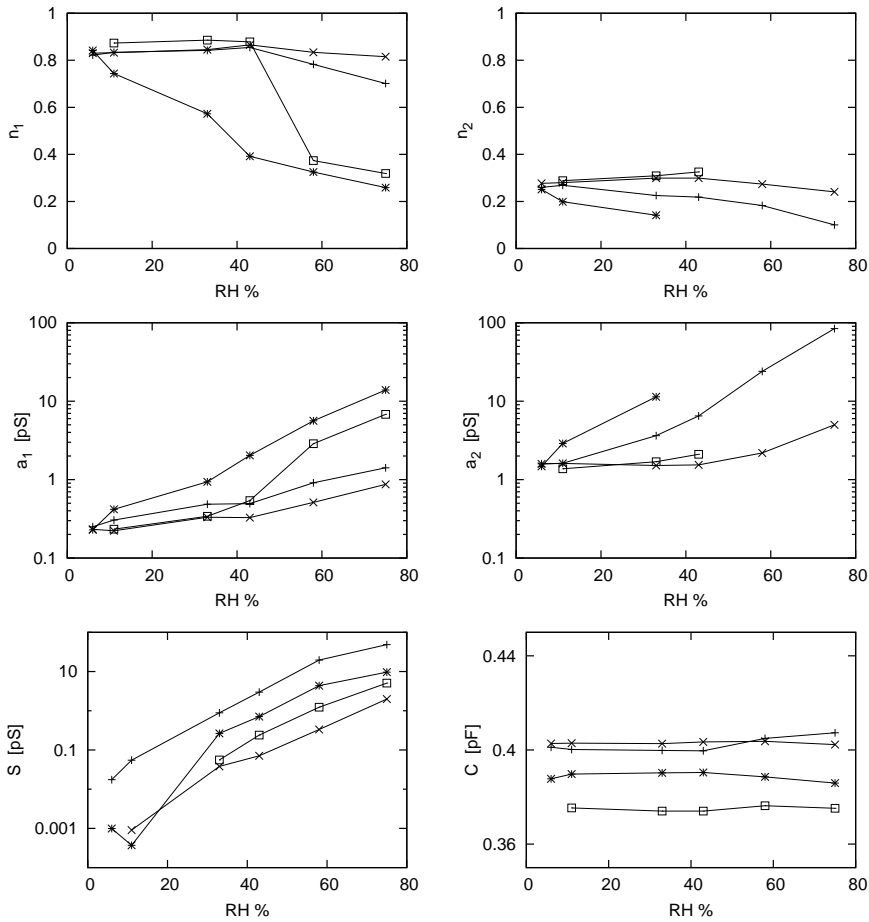


Figura 3.4: Grafici dei valori ottenuti per i sei parametri del fit (n_1 , n_2 , a_1 , a_2 , S e C) in funzione dell'umidità relativa. I punti contrassegnati con la croce si riferiscono al trattamento 1, quelli contrassegnati con la "x" al trattamento 2, quelli contrassegnati con l'asterisco al trattamento 3 e quelli contrassegnati col quadrato al trattamento 4.

3.3 Spettroscopia dielettrica mica muscovite - discussione

Il modello elettrico utilizzato per la realizzazione del fit è stato scelto in base a considerazioni legate alla forma dei dati sperimentali. È possibile analizzare i risultati del fit per i 6 parametri e dare un significato fisico agli elementi del modello proposto.

La possibilità che il termine capacitivo C sia dovuto alla capacità tra i due elettrodi paralleli d'oro è già stata evidenziata in precedenza. Una ulteriore prova a favore è ottenibile andando ad effettuare una misura di conducibilità dopo aver rimosso la lamina

di mica dal sistema. In questo caso i dati evidenziano la presenza di una capacità pura di valore compatibile con il valore di C ottenuto a seguito del fit. C è pressoché costante in funzione dell'umidità e varia leggermente al variare del trattamento superficiale. Questa variazione è dovuta alle lievi variazioni di posizione relativa degli elettrodi a seguito della loro pulizia effettuata ogni volta che un nuovo campione di mica veniva trattato per effettuare le misurazioni di conducibilità.

La conduttanza S tiene conto dei contributi di tutte le specie ioniche presenti nello strato di adsorbimento superficiale ed ha un andamento esponenziale con l'umidità relativa. Questo è caratteristico dei materiali idrofilici [24] come la mica e fornisce la prova che la maggior parte della conduzione superficiale in corrente continua è dovuta alla presenza di acqua. Pertanto il meccanismo dominante di conduzione deve essere quello del trasferimento del legame idrogeno noto anche come meccanismo a catena di Grotthuss[25].

La presenza dei due elementi dispersivi J' e J'' va interpretata nell'ambito della deriva di carica superficiale. In letteratura sono presenti vari modelli fenomenologici che giustificano la legge universale dei dielettrici e l'equazione 3.3: tra i più significativi il *partial counterions screening model*[26]. In questo modello il valore del parametro n associato ad un elemento dispersivo J è direttamente legato all'effetto dissipativo associato alla nube di carica di schermo elettrostatico dei controioni che seguono il portatore di carica nel suo moto. Un diagramma che illustra questo effetto è mostrato in figura 3.5. n può assumere valori compresi tra 0 e 1. Per valori elevati di n (come nel caso del parametro del fit n_1) il modello prevede la presenza di uno schermo di lieve entità, mentre nel caso di n basso (come per quanto riguarda n_2) il modello ne prevede uno di entità elevata. I valori ottenuti per n_1 e per n_2 attraverso il fit sono rispettivamente vicini a 0.8 e 0.2 e non variano molto nei confronti dell'umidità relativa. Questo indica la presenza di due modalità di trasporto di carica alle quali è associato uno schermo di carica di entità diversa. È quindi possibile ipotizzare l'esistenza di due modi diversi di adsorbimento dell'acqua sulla superficie di mica ognuno dei quali sia dotato di una diversa capacità di schermo. La presenza sulla superficie di mica di un sottile strato di adsorbimento acquoso dello spessore di circa 2\AA per un'umidità relati-

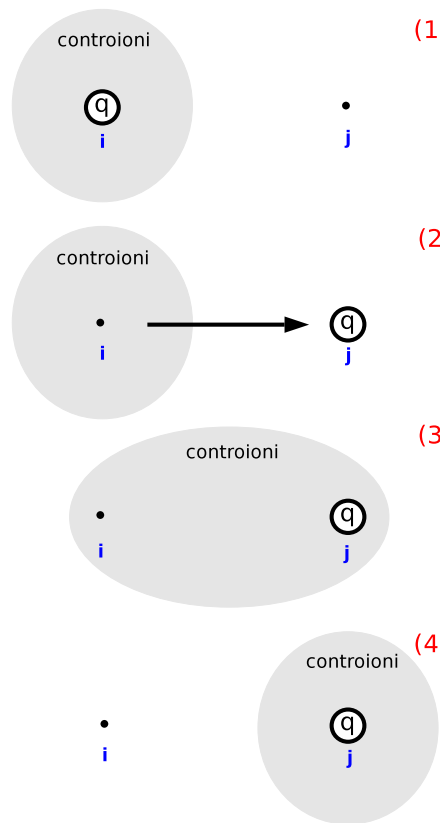


Figura 3.5: Diagramma che illustra il moto di una carica q e della relativa nube di parziale schermo elettrostatico formata dai controioni nel *partial counterions screening model*. ((1) La carica q è localizzata nel punto i circondata dalla nube di schermo; ((2) la carica q si sposta sotto l'effetto del campo elettrico esterno nella posizione j ; ((3 e (4) la nube di controioni segue la carica q e si riassetta nella nuova posizione di equilibrio. Il moto dello schermo elettrostatico dissipa in parte l'energia fornita dal campo elettrico.

va di 50% è stato provato attraverso misure ellissometriche[27]. È possibile considerare questo strato come un mezzo conduttivo quasi-bidimensionale (infatti è composto solo da pochi strati molecolari di acqua) dove i portatori di carica responsabili della conduzione sono solo lievemente schermati dai controioni per motivi geometrici a causa del minimo spessore dello strato. Questo modo di adsorbimento “sottile” dell’acqua sulla superficie è descritto dall’elemento dispersivo caratterizzato dal parametro n_1 .

Una seconda modalità conduttiva è necessaria per giustificare il secondo elemento dispersivo. In letteratura è stato dimostrato che la perturbazione della punta di una sonda per microscopia a scansione può indurre coalescenza di aggregati di

acqua “spessi” anche parecchi nanometri al di sopra dello strato di adsorbimento “sottile” [28][29][30]. È possibile supporre che questi aggregati possano venire innescati anche da altri tipi di perturbazioni quali impurità superficiali o fluttuazioni termodinamiche. Lo schermo Coulombiano in queste regioni è sicuramente più elevato a causa del maggiore spessore dello strato di acqua. Questo comporta un valore basso per il parametro n del modello *partial counterions screening* come nel caso di n_2 .

A causa dell’eterogenea distribuzione ipotizzabile per gli aggregati acquosi la corrente superficiale sulla mica si troverà a passare per entrambi i tipi di regioni di adsorbimento, questo giustifica il fatto che i due elementi dispersivi siano posti in serie nel modello elettrico.

I parametri a_1 e a_2 descrivono le variazioni di contributo delle ammettenze relative agli elementi dispersivi, entrambe tendono ad aumentare in funzione dell’umidità relativa. L’ammettenza della regione “sottile” aumenta perché, progressivamente, all’aumentare dell’umidità la sua superficie si riduce venendo coperta dalla regione “spessa”. Viceversa l’ammettenza della regione “spessa” aumenta a causa principalmente di un suo presumibile aumento di spessore che controbilancia l’effetto dovuto all’aumento di superficie. In taluni casi riguardanti le alte umidità per i trattamenti 3 e 4 è stato necessario realizzare il fit con un solo elemento dispersivo J come sottolineato in precedenza. In queste condizioni sono stati ottenuti dei valori del parametro n bassi (riportati nel grafico di n_1 in figura 3.4) compatibili con lo strato di adsorbimento “spesso”. Dal punto di vista fisico è possibile supporre che lo strato di adsorbimento “spesso” sia così esteso da aver quasi ricoperto completamente lo strato “sottile” sottostante che non è quindi più rilevabile nel fit. Questa maggior capacità di attrarre liquido in superficie posseduta dalla mica trattata nelle modalità 3 e 4 è probabilmente legata alla presenza degli ioni Mg^{++} . Essi infatti hanno carica doppia rispetto agli ioni potassio nativi che hanno rimpiazzato e permettono una maggiore adesione elettrostatica delle molecole d’acqua.

La tendenza generale di lieve diminuzione dei valori di n_1 ed n_2 all’aumentare dell’umidità può essere giustificata considerando un lieve aumento dell’effetto di schermo elettrostatico dei controioni reso possibile da un lieve ispessimento di entrambi i tipi di

regioni in gioco.

Infine in condizioni di bassa umidità può essere notato come per tutti i trattamenti superficiali realizzati tutti i parametri del fit convergono a valori molto simili. Le differenze tra i vari trattamenti appaiono soltanto aumentando l'umidità ambientale quando è più probabile la creazione degli aggregati "spessi". Ciò è una prova che la maggior differenza riscontrata tra i vari trattamenti consiste in una diversa capacità di creazione degli aggregati all'aumentare dell'umidità.

3.4 Adsorbimento superficiale di acqua e microscopia SECM

Il fenomeno dell'adsorbimento dell'acqua sulla superficie di mica è uno degli aspetti che influenzano maggiormente il funzionamento di una misura SECM: l'ottenimento di condizioni superficiali ottimali è un requisito fondamentale per ottenere topometrie ad alta risoluzione.

Valori di umidità ambientale troppo elevati permettono l'adsorbimento di un notevole strato d'acqua sulla superficie della mica consentendo agevolmente la creazione di una corrente di interazione sufficiente per la misura. D'altra parte però possono insorgere oscillazioni verticali dovute alla presenza di un menisco acquoso tra la sommità della sonda ed il substrato sottostante che rendono impossibile la realizzazione della misura. Diversamente valori troppo bassi di umidità aumentano il rischio di un calo della corrente massima che può essere sostenuta sulla superficie di mica oltre il limite necessario per la realizzazione della scansione. In tal caso un impatto tra la sonda ed il campione è inevitabile.

Sperimentalmente è stato osservato che condizioni ottimali di misura per il trattamento 4 vengono tipicamente ottenute in condizioni di umidità ambientale relativa compresa tra 40% e 55%. In questo intervallo, come discusso nel precedente paragrafo, possono coesistere i due metodi di adsorbimento acquoso su mica oppure può avvenire la transizione in cui permane il solo metodo di adsorbimento "spesso" caratterizzato

da un valore di n basso. È stato inoltre provato che la conducibilità della superficie di mica subisce una lieve diminuzione con il passare del tempo dal momento del trattamento a causa presumibilmente di reazioni che avvengono con l'aria circostante. Questo fenomeno ha una costante di tempo dell'ordine di alcuni giorni ma non influisce sensibilmente sull'esito delle misure SECM.

3.4.1 Menisco tra sonda e substrato acquoso

Pur lavorando nell'intervallo di umidità riportato, il fatto di non poter riprodurre perfettamente alcuni fattori quali disomogeneità dovute al trattamento della superficie di mica, le condizioni ambientali prima di una misura e soprattutto la forma e le caratteristiche dell'apice della sonda rendono possibile condizioni microscopiche incompatibili con una misurazione SECM.

