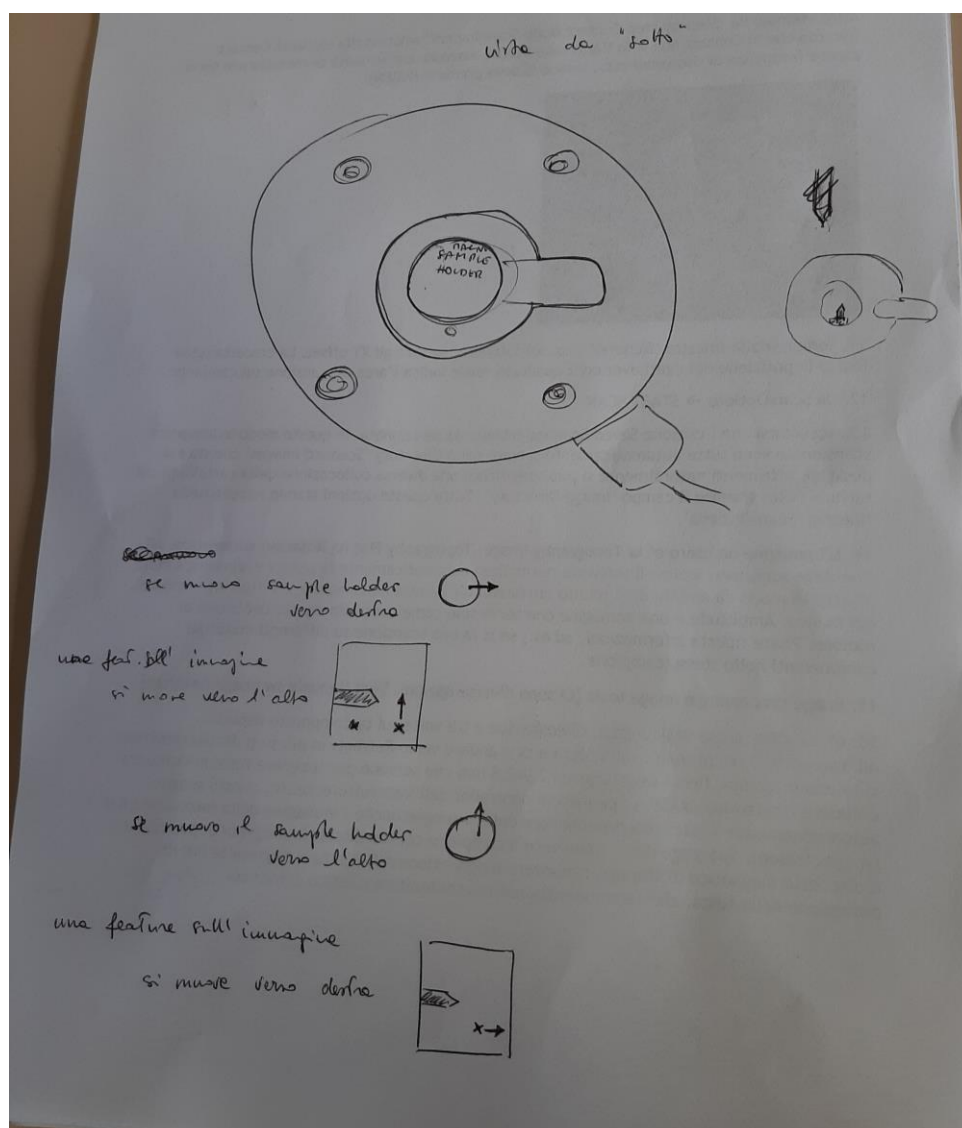


## PROCEDURA OPERATIVA PER L'ESPERIMENTO DI MICROSCOPIA A FORZA ATOMICA

1. Sample mounting. Il campione da osservare va posizionato su uno dei dischetti metallici (che poi si attaccano da soli al supporto magnetico al di sotto della testa rossa), con scotch biadesivo. Quindi alla fine di questa operazione si ha un elemento dove dischetto metallico, scotch e campione sono tutti solidali. Le dimensioni massime del campione sono  $10 \times 10 \times 4$  millimetri, dove la dimensione di 4 millimetri si riferisce allo spessore.