Spesso, specialmente utilizzando valori elevati di umidità, durante una scansione SECM è presente un'oscillazione verticale della sonda facilmente riscontrabile a livello sperimentale. Questa oscillazione, che avviene a frequenze troppo basse per essere spiegata come una instabilità del circuito di controllo, viene invece giustificata ipotizzando la presenza di un menisco acquoso tra sonda e substrato. Non appena la sonda giunge in contatto con la superficie idratata della mica una certa quantità di acqua risale sulla sonda creando un menisco ed un repentino incremento della corrente di interazione (punto *a* in figura 3.6). Il circuito di controreazione, ricevendo un segnale elevato, tenta di riportare la corrente al valore di riferimento ritraendo la punta (zona *b* in figura 3.6). Durante questa fase il menisco resta attaccato alla sonda e la corrente permane a valori elevati. Quando la ritrazione della punta è sufficiente il menisco si stacca improvvisamente riportando la corrente di interazione a zero (punto *c* in figura 3.6). A questo punto il circuito di controreazione fa avvicinare nuovamente la sonda al campione (zona *d* in figura 3.6) ed il ciclo si ripete producendo un moto verticale continuo ad onda triangolare che deteriora irrimediabilmente la risoluzione della topometria. In questi casi la funzione che lega corrente di interazione e distanza sonda-campione presenta un ciclo di isteresi come mostrato in figura 3.7.

È molto difficile trovare un valore del riferimento di corrente S_p per poter effettuare

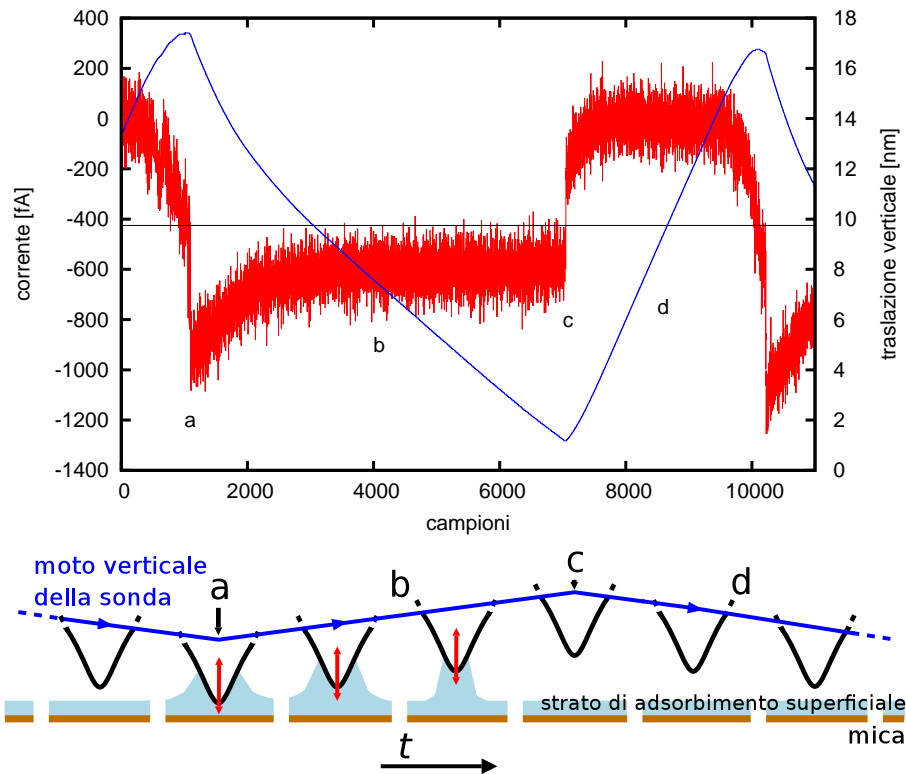


Figura 3.6: Sopra: andamento temporale della corrente di interazione (grafico rosso, asse dei valori y a sinistra) e della traslazione verticale (grafico blu, asse dei valori y a destra) per una scansione SECM su mica trattata con il trattamento 1. In nero è riportato il valore della corrente di riferimento $S_p = -425 fA$, inoltre $V_{bias} = -4.2V$, l'umidità ambientale relativa è 43% ed è stata usata una frequenza di campionamento di $5kHz$. Valori elevati di traslazione verticale corrispondono alla sonda vicina alla superficie del campione. Sotto: moto della sonda sopra la superficie quando è presente l'effetto del menisco.

microscopia in queste condizioni, infatti, nel caso appena esaminato in figura, a tutta la regione dei valori compresi tra 100 e $1500pA$ non corrisponde nessun valore di distanza sonda-campione stabile a causa dell'isteresi. In base a queste considerazioni è comunque possibile tentare due approcci diversi al problema. In un primo caso è possibile lavorare con correnti elevate permanendo nella fase con il menisco attaccato (zona a in figura 3.7). Però sia la dipendenza tra corrente di interazione e distanza molto blanda che l'elevata possibilità di un urto tra sonda e campione rendono impraticabile la misura nella maggior parte dei casi. Viceversa lavorare con correnti basse (zona b in figura 3.7) è difficoltoso perché il moto verticale prodotto dal rumore sul segnale di pilotaggio

del traslatore verticale è nella maggior parte dei casi sufficiente a dare origine alla formazione di un menisco. Inoltre, anche in questo caso, la dipendenza tra corrente di interazione e distanza è molto blanda.

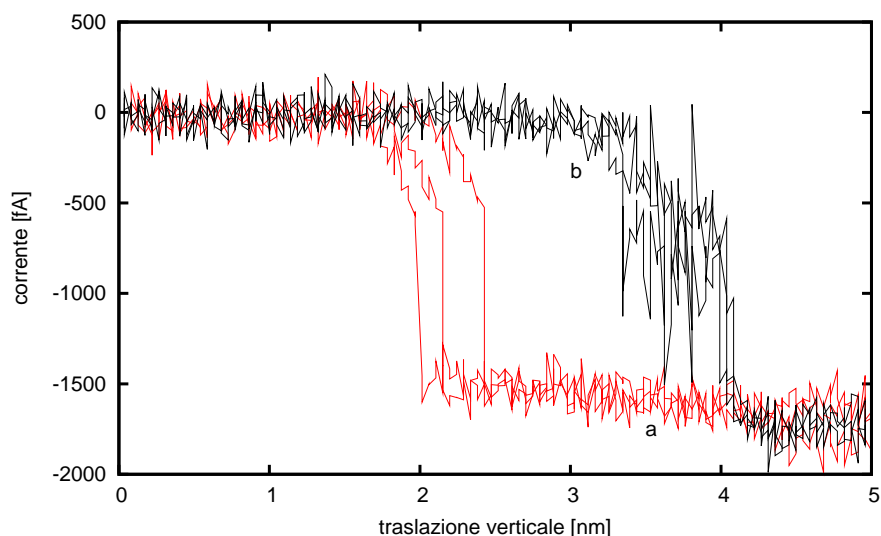


Figura 3.7: 3 cicli di isteresi consecutivi della funzione che lega la corrente di interazione e la distanza sonda-campione: il grafico nero rappresenta la fase di avvicinamento tra sonda e campione e viceversa quello rosso la fase di allontanamento. La distanza sonda-campione decresce all’aumentare della traslazione verticale. Campione in esame: lastrina di mica trattata con il trattamento 1, valore della corrente di riferimento $S_p = -106\text{ fA}$, inoltre $V_{bias} = -1.6\text{ V}$, l’umidità ambientale relativa è 55% ed è stata usata una frequenza di campionamento di 5 kHz . I dati sono stati ottenuti con il metodo “a controreazione spenta” descritto nel paragrafo 2.3.5.

Generalmente il problema dell’oscillazione nel moto verticale si presenta sin dal momento dell’instaurarsi dell’interazione tra sonda e campione. In questi casi spostare il punto di lavoro sulla superficie utilizzando il moto dei traslatori x e y nel loro intervallo di funzionamento (circa $10\mu\text{m}$ di spostamento orizzontale) non risolve il problema. Difatti, essendo la sonda polarizzata un centro di nucleazione per l’umidità, è presumibile che eventuali agglomerati spessi di umidità superficiale vengano richiamati dalla sua presenza o possano addirittura stazionare sulla sua sommità. Per risolvere una tale situazione è opportuno sostituire la sonda oppure spostare manualmente il campione di mica. Anche la sola apertura del contenitore metallico del microscopio può creare una

perturbazione ambientale tale da poter risolvere il problema. Una riduzione dell'insorgenza di questi casi è stata ottenuta lavorando con tensioni di polarizzazione (V_{bias}) inferiori ad $1V$ oppure, preventivamente alla misura, essiccando con un flusso di azoto anidro l'atmosfera interna del microscopio e procedendo ad una lenta riuniformazione.

Più raramente, la presenza di oscillazioni è localizzata a regioni limitate della superficie di mica come mostrato nella immagine in figura 3.8. In questo caso la presenza di queste regioni è imputabile ad impurità superficiali che permettono la nucleazione localizzata di agglomerati voluminosi di acqua.

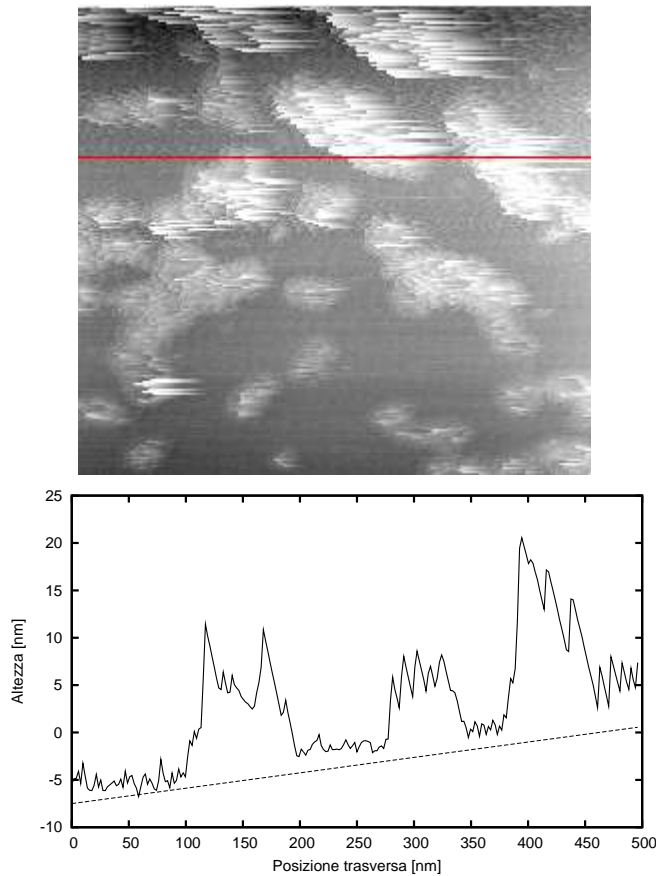


Figura 3.8: Sopra un'immagine topometrica di un campione di mica trattata con il trattamento 4. $S_p = 170 fA$, $V_{bias} = -0.6V$, $f_p = 200 pixel/s$, umidità ambientale relativa 50%, la scansione inquadra una superficie di lato $0.5\mu m$ esplorato in 256 *pixel*. Sotto, in tratto continuo, è raffigurato il profilo di altezza relativo al segmento rosso e può essere notata la presenza delle oscillazioni triangolari in alcune sue parti. In tratteggio è indicata la pendenza della superficie di mica rispetto al sistema di moto del microscopio.

Sperimentalmente la maggior parte dei fallimenti di misurazioni SECM su mica sono dovute alla presenza di questi effetti. Per questo motivo alcuni metodi per l'attenuazione o l'inibizione delle oscillazioni saranno materia per uno studio futuro.

Capitolo 4

Rumore in misurazioni SPM

I segnali che sono coinvolti nel funzionamento di un microscopio a scansione di sonda sono in alcune parti dell'elettronica di controllo molto piccoli. Infatti per ottenere risoluzioni nanometriche è necessario lavorare con interazioni tra sonda e campione di entità molto ridotta. In queste condizioni il rumore presente sui segnali assume un ruolo molto rilevante. In letteratura lo studio dell'influenza del rumore sulle misure di scansione non è affrontato ampiamente, probabilmente a causa del proliferare dei sistemi commerciali ottimizzati per applicazioni SPM. Nei seguenti paragrafi verranno descritte le maggiori fonti di rumore per SPM (con particolare attenzione alle applicazioni SECM e STM) e l'effetto del sistema di controllo sulla risoluzione di misura in funzione del tipo di rumore presente.

4.1 Fonti di rumore

Possono venir individuate varie fonti di rumore che influiscono sulla misura SPM per quanto riguarda il sistema di controllo di moto dell'asse z :

- Il rumore insito nell'interazione: ad esempio nel caso di microscopia SECM o STM si ha il cosiddetto rumore di gap che è composto dal rumore *shot* della corrente di interazione e da eventuali altre fonti di rumore connesse con la fisica del fenomeno di interazione. Data la piccolezza del segnale persino il rumore *shot* può divenire rilevante.

- Il rumore ambientale: l'ambiente esterno interagisce continuamente col sistema di misura attraverso vibrazioni che vengono trasmesse dalla struttura del microscopio o dall'aria e fanno variare l'interazione tra sonda e campione.
- Il rumore dell'elettronica analogica o digitale: il segnale di interazione necessita di essere trasdotto e amplificato per poter essere acquisito ed analizzato. L'elettronica atta a questo processo contribuisce ad aumentare il rumore nella catena di misura. Inoltre il numero limitato dei bit al momento dell'acquisizione dei segnali da parte delle schede di acquisizione oppure durante i calcoli degli algoritmi di controllo può aggiungere un ulteriore rumore di "arrotondamento".

Quest'ultimi contributi sono calcolabili a partire dalle specifiche dei dispositivi elettronici usati e degli algoritmi; inoltre sono verificabili con il sistema di controllo ad anello aperto ed il microscopio non funzionante. Viceversa i primi due necessitano della presenza dell'interazione tra sonda e campione per essere misurati ed inoltre i fattori che li influenzano sono poco prevedibili. Tutto ciò rende più difficoltosa una loro valutazione che comunque va effettuata durante una misura di microscopia con il sistema di controreazione in funzione.

In modo simile anche il sistema di controllo e linearizzazione del moto orizzontale x e y avendo a che fare con variazioni di resistenza dei sensori molto piccole può risentire anche notevolmente del rumore dell'elettronica.

4.1.1 Rumore insito nell'interazione

Durante una misura SPM il rumore proveniente dal fenomeno di interazione è mescolato alle altre fonti di rumore ed al segnale cosicché risulta essere difficilmente misurabile in maniera diretta. È necessario innanzitutto conoscere il contributo del rumore elettronico e di quello ambientale in modo da poterli sottrarre opportunamente al rumore totale per ricavare quello di interazione. Il primo può essere calcolato attraverso la trattazione del rumore nella catena di amplificazione e misurato direttamente registrando il segnale di interazione mentre la sonda non sta interagendo con il campione.

Questa misura può essere effettuata con l'anello di controllo aperto e la sonda lontana dal campione in modo che nell'anello rimanga presente solo il rumore dell'elettronica. Il secondo darebbe un contributo variabile in funzione delle condizioni ambientali del laboratorio ma, come verrà mostrato in seguito, risulta trascurabile rispetto alle altre fonti di rumore in gioco.

Per effettuare correttamente una misura del rumore di interazione è opportuno disabilitare il moto orizzontale del microscopio in modo da eliminare qualsiasi segnale di interazione aggiuntivo dovuto alle asperità incontrate dalla sonda nel suo cammino sul campione.

In qualsiasi punto dell'anello il rumore di interazione risulta modificato dal funzionamento del circuito di controreazione. Difatti, all'interno della banda di inseguimento B_I , il circuito di controreazione corregge il moto verticale della sonda controbilanciando e quindi attenuando il rumore dovuto all'interazione presente all'uscita del convertitore corrente-tensione.

Sono stati implementati due metodi per misurare lo spettro del rumore di interazione. Il primo prevede di effettuare una misura preliminare della banda passante del sistema di controllo ad anello chiuso ($G_C(\omega)$) come illustrato al paragrafo 2.3.4. Di seguito viene effettuata una misura SPM con il moto orizzontale disabilitato registrando il rumore presente sul segnale di interazione che comprende sia il rumore di interazione che quello elettronico. In base allo schema in figura 4.1 la trasformata di Fourier discreta di questo segnale ($Noise_R(\omega)$) risulta essere legata a quella ($Noise(\omega)$) che sarebbe presente senza l'intervento del circuito di controllo. La relazione che le lega è la seguente:

$$Noise(\omega) = Noise_R(\omega)(1 + G_A(\omega)) \quad (4.1)$$

dove $G_A(\omega)$ è dato dal prodotto delle funzioni di trasferimento $A(\omega)$ e $B(\omega)$. L'equazione 4.1 mostra che il rumore misurabile ($Noise_R(\omega)$) è diverso dal rumore introdotto dall'interazione ($Noise(\omega)$). Sfruttando la dipendenza tra $G_A(\omega)$ e $G_C(\omega)$ espressa

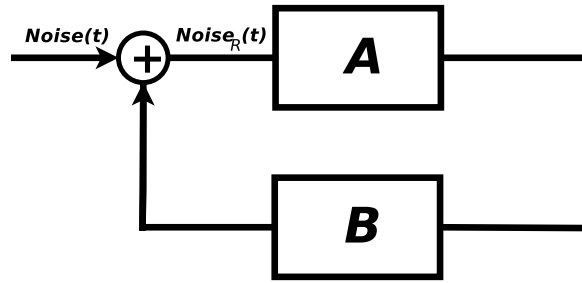


Figura 4.1: Il rumore $Noise$ viene introdotto nel circuito di controreazione a monte del sistema di controllo A. Il rumore $Noise_R$ modificato dall'effetto del circuito di controreazione può essere misurato direttamente all'ingresso del sistema di controllo A. Il blocco B è il sistema da controllare.

nell'equazione 1.5 si ottiene:

$$Noise(\omega) = Noise_R(\omega) \frac{1}{1 - G_C(\omega)} \quad (4.2)$$

Dalla quale è ricavabile $Noise(\omega)$ conoscendo $G_C(\omega)$.

Nella maggior parte dei casi, per semplicità, $G_C(\omega)$ è approssimabile con un filtro passa basso del primo ordine come era già stato indicato nel paragrafo 2.3.4. Inoltre essendo:

$$Noise_R(\omega) = Noise(\omega)(1 - G_C(\omega)) \quad (4.3)$$

è possibile affermare che il rumore residuo nell'anello ($Noise_R(\omega)$) è uguale al rumore introdotto ($Noise(\omega)$) elaborato attraverso un filtro passa alto del primo ordine con la stessa frequenza di taglio di $G_C(\omega)$.

Un'ulteriore e più rapido metodo di misura del rumore di interazione è possibile riducendo drasticamente il guadagno ad anello aperto $G_A(\omega)$, ovvero azzerando il guadagno proporzionale e differenziale K_P e K_D (ove necessario) e scegliendo un guadagno integrale K_I molto basso. In questo modo la banda di inseguimento B_I si contrae verso la frequenza 0. Per frequenze molto superiori alla banda di inseguimento B_I , il modulo di $G_A(\omega)$ è molto minore di 1 e dall'equazione 4.1 si ricava:

$$Noise(\omega) = Noise_R(\omega) \quad \text{per } \omega \gg B_I \quad (4.4)$$

Per cui, in queste condizioni, $Noise_R(\omega)$ è una buona approssimazione di $Noise(\omega)$.

A questo punto in entrambi i casi è possibile ricavare il solo contributo del rumore di interazione sottraendo il rumore elettrico da $Noise(\omega)$.

In STM e SECM il segnale di interazione è formato da una corrente mediamente costante nel tempo, pertanto parte del rumore di interazione sarà dovuto alle fluttuazioni della statistica del passaggio dei portatori di carica (rumore *shot*). Questo ha la seguente densità spettrale bianca di corrente di rumore:

$$i_{shot}(\omega) = \sqrt{2q \cdot S_p} \quad (4.5)$$

in cui S_p è la corrente di interazione media ovvero il parametro della scansione *set point* e q è la carica dell'elettrone.

Rumore di interazione STM

La densità spettrale di potenza di rumore che caratterizza il segnale di interazione di corrente in una misura STM presenta un caratteristico andamento alle basse frequenze del tipo $1/f$. Questo risultato sebbene assodato in letteratura [31][32] non ha ancora trovato una spiegazione teorica del tutto soddisfacente.

Utilizzando il secondo metodo descritto in precedenza è stato misurato lo spettro del rumore di corrente per una misura STM sul reticolo di calibrazione $TDG01 - AU$ in funzione della corrente di interazione (S_p) oppure della tensione di polarizzazione (V_{bias}). Ogni spettro di figura 4.2 è stato ottenuto acquisendo $1.5 \cdot 10^6$ campioni alla frequenza di $5kHz$.

I risultati confermano quanto descritto in letteratura. È possibile notare un aumento della densità spettrale di rumore all'aumentare della corrente di interazione e della tensione di polarizzazione. Gli spettri inoltre, a parità dei parametri di misura, possono cambiare sensibilmente di ampiezza in funzione della zona del campione esplorato come già descritto in [31][32] e mostrato in figura 4.2. In questi due grafici sono infatti presenti due spettri relativi ad una tensione V_{bias} di $-510mV$ e un S_p di $-50pA$

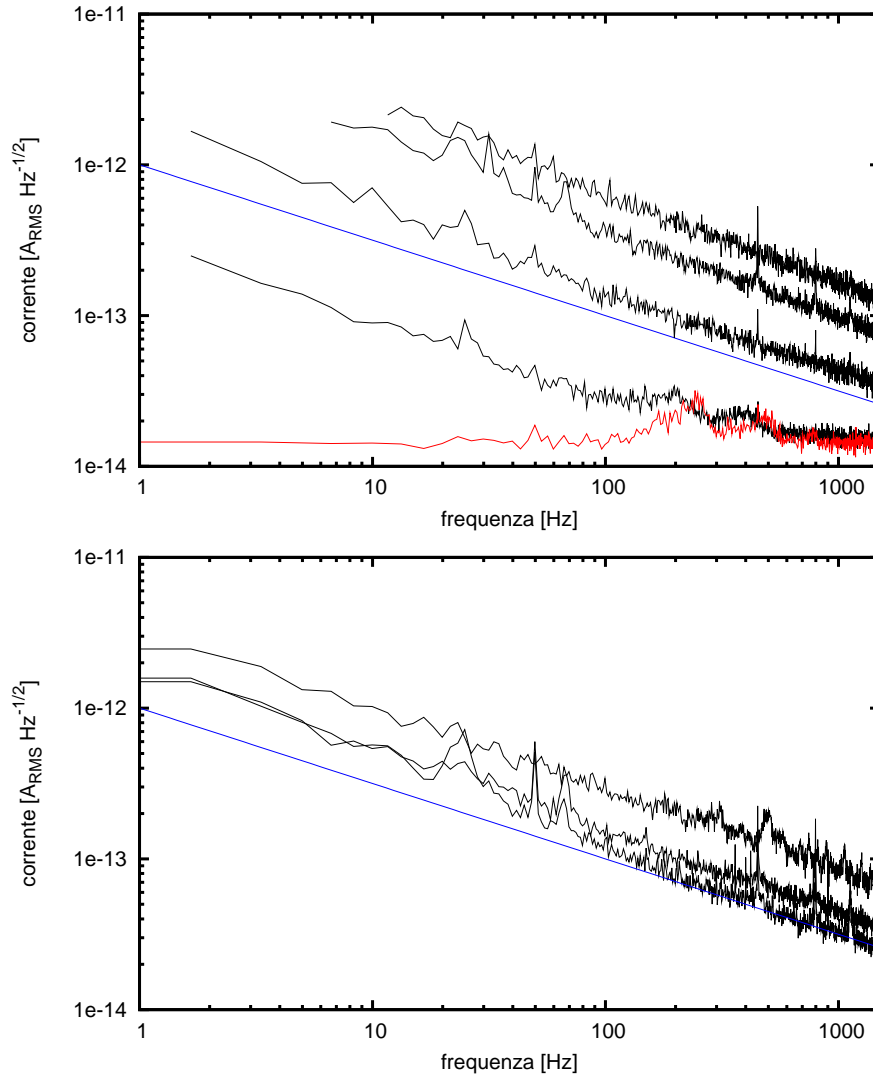


Figura 4.2: Densità spettrale di corrente di rumore per una misura STM su reticolo *TDG01 – AU* in funzione della frequenza. Sopra è stata impiegata una tensione $V_{bias} = -510mV$ e valori S_p di $-50, -100, -150$ e $-200pA$ nei grafici in tratto nero dal basso verso l’alto. Sotto in una misura effettuata in una zona diversa del campione è stato impiegato un valore S_p di $-50pA$ e valori di tensione V_{bias} di $-225, -510, -1020mV$ nei grafici dal basso verso l’alto. In rosso è rappresentato lo spettro di rumore in corrente del convertitore corrente-tensione da $1G\Omega$ utilizzato nella misura ed in blu sono rappresentati andamenti $1/\sqrt{f}$ come guida per l’occhio.

realizzati utilizzando lo stesso reticolo e sonda. La differenza di rumore tra i due casi può quindi essere imputata alla differenza di posizione della sonda sul campione.

Il rumore *shot* nel campo di frequenze esaminate e per i valori di corrente di

interazione utilizzati risulta trascurabile.

Rumore di interazione SECM

Similmente a quanto realizzato nel caso STM è stata effettuata una caratterizzazione dello spettro del rumore di corrente di interazione SECM per una lamina di mica sfaldata. Alcuni risultati tra i più indicativi sono mostrati in figura 4.3.

Il contributo dello spettro di rumore del convertitore corrente tensione da $470G\Omega$ (vedi figura 1.8) non è trascurabile specialmente alle frequenze più alte dello spettro, pertanto è stato necessario sottrarlo dagli spettri per evidenziare il solo contributo del rumore di interazione. Viceversa il contributo del rumore *shot* è insignificante.

Anche in questo caso, similmente ad STM, possiamo notare un andamento $1/\sqrt{f}$ dello spettro di corrente di rumore. Inoltre anche la dipendenza del rumore in funzione del *set point* e della tensione di polarizzazione è crescente. Una tra le caratteristiche più significative che è stato possibile evidenziare è sicuramente la notevole variabilità del rumore in funzione del tempo e soprattutto della zona di campione esaminata. Ciò è sicuramente dovuto alla maggior disomogeneità della superficie della mica (dovuta alla sua complessa struttura chimica) rispetto a quella della superficie di oro del reticolo. Il meccanismo di conduzione ionico inoltre dipende da molti più fattori ambientali rispetto al meccanismo di conduzione tunnel.

In figura 4.4 è mostrato il risultato di una statistica di 6 misurazioni di rumore SECM realizzate con campioni e sonde diverse. In grafico è riportata la densità spettrale di rumore media a $20Hz$ per questa serie di misure in funzione del valore assoluto del *set point* con le relative barre di errore che mostrano la variabilità di rumore riscontrata. Il rumore varia in maniera approssimativamente lineare con il *set point*.