Il seguente schema mostra la testa dell'AFM appoggiata sul tavolo nella fase di posizionamento del campione, e come bisogna muovere il dischetto portacampioni per ottenere un dato spostamento relativamente al cantilever. Aver presente questa geometria è importante nella fase di posizionamento del cantilever sul pattern che si vuole osservare, in caso di pattern piccoli. Infatti il cantilever non ha gradi di libertà di spostamento in X e Y, quindi deve trovare l'area del campione da analizzare esattamente in verticale quanto si approccia alla superficie dello stesso campione.



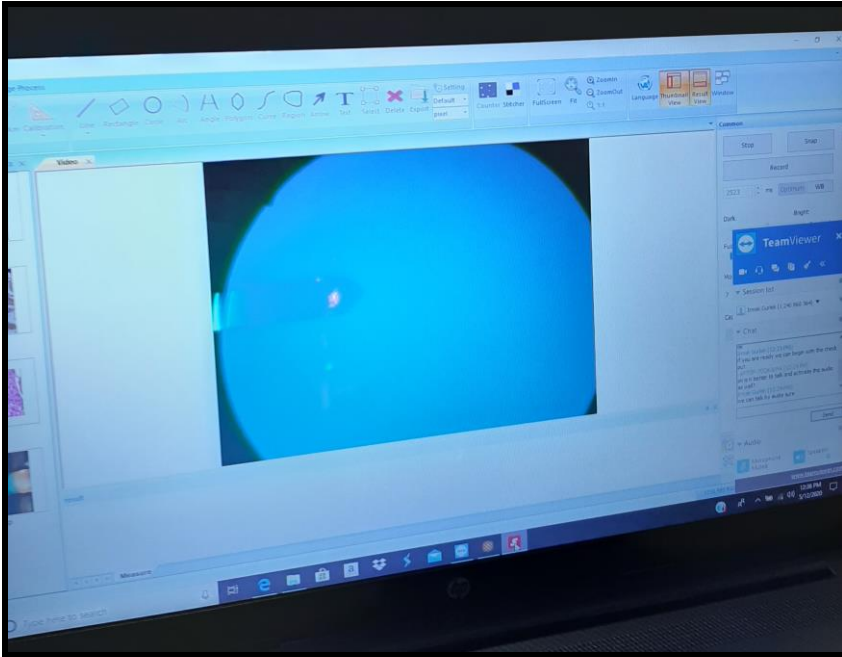
2. Accendere prima il pc e poi il controller

3. Avviare il software ezAFM, si accende il LED verde sul controller. Assicurarsi che in basso a sx sia selezionata ☒ Laser che indica che il laser è acceso. La potenza subito sotto si può settare