4.1.2 Il rumore ambientale

Un microscopio per SPM è dotato di una meccanica che deve essere in grado di posizionare la sonda a distanza stabile di ordine micrometrico o nanometrico dal campione. Nelle condizioni operative la dipendenza dell'interazione tra sonda e campione dalla

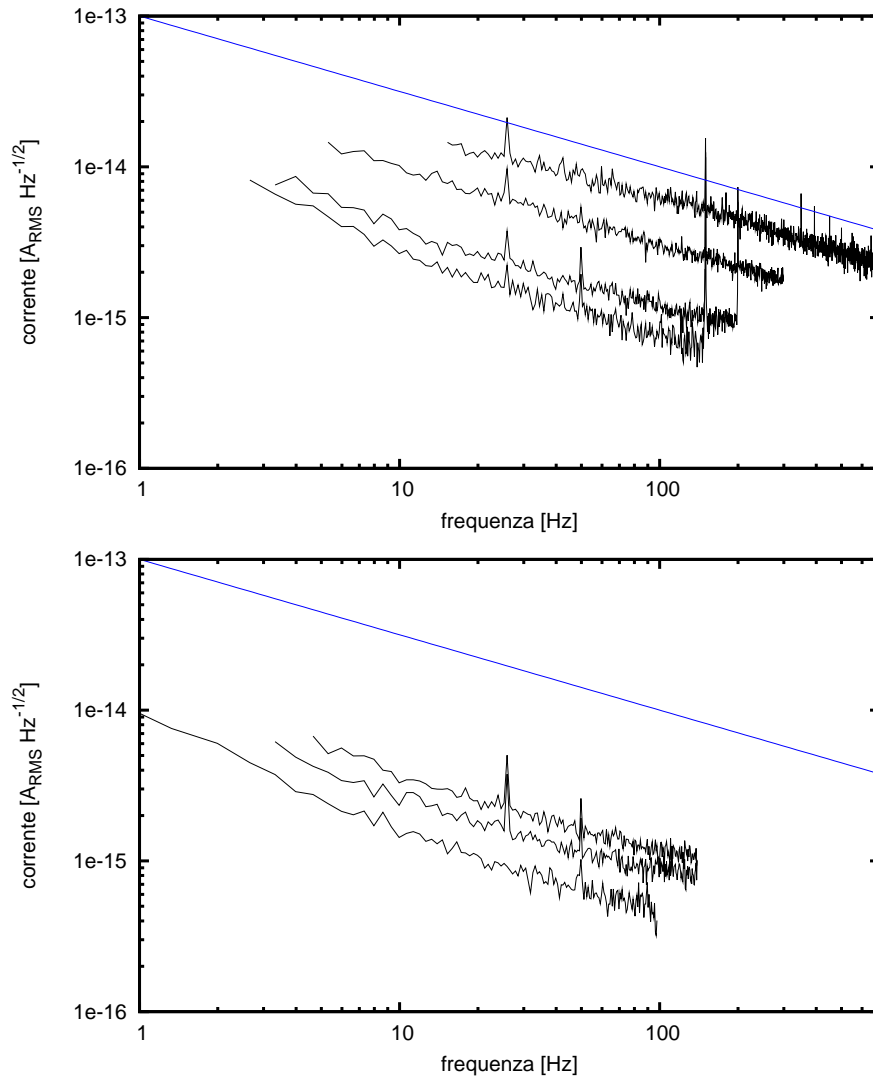


Figura 4.3: Densità spettrale di corrente di rumore per una misura SECM su mica sfaldata in funzione della frequenza. Sopra è stata impiegata una tensione $V_{bias} = -2.1V$ e valori S_p di -106 , -206 , -412 e -824 fA dal basso verso l'alto. Sotto in una misura effettuata in una zona diversa del campione è stato impiegato un valore S_p di -412 fA e valori di tensione V_{bias} di -1 , -1.5 , $-2.1V$ nei grafici dal basso verso l'alto. In blu sono rappresentati andamenti $1/\sqrt{f}$ come riferimento.

distanza è molto forte e piccole variazioni di quest'ultima spesso comportano sensibili variazioni di interazione (vedi ad esempio per STM la formula 1.3). In questa ottica le vibrazioni provenienti dall'esterno sotto forma di segnali acustici o sismici potendosi propagare attraverso la struttura del microscopio hanno effetti deleteri per la misura SPM.

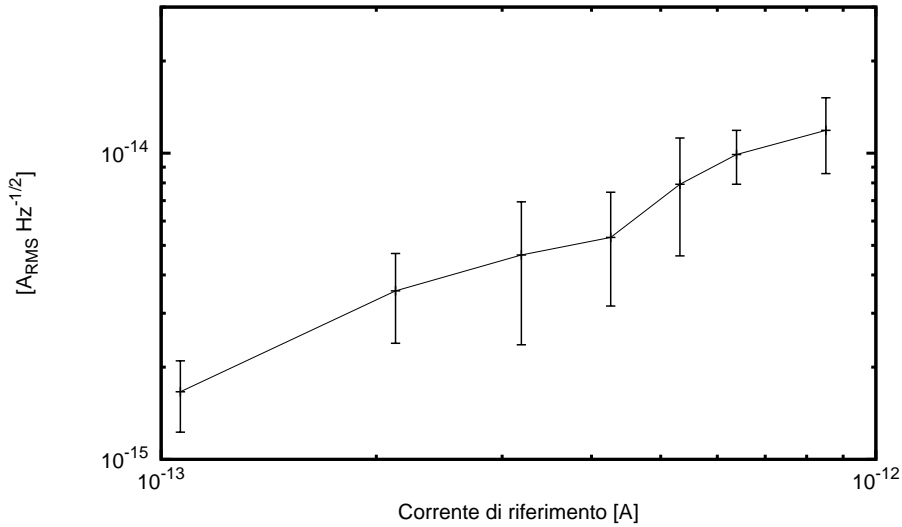


Figura 4.4: Densità spettrale di corrente di rumore misurata alla frequenza di 20 Hz in funzione della corrente di riferimento (*set point*) per misure SECM su mica sfaldata impiegando una tensione di polarizzazione V_{bias} di $-2.1V$ in ambiente ad umidità relativa compresa tra 50 e 60%.

Per questi motivi dei sistemi di smorzamento sia passivi che attivi vengono solitamente utilizzati per isolare nel modo migliore il microscopio dall'esterno. Una valutazione della loro efficienza non è però facile. Infatti, come per gli altri tipi di rumore, anche quello dovuto alle vibrazioni ambientali è mescolato a tutti gli altri presenti nel circuito di controreazione. Per determinare l'efficienza di smorzamento è stata utilizzata una tecnica simile a quella illustrata nel paragrafo 2.3.4.

Un altoparlante è stato posto a $40cm$ dal contenitore metallico del microscopio e da un fonometro. Questa configurazione permette di affermare che le potenze acustiche per unità di superficie presenti sul microscopio e sul microfono siano simili. Il campione in uso in queste misure è stato una lastrina di mica sfaldata e lavata in acqua distillata, sono stati usati i seguenti parametri di misura: $V_{bias} = -2.4V$, $S_p = 60fA$ ed umidità relativa compresa tra 50% e 55%. La configurazione scelta è ideale per evidenziare eventuali contributi di rumore ambientale sul funzionamento del microscopio, in quanto questo tipo di microscopia è caratterizzato da una dipendenza forte tra corrente di interazione e distanza sonda-campione.

Sono state effettuate della misure di microscopia a scansione di sonda a punta

ferma sia nelle normali condizioni di laboratorio con l'altoparlante spento che con l'altoparlante alimentato da un segnale *chirp*, prodotto da un analizzatore di reti SR 770 (Stanford Research Systems), in modo da sollecitare acusticamente il microscopio. Lo spettro del segnale *chirp*, in questo caso, è formato da una serie di armoniche di ampiezza costante e frequenze da 125Hz a 1000Hz ogni 15.625Hz . Per entrambi i casi sono state calcolate le trasformate di Fourier a tempo discreto sia del segnale di interazione che del segnale proveniente dal fonometro. Considerando soltanto le frequenze alle quali era presente il segnale *chirp*, la funzione di trasferimento che lega il segnale acustico con il rumore all'interno del circuito di controreazione è stata calcolata facendo il rapporto tra le ampiezze delle armoniche del segnale di interazione e di quelle del segnale del fonometro (vedi figura 4.5 grafico in blu). Questo andamento può essere descritto utilizzando il modello elettrico equivalente mostrato in figura 4.6 con il quale è stato realizzato un fit sui dati evidenziato in figura 4.5 (grafico nero).

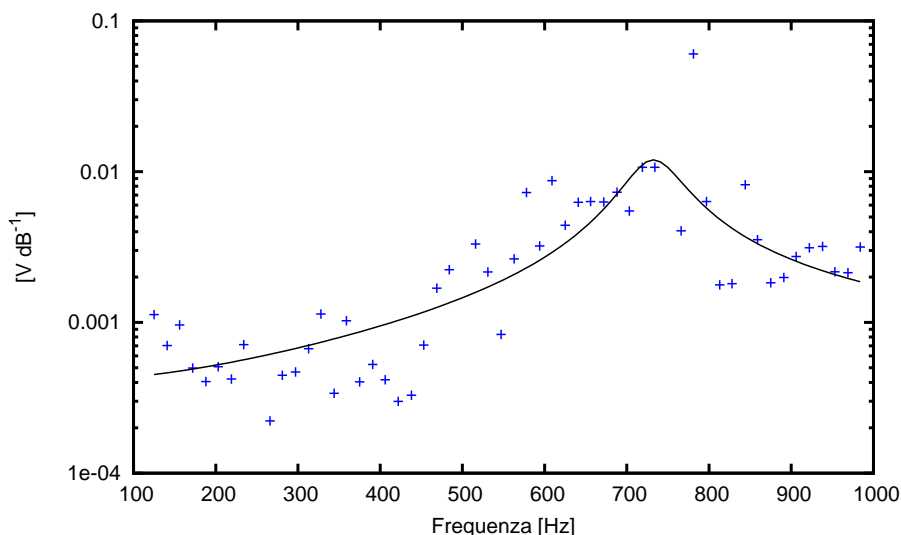


Figura 4.5: Grafico blu a punti: funzione di trasferimento data dal rapporto tra le ampiezze delle armoniche del segnale di interazione e di quelle del segnale del fonometro. Grafico nero: funzione di trasferimento risultante dal fit realizzato utilizzando il modello di figura 4.6.

In figura 4.7 sono invece mostrati gli spettri delle misure effettuate con l'altoparlante spento. In nero è riportato lo spettro del segnale proveniente dal fonometro, in blu quello del segnale di interazione. Moltiplicando lo spettro nero per la funzione di trasferimento precedentemente trovata si ottiene il grafico rosso. Questo rappresenta

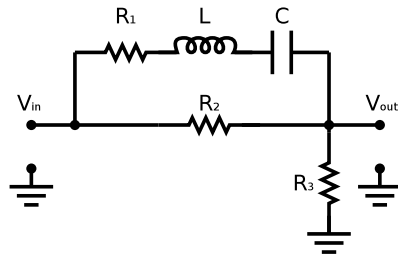


Figura 4.6: Modello elettrico equivalente per la funzione di trasferimento data dal rapporto tra lo spettro del segnale di interazione e quello del fonometro. Nel fit R_3 è stata fissata ad 1Ω , gli altri parametri sono risultati: $R_1 = 85\Omega \pm 40\%$, $L = 0.20H \pm 10\%$, $C = 2.3 \cdot 10^{-7}F \pm 10\%$ ed $R_2 = 2.4k\Omega \pm 30\%$.

lo spettro di rumore sul segnale di interazione dovuto al rumore acustico esterno in normali condizioni di laboratorio e risulta ad ogni frequenza almeno due ordini di grandezza inferiore al rumore totale presente nello spettro del segnale di interazione (grafico blu), pertanto può essere trascurato.

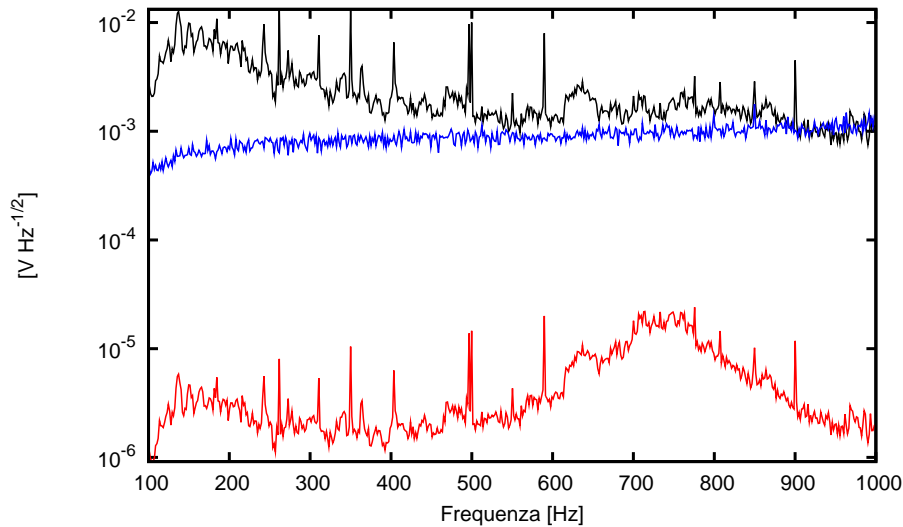


Figura 4.7: In nero: Spettro acustico in condizioni operative normali di laboratorio. In rosso: spettro del rumore del segnale di interazione SECM dovuto ai disturbi acustici provenienti dal laboratorio in condizioni operative normali. In blu: spettro tipico di rumore del segnale di interazione SECM.

4.1.3 Il rumore dell'elettronica analogica

La maggior parte del rumore elettrico dovuto all'elettronica analogica nei circuiti di controllo è causato dagli stadi di amplificazione del segnale di interazione e dei segnali dei sensori di posizione. Nel microscopio utilizzato in questo lavoro il segnale di interazione è convertito ed amplificato da convertitori corrente-tensione. Nella discussione del paragrafo 4.3 verrà analizzato il contributo e gli effetti del rumore del convertitore da $470G\Omega$ che viene utilizzato per correnti massime di qualche picoampere. Questo è il convertitore più sensibile della gamma e per questo è quello più soggetto a problemi di rumore; solitamente è utilizzato per microscopia SECM su substrato di mica.

Le particolarità di questo convertitore e le specifiche di rumore sono descritte in [9]; il suo spettro di rumore equivalente in corrente è riportato in figura 1.8.

Rumore elettrico nell'amplificatore dei sensori resistivi

L'amplificatore realizzato per il circuito di linearizzazione del moto x e y del microscopio è schematizzato in figura 2.4. Il segnale modulante in ingresso (v_{in}) viene amplificato dal primo stadio ottenendo il segnale v_+ e poi invertito ottenendo il segnale v_- . Questi ultimi alimentano il partitore resistivo tra la resistenza sensore ($R_0 + \Delta R$) e una resistenza fissa (R_0) entrambe incapsulate in ogni traslatore. Il segnale in uscita viene poi amplificato per ottenere la tensione v_{out} . Il segnale prodotto dall'amplificatore (v_{out}) è una sinusoide della stessa frequenza del segnale di ingresso ma con ampiezza che varia in modo pressoché lineare con la resistenza del sensore secondo la seguente formula:

$$V_{out} = \frac{V_{in} \cdot R_5 \cdot R_2}{R_0 \cdot R_1} \left(\frac{\Delta R}{R_0 + \Delta R} \right) \cong \frac{V_{in} \cdot R_5 \cdot R_2}{R_0^2 \cdot R_1} \cdot \Delta R \quad (4.6)$$

dove V_{out} è l'ampiezza della sinusoide in uscita, V_{in} l'ampiezza della sinusoide in ingresso. L'approssimazione è valida in quanto $\Delta R \ll R_0$. Una stima della non linearità introdotta si ottiene sviluppando al secondo ordine in $\Delta R \rightarrow 0$:

$$non\ linearità \cong \frac{\Delta R}{R_0} \ll 1\% \quad (4.7)$$

in quanto $|\Delta R| < 1\Omega$ (per spostamenti anche di diversi micrometri) e $R_0 = 702\Omega$.

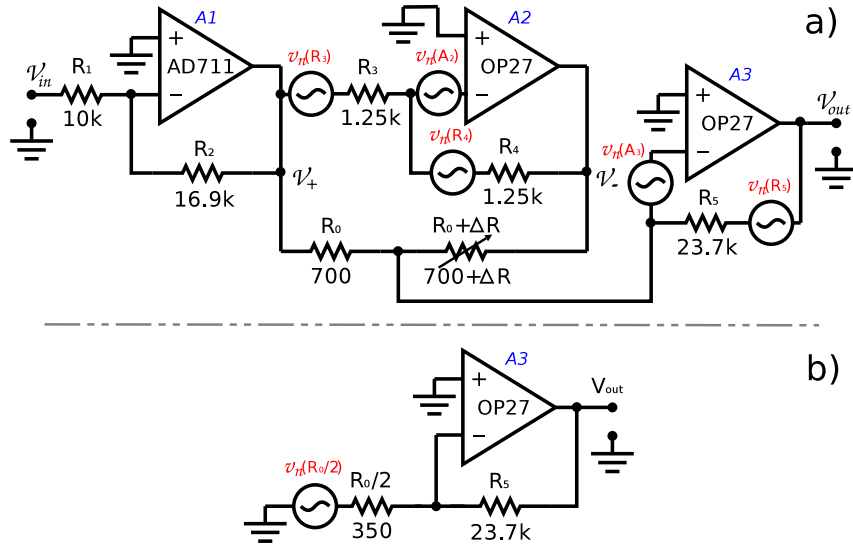


Figura 4.8: Schema circuitale per la trattazione del rumore del circuito di amplificazione per i sensori SG del traslatore modello XY flexture $PI - 714.2SL$.

In figura 4.8a è mostrato il circuito con i generatori equivalenti di rumore dei componenti, in figura 4.8b è mostrato come, ai fini del calcolo del rumore, è possibile approssimare le due resistenze R_0 ed $R_0 + \Delta R$ con il loro equivalente parallelo: un'unica resistenza di valore $R_0/2$. Per il calcolo del rumore in questo circuito è possibile considerare il contributo dovuto ai componenti del primo stadio (A1, R_1 e R_2) trascurabile in quanto il loro effetto viene quasi totalmente bilanciato all'interno del partitore. Anche il contributo del rumore di corrente degli amplificatori operazionali OP 27 è trascurabile. La densità spettrale di rumore v_n Johnson delle resistenze è stata calcolata considerando una temperatura di lavoro di $300K$. La banda di frequenze dove è presente il segnale trasdotto è posta intorno alla frequenza modulante (450Hz o 800Hz), pertanto per il calcolo di rumore vanno utilizzate le specifiche relative a queste frequenze e le densità spettrali di rumore sono bianche.

In tabella 4.1 sono riportati tutti i contributi significativi di rumore, la densità spettrale di rumore v_{totout} presente sul segnale di uscita si calcola moltiplicando ogni densità spettrale di rumore per il suo coefficiente di trasferimento ($C.T.$); tutti questi contributi (v_{nout}) vengono poi sommati in quadratura perché indipendenti.

Tra i contributi maggiori al rumore prodotto dal dispositivo è possibile notare il

Componente	$v_n [V/\sqrt{Hz}]$	C.T.	$v_{nout} [V/\sqrt{Hz}]$
$1.25k\Omega(R3)$	$4.4 \cdot 10^{-9}$	34	$150 \cdot 10^{-9}$
$1.25k\Omega(R4)$	$4.4 \cdot 10^{-9}$	34	$150 \cdot 10^{-9}$
$351\Omega(R_0/2)$	$2.3 \cdot 10^{-9}$	68	$160 \cdot 10^{-9}$
$23.7k\Omega(R5)$	$19 \cdot 10^{-9}$	1	$19 \cdot 10^{-9}$
rumore tensione OP27 (V2)	$3.2 \cdot 10^{-9}$	68	$220 \cdot 10^{-9}$
rumore tensione OP27 (V3)	$3.2 \cdot 10^{-9}$	69	$220 \cdot 10^{-9}$
Totale (v_{totout})	-	-	$400 \cdot 10^{-9}$

Tabella 4.1: Dati del rumore relativo alle varie sorgenti significative presenti nel circuito di figura 4.8. C.T. è il coefficiente di trasferimento che lega la sorgente di rumore considerata all'uscita v_{out} . Il rumore totale sull'uscita (v_{totout}) è la somma in quadratura di tutti i contributi.

rumore in tensione degli amplificatori operazionali $A2$ e $A3$ e il rumore Johnson delle resistenze $R3$ ed $R4$. Per questo motivo è stato necessario impiegare amplificatori operazionali modello OP 27 che hanno una tra le migliori caratteristiche di rumore in tensione tra quelli presenti in commercio, mentre le resistenze $R3$ ed $R4$ sono state scelte di valore opportunamente basso. Anche il contributo di rumore dovuto alle resistenze interne al traslatore ($R_0/2$) è significativo, tuttavia il valore resistivo nominale R_0 non è un parametro modificabile.

Il segnale in uscita dall'amplificatore viene elaborato dai filtri anti-alias che hanno un guadagno di 37dB in centro banda. Pertanto al momento dell'acquisizione la densità spettrale di rumore presente sul segnale risulta $28 \cdot 10^{-6} V/\sqrt{Hz}$. Questo risultato è confermato dalla misura diretta dello spettro di rumore effettuata con l'analizzatore di reti SR770 (Stanford Research Systems) e mostrata in figura 4.9.

Il valore calcolato per v_{totout} può essere riportato in nanometri equivalenti utilizzando la formula 4.6 e il fattore di conversione dei sensori di posizione di formula 2.6:

$$n_t = \frac{v_{totout} \cdot R_0^2 \cdot R_1}{V_{in} \cdot R_5 \cdot R_2} \cdot (83 \cdot 10^{-3} \Omega/\mu m)^{-1} = 28 pm/\sqrt{Hz} \quad (4.8)$$

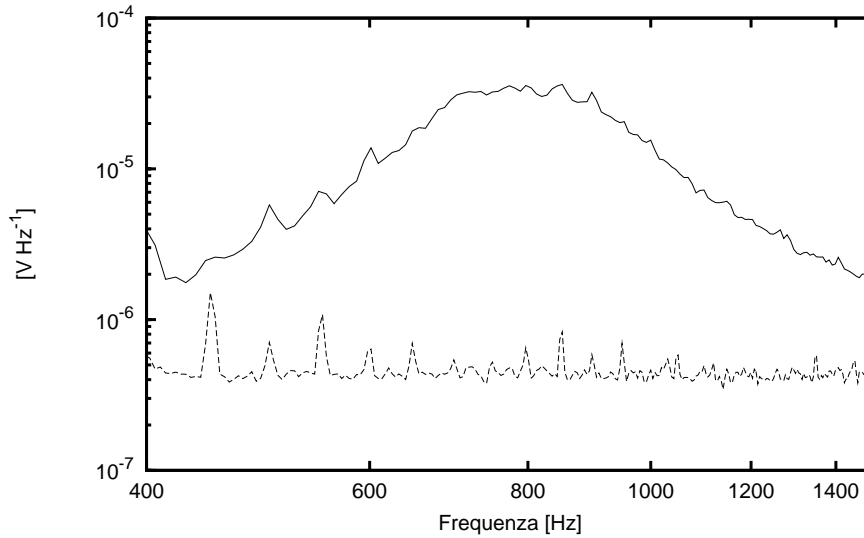


Figura 4.9: Densità spettrale di rumore in funzione della frequenza misurata all’uscita del filtro anti-alias passabanda per l’asse di moto x (linea continua) e misurata all’uscita del circuito di amplificazione per i sensori SG dell’asse x (linea tratteggiata).

4.1.4 Il rumore dell’elettronica digitale

In base al teorema del campionamento di Nyquist-Shannon, se un segnale viene campionato con una frequenza superiore al doppio della massima frequenza contenuta nel suo spettro è idealmente possibile una completa ricostruzione del segnale originale a partire dai dati campionati. Purtroppo in realtà dato il numero finito di bit con cui sono equipaggiati gli ADC ogni valore acquisito durante la quantizzazione viene arrotondato al valore discreto più vicino. Ogni segnale campionato è quindi affetto dal cosiddetto errore di quantizzazione che è una variabile casuale con densità di probabilità uniforme. Lavorando nel campo delle frequenze questo errore può essere considerato[33] come una densità spettrale di rumore costante in frequenza che si aggiunge al segnale campionato ed ha un valore pari a:

$$b_{ADC} = \sqrt{\frac{R^2}{6 \cdot 4^B \cdot f_C}} \quad (4.9)$$

dove R è l’ampiezza dell’intervallo di tensioni che l’ADC può acquisire, B è il numero di bit dell’ADC ed f_C è la frequenza di campionamento. Questo rumore è presente

nell'intervallo di frequenze tra 0 e $f_C/2$. La precedente formula è valida se l'escursione del segnale campionato è molto maggiore dell'unità di quantizzazione ($R/2^B$).

In realtà vi sono altre fonti di errore nell'elettronica dell'ADC che fanno incrementare il valore di b_{ADC} rispetto a quello teorico della precedente formula come se la conversione avvenisse con un numero di bit più piccolo di B . Per questo si definisce un numero effettivo di bit $ENOB$ ¹ tale che la densità spettrale di rumore effettivamente introdotta dal processo di quantizzazione (b_{eADC}) sia:

$$b_{eADC} = \sqrt{\frac{R^2}{6 \cdot 4^{ENOB} \cdot f_C}} \quad \rightarrow \quad ENOB = \log_4 \frac{R^2}{6 \cdot b_{eADC}^2 \cdot f_C} \quad (4.10)$$

e risulta $ENOB < B$.

La misurazione di b_{eADC} per la scheda di acquisizione DAS-6014 è stata effettuata campionando un'onda sinusoidale di frequenza $111Hz$ ed ampiezza picco-picco molto vicina ad R inviata in ingresso ad uno degli ADC. Sugli altri canali di ingresso non era presente alcun segnale. Esaminando la trasformata di Fourier a tempo discreto della sequenza di dati raccolta (mostrata in figura 4.10 in tratto continuo spesso) si evidenzia la presenza della componente alla frequenza dell'onda sinusoidale e di un rumore di fondo pressoché costante in frequenza. Da questo, che ha una densità spettrale di $5 \cdot 10^{-6} V/\sqrt{Hz}$, si ricava un valore di $ENOB$ di circa 14.5 ($f_C = 5kHz$ ed $R = 20V$). Il contributo di rumore dovuto alla quantizzazione risulta comunque quasi trascurabile confrontato con la densità spettrale di rumore presente sul segnale campionato di $28 \cdot 10^{-6} V/\sqrt{Hz}$ (come affermato nel precedente paragrafo). Una misura di questo tipo permette inoltre di valutare la non linearità introdotta dal convertitore analogico-digitale attraverso l'esame delle armoniche di ordine superiore. Infine le eventuali interferenze tra i vari canali ADC possono essere rivelate esaminando gli spettri dei segnali acquisiti dagli altri canali non connessi al segnale sinusoidale (grafico tratteggiato in figura 4.10). La scheda di acquisizione DAS-6014 è risultata

¹Solitamente nella definizione di ENOB[33] si utilizza il rapporto segnale/rumore+distorsione che tiene conto anche della non linearità della conversione, tuttavia in questo caso la distorsione ha un effetto secondario. È stata quindi scelta una definizione diversa in modo che il parametro ENOB sia una valutazione del solo rumore introdotto dalla conversione.