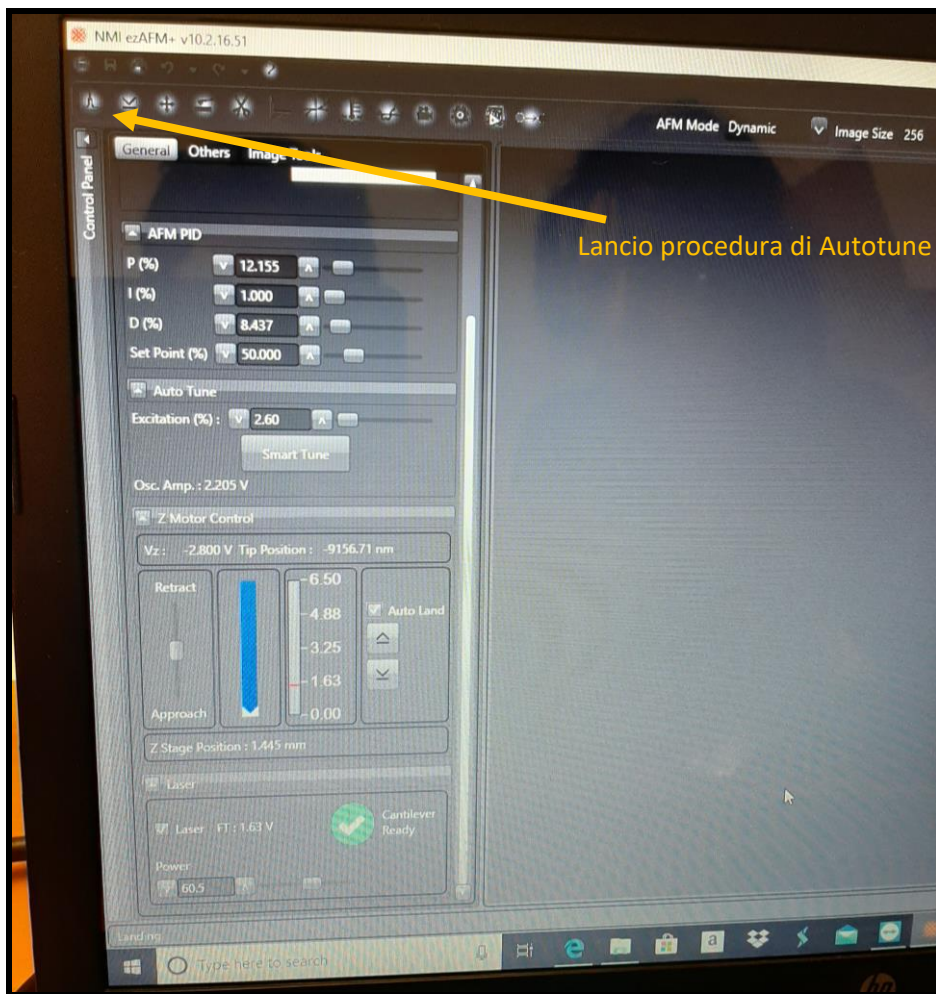
tra 60 e 70. A questo punto si visualizza la spunta in verde 'Cantilever Ready' nella parte in basso a sx della schermata del software.

4. Nel Menu principale sulla sx: Other → PhotoDiode, e aggiustare la potenza del laser con piccoli ritocchi delle freccine up e down fino a raggiungere un valore di Laser FT: 1.73-1.74 V, fino a 2 V. Abbassarlo, ad esempio a 1.5 V, se si riscontra che c'è molto rumore.

5. Visualizzazione del cantilever col laser che si auto-allinea su di esso: si fa mediante Spectrum che è il software della camera.

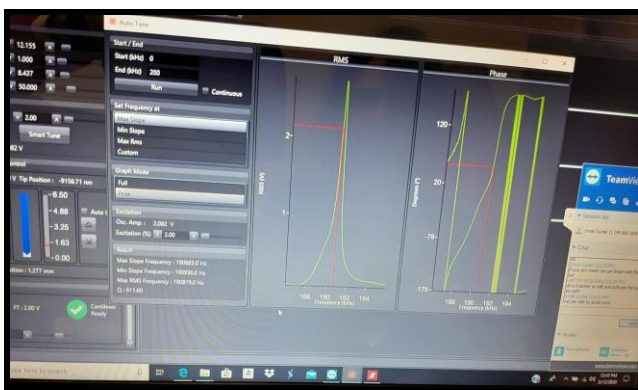
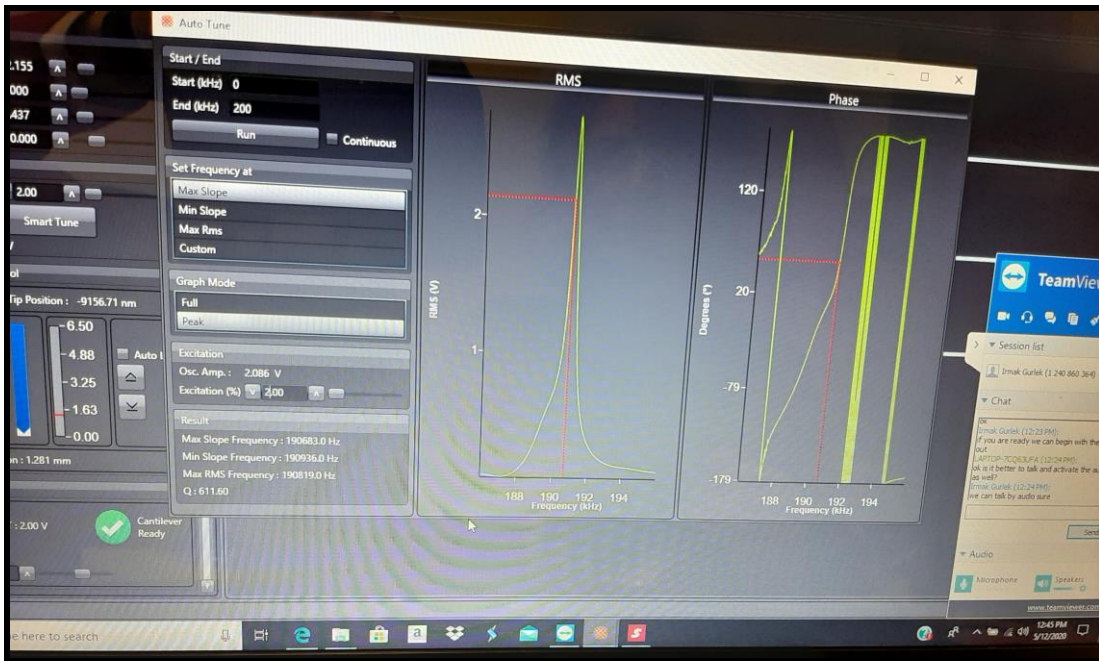
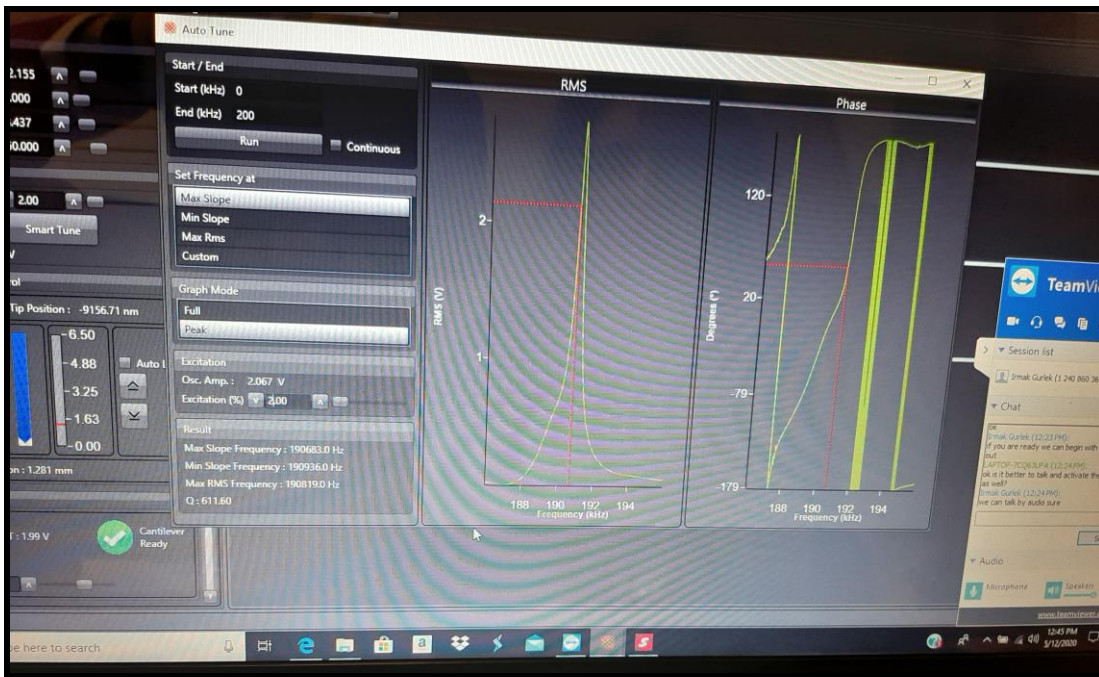