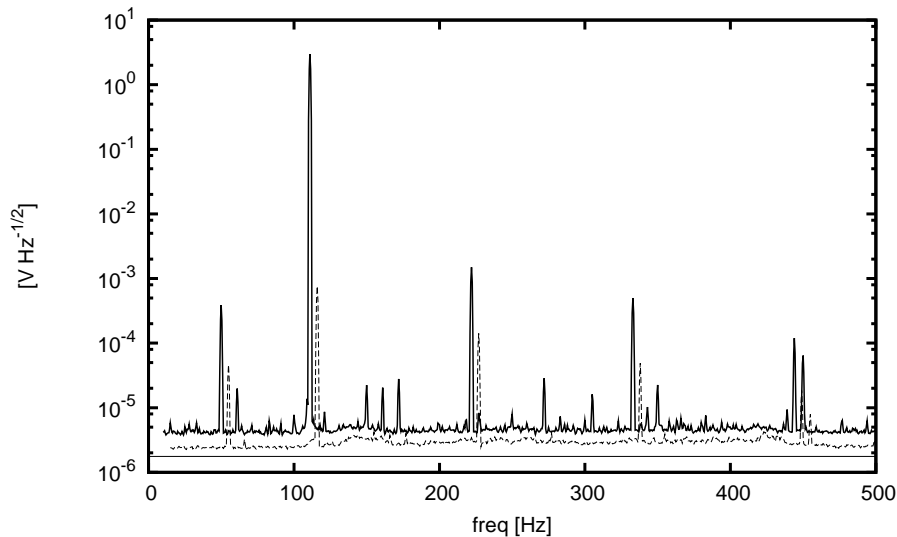


Figura 4.10: In tratto continuo spesso: trasformata di Fourier del segnale sinusoidale acquisito sul canale 2 durante la misurazione del rumore introdotto dall'elettronica digitale della scheda di acquisizione DAS-6014. In tratteggio: trasformata di Fourier del segnale acquisito sul canale 3 non connesso con il segnale sinusoidale. In questo grafico è possibile notare la presenza di parte del segnale presente sul canale 2 a causa di interferenza (lo spettro è leggermente traslato verso destra per facilitarne la visione; le trasformate relative agli altri 6 canali ADC non sono mostrate ma presentano un'interferenza minore). In tratto continuo sottile: densità spettrale di rumore minima teorica introdotta dalla quantizzazione in un ADC a 16 bit.

avere una non linearità di conversione inferiore allo $0.1\%^2$ ed una interferenza massima tra i canali di circa 0.05% . Entrambi questi effetti sono trascurabili paragonati alla non linearità introdotta dall'amplificatore (formula 4.8) e all'interferenza presente tra i canali x e y del traslatore.

In caso di necessità il rumore introdotto dalla quantizzazione può essere ridotto aumentando la frequenza di campionamento f_C (se il tempo di risposta del sistema di controllo lo permette) oppure riducendo R (compatibilmente con l'ampiezza dei segnali acquisiti). Le schede di acquisizione DAS-6014, ad esempio, permettono la selezione

²Le armoniche di ordine superiore nello spettro del segnale acquisito sono dovute alla non linearità introdotta dal generatore di funzioni usato (Stanford *DS345*), pertanto è possibile dare soltanto un limite superiore alla non linearità della scheda di acquisizione.

di 4 possibili intervalli di ingresso: $+10V... - 10V$, $+5V... - 5V$, $+0.5V... - 0.5V$ e $+0.05V... - 0.05V$.

4.2 Rumore e velocità di risposta negli assi di moto

x e y

Il moto orizzontale della sonda durante una misura di scansione è generalmente organizzato in modo da esplorare una superficie quadrata. In particolare, nel caso del sistema di controllo del microscopio utilizzato in questo lavoro, tale superficie viene suddivisa in linee. Il moto lungo le linee è effettuato tramite l'utilizzo del traslatore dell'asse x mentre lo spostamento da una linea alla successiva mediante quello y . Per realizzare la scansione il traslatore x si muove quindi con un andamento temporale ad onda triangolare, mentre quello y si muove con un andamento temporale a rampa a gradini come mostrato in figura 4.11.

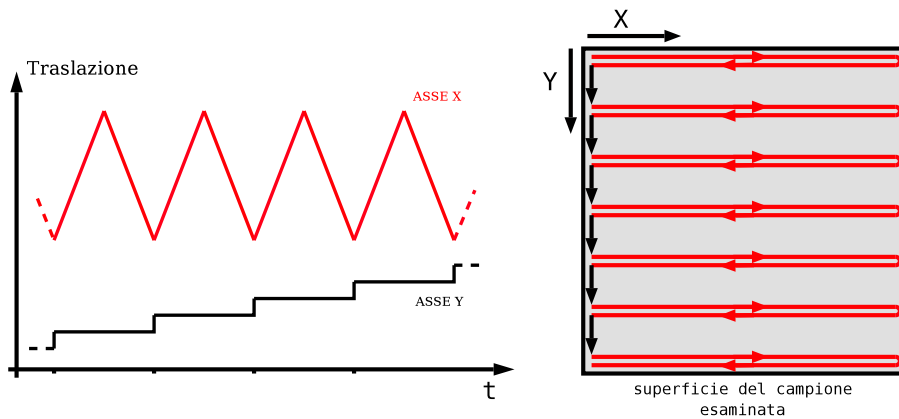


Figura 4.11: Andamento temporale della traslazione dei due assi orizzontali x e y durante una scansione (a sinistra). Questo moto permette alla sonda di esplorare una superficie quadrata (a destra).

La banda di inseguimento B_I del sistema di controllo di ognuno dei due assi deve essere inferiore alla frequenza di taglio del filtro digitale e alla semilarghezza di banda dei filtri anti-alias per motivi di stabilità. Ciò non è comunque un problema perché, per le velocità di scansioni utilizzate normalmente (500 linee ogni 10 minuti), non solo non è

necessaria una B_I superiore a $100Hz$ ma sarebbe anche deleteria a causa dell'entità del rumore che si introdurrebbe all'interno del sistema di controllo. Inoltre, essendo il moto lungo l'asse x circa due ordini di grandezza più rapido rispetto a quello lungo l'asse y , un sistema di controllo sufficiente a far funzionare il moto nella direzione x è a priori adatto anche per la direzione y . Nelle condizioni dette in precedenza, l'algoritmo PID realizzato con il solo ramo integrale è un polo dominante della funzione di trasferimento ad anello chiuso (G_C). Il sistema di controllo si comporta in buona approssimazione come un filtro passa basso del primo ordine che può essere quindi caratterizzato dalla frequenza di taglio f_X . La funzione di trasferimento ad anello chiuso risulta:

$$G_C(\omega) = \frac{Y(\omega)}{R(\omega)} \cong \frac{1}{1 + \frac{j\omega}{2\pi f_X}} \quad (4.11)$$

derivata dall'equazione 1.5. $Y(t)$ è il segnale di traslazione trasdotto (nel caso in esame è il segnale in uscita dal filtro digitale Chebyshev) mentre $R(t)$ è il segnale di riferimento. Nella formula 4.11 sono riportate le loro trasformate di Fourier. La f_X è la frequenza alla quale il guadagno ad anello aperto G_A ha modulo unitario e varia proporzionalmente al guadagno K_I del ramo integrale. f_X è quindi un parametro che può essere controllato agevolmente dall'utente tramite K_I .

La risposta di un sistema di controllo di questo tipo ad un segnale triangolare di riferimento, come quello necessario per l'asse di moto x , può essere analizzata come illustrato di seguito considerando la risposta alla rampa di un filtro passa basso del primo ordine. Dopo un breve transitorio iniziale che decade con costante di tempo $\tau_X = 1/2\pi f_X$ la traslazione effettiva ($Y(t)$) seguirà il segnale di riferimento ($R(t)$) con un certo ritardo costante (vedi anche figura 4.13):

$$\Delta_p = \frac{f_p}{2\pi f_X} \quad (4.12)$$

dove f_p è la frequenza di scansione (in pixel/s) e Δ_p è l'errore di posizione $Y(t) - R(t)$ (in pixel). Quest'ultimo è riportato in funzione di f_X per varie frequenze di scansione nei grafici blu di figura 4.12 ed indica l'efficacia del sistema di controllo nel linearizzare il moto orizzontale del microscopio.

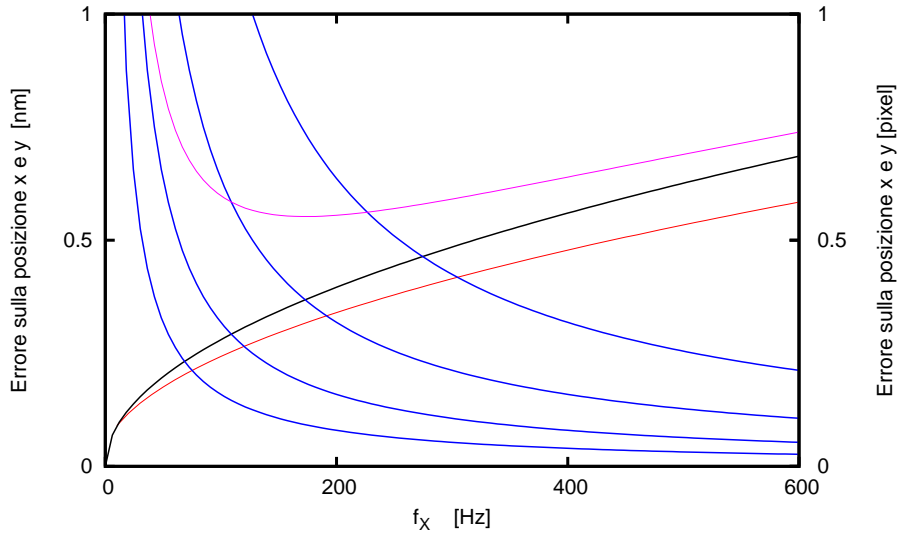


Figura 4.12: Rumore di posizione (Δ_X) per il moto orizzontale, espresso in nm, dovuto al rumore introdotto dall'amplificatore per i sensori di posizione SG del traslatore XY flexture *PI – 714.2SL* (in nero) e del traslatore *PI – 841.40* (in rosso). In blu è rappresentato l'errore di posizione Δ_p espresso in pixel per quattro differenti velocità di scansione (100, 200, 400 e 800 *pixel/s* da sinistra verso destra). In viola è rappresentato l'errore totale per $f_p = 200 \text{ pixel/s}$ e per una dimensione del pixel di 1 nm nel caso del traslatore XY flexture *PI – 714.2SL*. Tutti i grafici sono riportati in funzione della frequenza f_X .

Il rumore prodotto dal circuito di amplificazione per i sensori SG del traslatore modello XY flexture *PI – 714.2SL* è stato valutato in precedenza avere una densità spettrale di rumore bianca pari a $28 \text{ pm}/\sqrt{\text{Hz}}$ (espresso in unità di lunghezza). Integrando questo valore sulla banda passante ad anello chiuso del circuito di controllo si ottiene il rumore di posizione Δ_X che affligge il moto della sonda. Essendo $G_C(\omega)$ approssimabile come un filtro passa basso del primo ordine risulta:

$$\Delta_X = 28 \text{ pm}/\sqrt{\text{Hz}} \cdot \sqrt{f_X} \quad (4.13)$$

Questo rumore, rappresentato nel grafico nero in figura 4.12, è un risultato collaterale della procedura di linearizzazione del moto: il circuito di controllo utilizza il segnale dei sensori per linearizzare il moto, ma allo stesso tempo la componente di rumore presente su questo segnale si propaga nel circuito producendo il rumore Δ_X .