## 6. Autotune



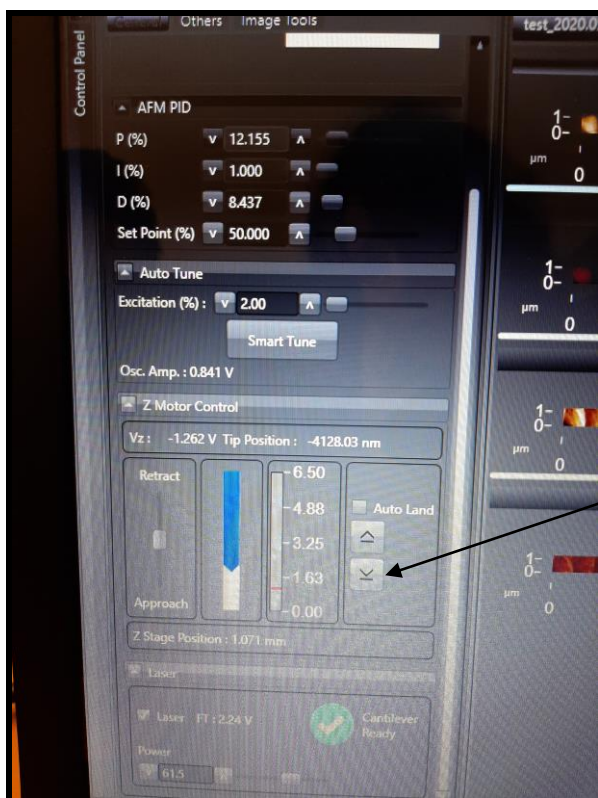
Procedura di Autotune per la modalità Tapping. Si lancia dal pulsante col picco che si trova in alto a sx nel software, poi si preme RUN e la procedura si avvia. Alla fine si visualizza quanto riportato nella figura seguente. Come si vede la curva del picco RMS mostra un picco regolare, e la frequenza settata (linee rosse tratteggiate) corrisponde ad una RMS un po' sopra i 2V sulla spalla sx della risonanza. Settare in Excitation (%) il valore 2.00 (se c'è rumore abbassarlo progressivamente ad es. a 1.6), Set Frequency at Max Slope, Graph Mode: Peak. Per i cantilever che si usano per il Tapping mode, va bene settare Start/End da 0 a 200 kHz per la scansione dell'Autotune. Osc. Amplitude: 2-2.1 V va bene per i cantilever che si usano in modalità Tapping. Premere nuovamente RUN dopo questi controlli e settaggi. Successivamente chiudere la finestra di Autotune.