Gli errori Δ_p e Δ_X sono le due componenti che vanno a determinare l'incertezza di posizione in una scansione con sistema di linearizzazione del moto sugli assi x ed y . Al

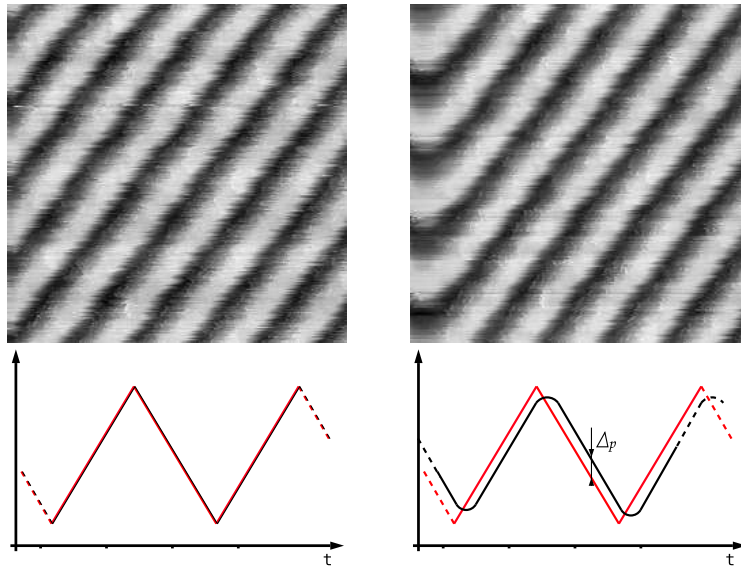


Figura 4.13: Due immagini topometriche STM su reticolo di calibrazione $TDG01 - AU$. La scansione di sinistra ha una f_X sufficientemente alta da non presentare un significativo errore di posizione Δ_p , nell'immagine di destra realizzata con una f_X 7 volte inferiore alla precedente invece è possibile notare la distorsione prodotta dall'errore di posizione sul margine sinistro. In basso sono mostrati gli andamenti temporali qualitativi delle funzioni $Y(t)$ grafico nero ed $R(t)$ grafico rosso nei due casi.

variare della frequenza hanno un comportamento opposto: l'errore di linearizzazione Δ_p si riduce all'aumentare della frequenza di taglio f_X , infatti aumenta la banda di inseguimento ed il sistema di controllo ha una buona prestazione a frequenze sempre più elevate. Viceversa il rumore Δ_X aumenta all'aumentare di f_X perché aumentando la banda di inseguimento si ha una maggior quantità di rumore sulla tensione di pilotaggio dei traslatori. In base a queste considerazioni è necessario trovare un valore intermedio di f_X per cui sia minimizzata la somma dei due contributi di rumore una volta definiti i parametri frequenza di scansione (f_p) e grandezza del pixel. Ad esempio in figura 4.12 il grafico viola corrisponde alla somma dei due contributi assumendo una grandezza del pixel di $1nm$ ed $f_p = 200pixel/s$. Il miglior compromesso è in corrispondenza di $f_X = 170Hz$ che garantisce la massima risoluzione del moto orizzontale ($\Delta_X + \Delta_p = 0.55nm$).

Rivalutando l'errore Δ_X in funzione dei sensori e degli amplificatori utilizzati è

possibile applicare tale metodo di valutazione della risoluzione ad ogni sistema di linearizzazione. Ad esempio, per quanto riguarda il traslatore modello $PI - 841.40$ e il relativo amplificatore l'andamento di Δ_X in funzione di f_X è riportato in figura 4.12 in colore rosso.

L'errore Δ_p come è mostrato in figura 4.13 si ripete sempre nello stesso modo durante il moto del microscopio e può essere considerato pertanto un errore sistematico. Per questo motivo non sempre durante misurazioni SPM e SECM è necessario minimizzare la funzione $\Delta_X + \Delta_p$. È spesso preferibile lavorare con valori di f_X inferiori a quello determinato dal miglior compromesso in modo da limitare maggiormente il moto casuale della sonda dovuto all'errore Δ_X . L'errore Δ_p compromette la linearità della scansione principalmente soltanto in una regione della stessa ampiezza ai bordi della immagine come in figura 4.13. Pertanto un valore di alcuni pixel per l'errore Δ_p , considerando che le scansioni hanno normalmente almeno 250 pixel di lato, è praticamente trascurabile.

4.3 Rumore e velocità di risposta nell'asse di moto

z

Il controllo della quota della sonda sul campione in SPM viene realizzato con un sistema di controreazione. Il rumore di interazione e quello dell'elettronica di amplificazione si propagano nell'anello del sistema di controllo producendo un errore sulla tensione di pilotaggio del traslatore verticale e quindi un errore sulla misura della quota topometrica verticale. Nell'eventualità che questo rumore diventi troppo grande è presumibile che le conseguenti fluttuazioni della tensione di pilotaggio del traslatore possano provocare un impatto tra sonda e campione compromettendo la misura.

La principale differenza tra la trattazione del rumore degli assi x e y e quella dell'asse z è che in quest'ultimo caso la funzione di trasferimento ad anello aperto G_A non è nota a priori in quanto dipende dall'interazione microscopica sonda-campione. Inoltre, per il solito motivo, anche l'entità del rumore di interazione non è nota, può

variare notevolmente anche durante una singola misurazione SPM e va determinata in condizioni di interazione tra sonda e campione quindi con il microscopio funzionante.

Il rumore presente sul segnale di pilotaggio del traslatore (dovuto principalmente al rumore di interazione e al rumore dell'elettronica di amplificazione) è stato misurato durante una misura SECM. Il campione in esame in questa misura è stato una lastrina di mica sfaldata in ambiente ad umidità relativa 50%. È stata applicata una polarizzazione (V_{bias}) di $-3V$ ed impostato un valore di *set point* (S_p) di $60fA$. Durante scansioni successive effettuate con il moto orizzontale disabilitato è stata inizialmente misurata la banda passante ad anello chiuso ($G_C(f)$) del sistema attraverso il primo metodo illustrato nel paragrafo 2.3.4. Come detto in precedenza la funzione di trasferimento relativa è stata approssimata con un filtro passa-basso del primo ordine caratterizzabile, in questo caso, dalla una frequenza di taglio di circa $40Hz$. Successivamente sono state memorizzate le tensioni di pilotaggio del traslatore verticale per un ora nelle stesse condizioni di misura. La trasformata di Fourier a tempo discreto di ogni serie di questi dati rappresenta lo spettro di rumore (filtrato dal circuito di controreazione) presente sulla posizione verticale della sonda dovuto alle sorgenti di rumore precedentemente elencate. Dividendo questi spettri per la funzione di trasferimento $G_C(f)$, similmente a quanto illustrato nel paragrafo 4.1.1, si ottiene la densità spettrale di rumore in caso di banda passante infinita del sistema di controllo. Il rumore ($\Delta_{x(z)}$) sulla posizione z in funzione della frequenza di taglio del sistema di controllo f_z si ottiene integrando questa densità spettrale di rumore fino alla frequenza f_z .

In figura 4.14 sono riportati i risultati di questi calcoli. In tratto nero è riportato il rumore di posizione ($\Delta_{x(z)}$) relativo a due misure successive effettuate nelle medesime condizioni sperimentali ed è possibile osservarne la variabilità. Viceversa il grafico giallo si riferisce al rumore di posizione dovuto al solo rumore dell'elettronica del convertitore corrente-tensione (il cui spettro è mostrato in figura 1.8). Appare evidente che la maggior parte del rumore $\Delta_{x(z)}$ presente è dovuto al rumore di interazione e solo per valori di f_z elevati il rumore dell'elettronica comincia ad essere rilevante.

Durante queste scansioni i parametri del sistema di controllo sono stati impostati empiricamente in modo da realizzare massima stabilità di misura e migliori condizioni

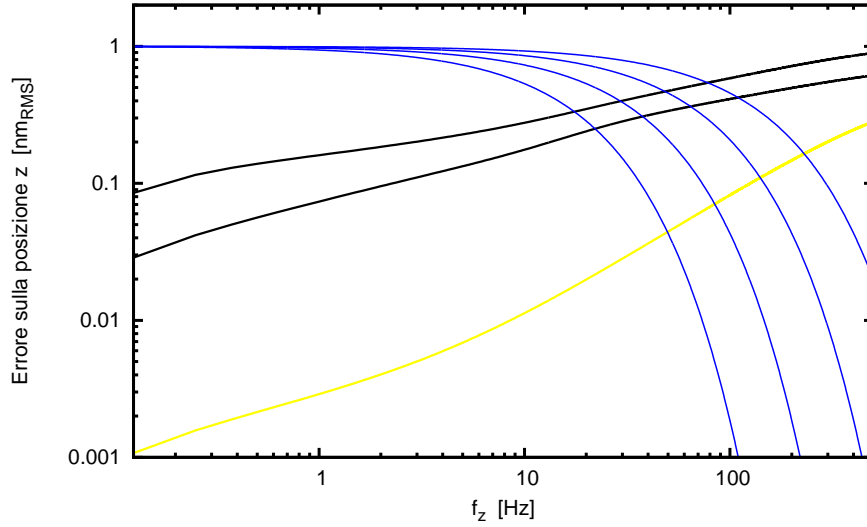


Figura 4.14: Rumore di posizione $\Delta_{x(z)}$ relativo a due diverse statistiche effettuate durante misure SECM su mica sfaldata (in nero). In giallo è riportata la parte di questo rumore dovuta al solo convertitore corrente-tensione. In blu sono riportati gli andamenti dell'errore di posizione $\Delta_{p(z)}$ per vari valori della velocità di scansione (100, 200, 400 e 800 *pixel/s* da sinistra a destra) e per una dimensione p_s di 1 *nm*. Tutti i grafici sono riportati in funzione della frequenza f_z .

di lavoro ottenendo una banda passante di 40 *Hz* circa. In figura 4.14 questo valore di f_z corrisponde ad un rumore $\Delta_{x(z)}$ di valore quadratico medio di circa 0.4 *nm*. Questo risultato spiega perché si incontra instabilità aumentando la frequenza di taglio: questa è dovuta ad un'elevata probabilità di collisione tra sonda e campione. Infatti, statisticamente, per quanto riguarda ad esempio un rumore bianco, la probabilità di trovare un valore la cui distanza dal valor medio sia superiore a 5 volte il valore RMS del rumore non è trascurabile. In base a questa considerazione l'ampiezza efficace del moto casuale dovuto al rumore $\Delta_{x(z)}$ per una f_z di 40 *Hz* risulta compresa tra 1 e 2 *nm* e cresce rapidamente all'aumentare di f_z . In queste condizioni risulta indubbiamente proibitivo lavorare con valori di f_z superiori a 100 *Hz*.

La funzione di trasferimento G_A per il sistema di controllo dell'asse z può essere scomposta come indicato nella seguente formula:

$$G_{A(z)}(f) = \frac{jK_I}{2\pi f} \cdot P_f \cdot f_e \cdot R \quad (4.14)$$

in cui il primo fattore è la funzione di trasferimento dell'algoritmo PID, P_f è la

funzione di trasferimento traslazione/tensione del traslatore, f_e (fattore di estinzione) è il rapporto tra la variazione di corrente di interazione e la variazione della distanza sonda-campione ed infine R è il guadagno del convertitore corrente tensione. L'unico parametro non noto di questa equazione è f_e . Nella serie di misure effettuate, considerando che $G_{A(z)}(f) = 1$ per $f = f_z$ ed utilizzando la formula 4.14, f_e è risultato mediamente $180fA/nm$ in accordo con alcune altre valutazioni riportate in letteratura[34][35][36].

Similmente a quanto visto nel paragrafo precedente anche nel sistema di controllo per l'asse di moto z è presente un errore di posizione dovuto alla lentezza di risposta. Nel caso degli assi x e y una lentezza di risposta del sistema di controllo provoca un difetto di linearizzazione del moto orizzontale che non influisce sulla salvaguardia della sonda e del campione ma comporta solo qualche imperfezione cosmetica dell'immagine topometrica. Viceversa la lentezza di risposta per il sistema di controllo dell'asse di moto z comporta una inerzia della sonda nel superamento degli ostacoli che trova sul campione, aumenta il rischio di danneggiamento per impatto ed è pertanto un parametro molto critico.

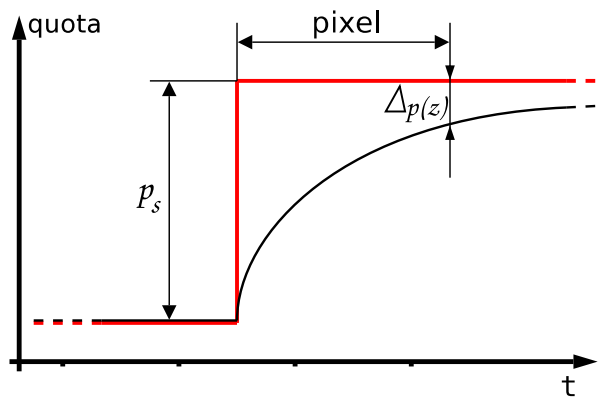


Figura 4.15: Risposta temporale del moto verticale della sonda (grafico nero) nel caso che venga stimolata da un profilo a gradino (grafico rosso) di altezza p_s . $\Delta p(z)$ è l'errore di posizione dovuto alla lentezza di risposta del sistema di controllo del moto dell'asse z .

La valutazione di questo parametro può essere fatta supponendo sia presente sulla superficie del campione un particolare con un profilo a gradino come quello mostrato

in rosso in figura 4.15. Il moto verticale della sonda risponde a questo stimolo come riportato nella stessa figura in tratto nero, cioè come risponderebbe un filtro passa basso del primo ordine con frequenza di taglio f_z . Calcolando la differenza tra la risposta ideale (rossa) e quella effettiva (nera), quando è trascorso un pixel dall'inizio del gradino, si ottiene una stima per l'errore di posizione $\Delta_{p(z)}$:

$$\Delta_{p(z)} = p_s \cdot e^{-\frac{2\pi f_z}{f_p}} \quad (4.15)$$

dove p_s è l'altezza del particolare rispetto al piano su cui giace ed f_p la velocità di scansione in *pixel/s*. Questa formula è stata ottenuta tenendo conto che per percorrere un pixel occorre un tempo uguale a $1/f_p$.

L'errore di posizione è riportato in funzione di f_z per tre diversi valori di f_p in figura 4.14. Come per Δ_p , anche in questo caso un aumento della frequenza di taglio (f_z) riduce l'errore di posizione $\Delta_{p(z)}$ ma incrementa il rumore $\Delta_{x(z)}$. Le migliori condizioni di funzionamento si ottengono minimizzando l'errore totale dato dalla somma dei due contributi.

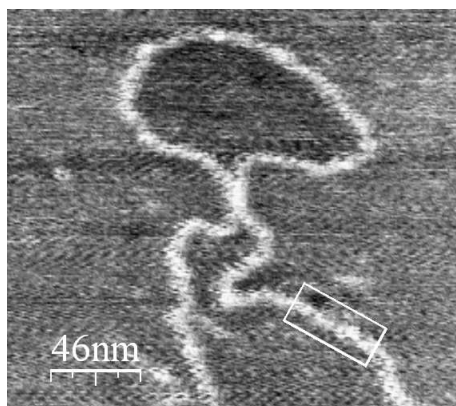


Figura 4.16: Immagine di un filamento di DNA ottenuta tramite SECM su un campione al quale è stato applicato il trattamento 4 descritto nel paragrafo 3.1. L'immagine è stata elaborata con la rimozione del piano medio e l'equalizzazione dei dati tramite il software *WSXM 4.0 DEVELOP 8.1*[37].

Come esempio di applicazione di questo tipo di analisi in figura 4.16 è riportata un'immagine di un filamento di DNA adsorbito sulla superficie di mica tramite il trat-

tamento 4 che è stato descritto nel paragrafo 3.1. In questa misura sono stati utilizzati traslatori per il moto orizzontale modello $PI - 841.40$ con il sistema di linearizzazione analogico descritto in [8]. La misura topometrica è stata effettuata con le seguenti condizioni operative: velocità di scansione $f_p = 200\text{pixel}/s$, corrente di interazione $S_p = 80\text{fA}$, umidità ambientale 46%, temperatura ambientale 22°C . È stata utilizzata una sonda di tungsteno ottenuta per corrosione elettrochimica in corrente continua. Le impostazioni dei circuiti di controllo hanno prodotto una banda passante f_X di 150Hz per gli assi x e y e una banda passante f_z di 40Hz per l'asse z . In queste condizioni l'errore totale sulla misurazione topometrica è dell'ordine di 0.5nm su tutti e tre gli assi di moto. La parte di filamento riportata nel rettangolo (di dimensione 60×28 pixel) in figura 4.16 è stata analizzata mediando tutti i profili di altezza ortogonali al filamento ottenendo il profilo mostrato in figura 4.17. Gli errori discussi in precedenza sono riportati come barre orizzontali (per quanto riguarda il moto sul piano x,y) e barra verticale (per quanto riguarda il moto lungo l'asse z), mentre la distanza tra le linee tratteggiate indica la reale dimensione del filamento (2.5nm) come riportata in letteratura[38]. La larghezza a mezza altezza del profilo ottenuto è invece 7nm . Tale differenza può essere giustificata considerando un raggio di curvatura della sonda non inferiore ai 10nm . In queste condizioni il rumore presente sul moto degli assi x e y è trascurabile paragonato alle dimensioni della sonda, mentre il rumore presente sul moto dell'asse z è sufficientemente piccolo da rendere possibile la misura dello spessore verticale del filamento.

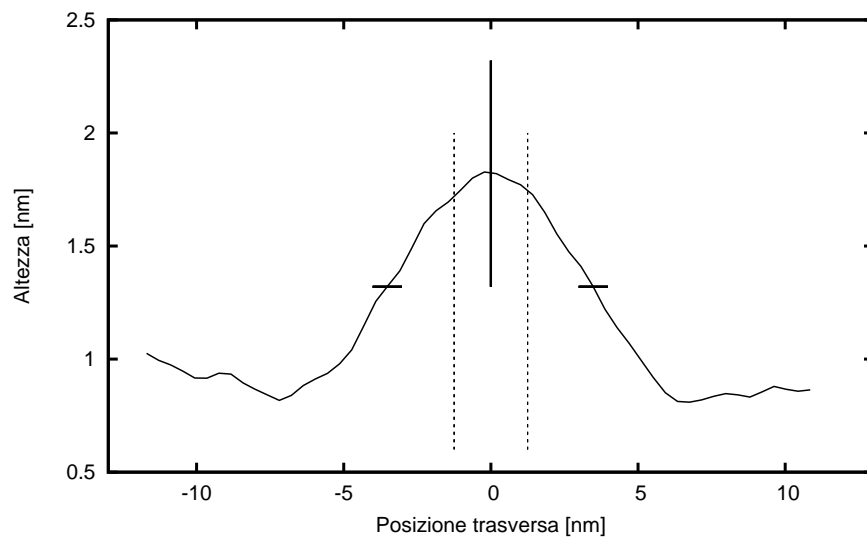


Figura 4.17: Profilo mediato della parte di filamento di DNA evidenziata in figura 4.16.

Conclusioni

Durante questo lavoro di tesi è stato realizzato un sistema di controllo innovativo per il funzionamento di un microscopio a scansione di sonda. Un personal computer dotato di sistema operativo Linux ed una o più schede di acquisizione analogico/digitale è stato utilizzato come sistema di controllo di reazione. Questo sistema, impiegato su varie configurazioni hardware, durante le applicazioni realizzate di microscopia, ha mostrato tempi di risposta medi di $25\mu s$ (in nessun caso il tempo di risposta massimo ha superato $100\mu s$). Questa caratteristica rende possibile la realizzazione di un sistema di controllo funzionante con una frequenza di campionamento fino a $10kHz$ e quindi compatibile con la maggior parte delle applicazioni di microscopia a scansione di sonda. Questa prestazione è stata resa possibile principalmente grazie allo sfruttamento del sistema di interrupt e al fatto che il programma di controllo lavora in ambiente *kernel* a massima priorità all'interno del sistema operativo.

Tramite questo sistema di controllo sono state realizzate varie applicazioni utilizzabili in microscopia a scansione di sonda. In particolare è stato realizzato il sistema di reazione e di controllo per i tre assi di moto del microscopio: controllo della quota z della sonda e linearizzazione del moto dei traslatori piezoelettrici degli assi x e y sfruttando l'informazione fornita dai sensori Strain Gauge presenti. A questo scopo è stata realizzata e caratterizzata l'elettronica di amplificazione del segnale dei sensori.

Inoltre, tra le più importanti, sono state ideate alcune applicazioni per la misura della banda passante del sistema di controllo ad anello chiuso e della dipendenza tra il segnale di interazione e la distanza sonda-campione.

Tramite questi strumenti è stato realizzato uno studio del rumore nella catena di controllo del microscopio a scansione di sonda con particolare attenzione alle varie fonti

presenti: rumore dell'interazione, rumore ambientale e rumore dell'elettronica analogica e di conversione analogico-digitale. I risultati di questo studio, applicabili in generale ad ogni strumento di misura di questo tipo, permettono di valutare i parametri di scansione che massimizzano la risoluzione ottenibile nella misura topometrica bilanciando la velocità di risposta ed il rumore presente nella catena.

Particolare attenzione è stata posta nei riguardi della branca di microscopia detta a scansione elettrochimica su film di idratazione. È stato realizzato uno studio della conducibilità superficiale delle lastre di mica muscovite impiegate tipicamente come substrato in questo tipo di microscopia. L'adsorbimento di acqua sulla superficie di questo materiale dipende fortemente dall'umidità ambientale ed è caratterizzato dalla formazione di agglomerati di spessore superiore al nanometro. Questa peculiarità è confermata anche dalle misure della dipendenza tra il segnale di interazione e la distanza sonda-campione e dai comportamenti oscillatori del moto della sonda in particolari condizioni durante misure di scansione elettrochimica.

Con lo strumento utilizzato in microscopia a scansione elettrochimica è stata raggiunta una risoluzione orizzontale di $7nm$ durante la misurazione topometrica di campioni di DNA plasmidico pBR322. Un valore inferiore presumibilmente potrà essere ottenuto utilizzando sonde con un raggio di curvatura apicale inferiore.

In futuro è prevista la creazione di nuove applicazioni del sistema di controllo atte ad investigare localmente durante una scansione topometrica le caratteristiche dell'interazione sonda-campione. In special modo l'obbiettivo principale dello studio sarà il miglioramento della risoluzione in microscopia a scansione elettrochimica su film di idratazione. Uno dei problemi più grossi che intendiamo affrontare riguarda la formazione del menisco liquido tra sonda e campione che provoca le oscillazioni verticali della sonda compromettendo la risoluzione della misura.

Infine sfruttando la versatilità di calcolo fornita dal sistema di controllo con personal computer sarà possibile implementare nel software delle procedure autoadattive che impostino durante una scansione i migliori parametri di misura in funzione delle caratteristiche del segnale di interazione misurate istante per istante.

Ringraziamenti

Ringrazio tutto il gruppo di ricerca al quale mi sono unito durante questo periodo di lavoro: Federico Bacci, Cecilia Gambi, Leonardo Lanzi, Alessandra Santucci. Grazie per la professionalità e la disponibilità.

Un grazie di cuore per l'appoggio ed il sollievo nei giorni più cupi e per gli innumerevoli passaggi a mensa agli amici: Agnese Cartocci, Andrea Puggelli, Andrea Michelozzi e Chiara, Antonio Mirto, Giuseppe Broccolo, Piergiulio Lenzi, Jacopo Bertolotti, L.S.G. Betti, Francesco Corradeschi e Claudio Rediti.

Infine non posso dimenticare il sostegno ricevuto durante questi anni di studio da parte della mia famiglia e di Daniela. Grazie, grazie, grazie.

Bibliografia

- [1] G. Aloisi, F. Bacci, M. Carlà, D. Dolci, and L. Lanzi,
Rev. of Sci. Instr., 79, 113702 (2008)
- [2] G. Aloisi, A. Santucci, M. Carlà, D. Dolci, and L. Lanzi,
Rev. of Sci. Instr., 77, 073701 (2006)
- [3] D. Dolci, G. Aloisi, L. Lanzi, and M. Carlà,
J. Chem. Phys., 127, 074701 (2007)
- [4] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel,
Phys. Rev. Lett. 49, 57 (1982)
- [5] A. J. Bard, F. Fan, J. Kwak, and O. Lev,
Anal. Chem. 61, 132 (1989)
- [6] H. G. Hansma and D. E. Laney,
Biophys. J. 70, 1933 (1996)
- [7] D. Pastr, O. Pietrement, S. Fusil, F. Landousy, J. Jeusset, M.-O. David, E. LeCam,
and A. Zozime,
Biophys. J. 85, 2507 (2003)
- [8] D. Dolci,
Microscopia a scansione di sonda per lo studio di strutture organiche nanometriche,
Tesi di laurea in Fisica, a.a. 2003/2004

- [9] M. Carlà, G. Aloisi, L. Lanzi, E. Pallecchi,
Rev. of Sci. Instr., 75 No.2, 497 (2004)
- [10] H. W. Bode,
Network analysis and feedback amplifier design,
D. Van Nostrand inc. USA (1945)
- [11] <http://www.rtai.org>
- [12] T.M.H. Wong and M.E. Welland,
Meas. Sci. Techn. 4, 270 (1993)
- [13] <http://zone.ni.com/devzone/cda/tut/p/id/3466>
- [14] <http://www.kernel.org>
- [15] <http://www.debian.org>
- [16] <http://fedoraproject.org>
- [17] I. Horcas, J. M. Fernández, J. M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero and A. M. Baro,
Rev. of Sci. Instr., 78, 013705 (2007)
- [18] S. W. Smith,
The Scientist and Engineer's Guide to Digital Signal Processing,
(1997)
- [19] M. A. Chaudry, A. K. Jonscher, and R. M. Hill,
J. Phys. D 18, 1207 (1985)
- [20] M. A. Chaudry and A. K. Jonscher,
J. Mater. Sci. 20, 3581 (1985)
- [21] A. K. Jonscher,
Nature London 267, 673 (1977)

- [22] J. C. Dyre and T. B. Schrder,
Rev. Mod. Phys. 72, 873 (2000)
- [23] A. K. Jonscher,
Philos. Mag. B 38, 587 (1978)
- [24] G. Garcia-Belmonte, V. Kytin, T. Dittrich, and J. Bisquert,
J. Appl. Phys. 94, 5261 (2003)
- [25] C. J. T. von Grotthuss,
Ann. Chim. 58: 5473 (1806)
- [26] A. K. Jonscher,
Nature London 250, 191 (1974)
- [27] D. Beaglehole, E. Z. Radlinska, B. W. Ninham, and H. K. Christenson,
Phys. Rev. Lett. 66, 2084 (1991)
- [28] J. Hu, X.-D. Xiao, D. F. Ogletree, and M. Salmeron,
Science 268, 267 (1995)
- [29] P. B. Miranda, L. Xu, Y. R. Shen, and M. Salmeron,
Phys. Rev. Lett. 81, 5876 (1998)
- [30] L. Xu, A. Lio, J. Hu, D. F. Ogletree, and M. Salmeron,
J. Phys. Chem. B 102, 540 (1998)
- [31] K. Maeda, S. Sugita, H. Kurita, M. Uota, S. Uchida, M. Hinomaru and Y. Mera,
J. Vac. Sci. Technol. B 12(3) 2140 (1994)
- [32] J. Lagoute, T. Zambelli, S. Martin and S. Gauthier,
Image Anal. Stereol., 20: 175-179 (2001)
- [33] Analog Devices:
Fundamentals of sampled data systems AN-282

- [34] F. F. Fan and A. J. Bard,
Science 270, 1849 (1995)
- [35] R. Guckenberger and M. Heim,
Science 270, 1851 (1995)
- [36] F. F. Fan and A. J. Bard,
Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. 96, 14222 (1999)
- [37] I. Horcas, R. Fernandez, J. M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero,
and A. M. Baro,
Rev. Sci. Instrum. 78, 013705 (2007)
- [38] L. Stryer,
Biochemistry (Freeman, New York, 1995)