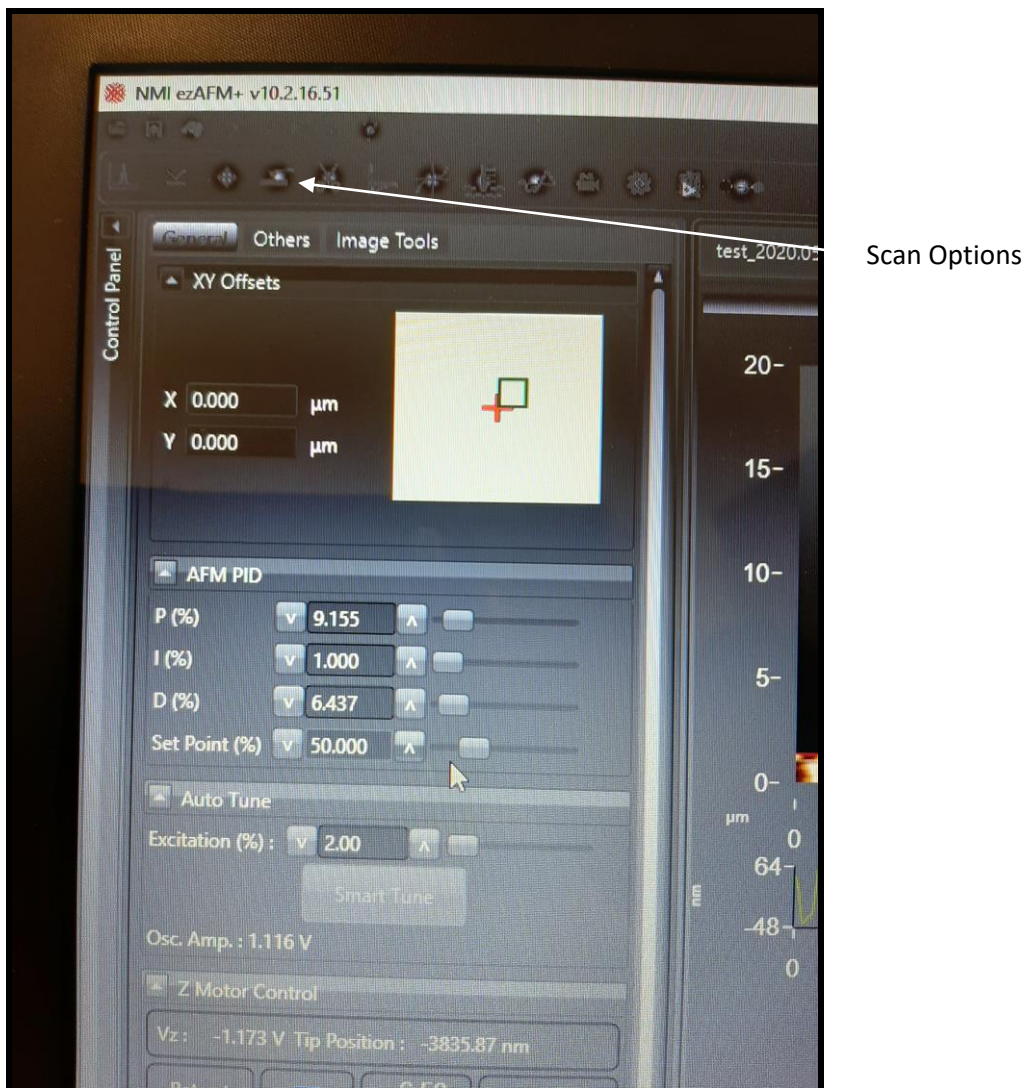


7. Z-motor control (in basso a sx, subito sopra la spunta verde di Cantilever Ready). In questa finestra controlliamo ora l'approccio della punta al campione. Provare dapprima a premere la barra verticale del controllo Retract/Approach verso Retract (si fa premendo sul tastino in mezzo alla barra e tenendo premuto si muove verso Retract con decisione, quando c'è movimento si sente un rumorino che viene dalla testa), mentre la punta si muove si vede che la Z-stage position aumenta. Per un buon Retract che porta la punta in sicurezza vanno bene circa 2.6-2.7 millimetri. Questo ( $\geq 2$  mm) è anche il valore di sicurezza in Retract che bisogna raggiungere prima di montare un diverso campione. Per la procedura di Approach invece, è meglio NON usare la barra, perché si potrebbe danneggiare il chip di allineamento oltre a punta, campione ecc. Fare invece: ☒ Auto Land, in modo che la punta trovi la superficie in modo automatico ed in sicurezza (cliccando su Auto Land si vede che la coordinata Z diminuisce progressivamente ed automaticamente fino a circa 1.07 mm), e poi cliccare una o due volte sul tasto di approccio sotto indicato (a questo step c'è l'ingaggio fine con la superficie vero e proprio). La parte blu della barra colorimetrica verticale subito a dx della barra Retract/Approach deve essere circa a metà. La Z-stage position quando il cantilever è approcciato è di circa 1 millimetro.

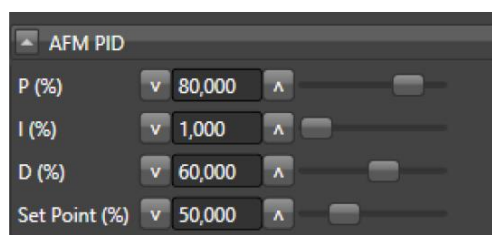
Durante la fase di approccio vera e proprio (ossia, dopo l'Autoland), la z stage position sostanzialmente non cambia più, mentre la tip position fa un salto diminuendo in valore assoluto (ad es. da -9.1 micron a -5.5 o -6.0 micron).



8. Scan Options, si settano premendo sul pulsante sotto indicato. I parametri sono Scan Area (ad es., 20 micron), Scan Speed (ad es., 10 micron/secondo, per avere un'idea, settare il valore avendo a riferimento la metà dell'area di scansione, in modo che ogni scansione prenda circa 2 secondi, va bene per campioni microscopici), Image pixel width (256, o al max 512) e height (256, o al max 512).

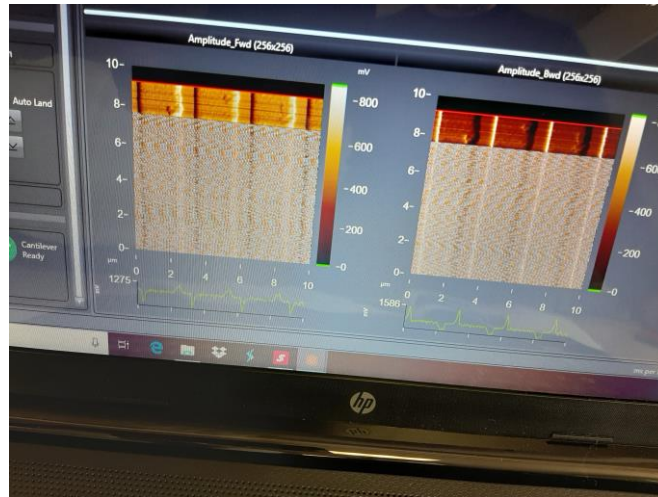


9. AFM PID values: vedi valori tipici in fotografia o nel set riportato qui di seguito. In generale vale quanto segue: a) NON esiste un valore ottimale a priori dei parametri PID, dipende dal campione e dalla specifica misura, e b) si possono cambiare anche durante la scansione per poterne valutare l'effetto e scegliere così i più adatti alla specifica misura.



Un buon modo di variare i parametri PID durante la scansione è osservare la quantità di rumore che c'è sul segnale di amplitudine, che idealmente deve essere completamente piatto ossia costante. Un esempio di seguito: la scansione procedeva dal basso in alto ed a un certo punto è stato variato il parametro P del PID da 20 a 10, con immediata riduzione del rumore.





Nella figura in alto si vede ancora che il profilo dell'amplitude risente di molti salti in corrispondenza di gradini presenti sul campione, che il PID fa ancora fatica a compensare. Una cosa che si può fare a questo punto è aumentare la D del PID, che controlla la risposta 'veloce' e dunque può essere utile in caso di discontinuità topografiche sul campione. Un risultato positivo si è avuto nel caso precedente alzando poi D da 7 a 20, migliorando quindi la risposta veloce del controllo il che ha portato ad un po' di abbassamento delle spike nel profilo dell'amplitude.

10. Sempre nella finestra 'General' a sx del software, settare gli XY offset. La crocetta rossa indica la posizione del cantilever ed il quadrato verde indica l'area di scansione sul campione.

11. Da Scan Options → START SCAN

12. Accertarsi che l'opzione Saved Scanned Images sia selezionata. In questo modo le immagini scansionate sono tutte automaticamente salvate nella Directory 'Scanned Images' che sta sul desktop. Altrimenti naturalmente si può specificare una diversa collocazione della cartella in cui salvare i files tramite il campo 'Image Directory'. Tutte queste opzioni stanno sempre nella finestra 'Scan Options'.

13. L'immagine da usare è la Topography Image. Topography Flat ha il flatten automatico. Alla fine della scansione inoltre il software normalizza automaticamente la scala colorimetrica delle altezze in modo da andare da 0 (punto più basso) all'altezza massima che corrisponde al punto del bianco.

14. Image processing e image tools: ci sono diverse opzioni. Ne vedremo qualcuna direttamente in laboratorio.

Nota a: Per cancellare le marcature (linee di profilo, misure di angoli ecc.) dall'immagine sotto studio: andare sopra col mouse, comparire la manina, poi tasto dx.

Nota b: Per esportare i profili di linea e i grafici è preferibile usare il formato .txt. Per il salvataggio delle immagini invece va bene il classico tasto dx, "save as" e scelta dei differenti formati (.tiff, .png, ecc...).

15. Chiusura e messa in sicurezza: Cliccare due o tre volte sul tasto opposto rispetto all'approccio e poi premere sulla barra a sx e andare verso Retract, in più step di sollevamento ciascuno piccolino, fino a raggiungere i 2.7-2.8 mm che servono per spegnere tutto in sicurezza. Chiudere il software ezAFM+. Spegner il controller dall'interruttore dietro, questo spegne automaticamente il laser (corrispondentemente si spegne anche l'immagine della telecamera nel sw Spectrasee).