



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Dipartimento di Ingegneria dell'Informazione

***Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Informatica e
dell'Automazione***

*Realizzazione di un potenziostato per la Microscopia a Scansione
Elettrochimica*

*Realization of a potentiostat for Electrochemical Scanning
Microscopy*

Relatore

Prof. Ing. Marco Farina

Tesi di Laurea di

Quang Trung Thai

Matr. 1066788

Anno Accademico 2020/2021

INDICE

Introduzione

Capitolo 1

Tecnica di microscopia: Scanning Tunneling Microscopy.....4

1.1 Sistema di controllo e modalità operative STM.....7

1.2 Fasi di acquisizione di una immagine di scansione.....9

1.3 Punta STM e risoluzione spaziale.....10

1.4 Posizionamento del campione.....13

1.5 1.5 Caratteristiche della Tecnica STM.....14

Capitolo 2

Tecnica di microscopia: Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy (ECSTM).....15

2.1 Configurazione microscopio ECSTM con Bi-potenziostato.....16

2.2 Effetto Tunneling in liquido.....17

Capitolo 3

Realizzazione del potenziostato JUAMI.....19

3.1 Potenziostato JUAMI lato Hardware.....20

3.2 Potenziostato JUAMI lato Software.....23

3.3 Codice sorgente in LabView.....24

Conclusioni

INTRODUZIONE

Fino agli anni '80, il genere umano ha potuto soltanto immaginare le architetture atomiche, descriverle a livello teorico o ricavarne informazioni in modo indiretto, attraverso metodologie molto complesse.

Alcuni singoli microorganismi non possono essere osservati direttamente ad occhio nudo perché possiedono dimensioni al di sotto del potere risolutivo dell'occhio umano che è di circa un decimo di millimetro e corrisponde a $100\mu\text{m}$, una misura appena sufficiente a distinguere lo spessore di un foglio di carta o il diametro di un capello. La visione diretta dell'infinitamente piccolo a una dimensione in cui sia possibile identificare gli atomi e la loro struttura, è una conquista recente resa realizzabile da tecniche e metodi raggruppati sotto la dizione di nanotecnologie.

Tra le innovazioni apportate da questa disciplina, emerge quella di migliorare gli strumenti di misura, che a loro volta permettono l'osservazione e la conoscenza di fenomeni su scale sempre più piccole, sino al nanometro.

Le diverse modalità operative di queste tecniche rendono possibile anche lo sviluppo della biologia cellulare e molecolare, grazie alla combinazione di alta risoluzione spaziale e la capacità di estrarre contemporaneamente ad immagini topografiche anche informazioni di natura elettrica, magnetica o meccanica.

Il presente lavoro è il risultato dell'esperienza di tirocinio sperimentale avvenuta presso il Laboratorio di Microscopia del Dipartimento di Ingegneria dell'Informazione dell'Università Politecnica delle Marche, con l'obiettivo di utilizzare una particolare tecnica di microscopia, la *Scanning Tunneling Microscopy* per l'analisi della struttura superficiale di un campione biologico tramite l'ausilio di un potenziostato, appositamente costruito a supporto del microscopio, per l'eliminazione delle correnti faraidiche.

Le correnti faraidiche o correnti parassite si generano autonomamente, data la natura biologica del campione, durante l'analisi di quest'ultimo all'interno della cella e se non accuratamente eliminate comprometterebbero in maniera negativa la misurazione e conseguentemente lo studio della struttura del campione biologico.

Nel *Capitolo 1* viene descritta in maniera generale la tecnica di microscopia *Scanning Tunneling Microscopy* per illustrarne le relative le caratteristiche e peculiarità.

Nel *Capitolo 2* viene illustrata la tecnica di microscopia *Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy*, evoluzione della *Scanning Tunneling Microscopy*, analizzando le differenze tra le due tecniche di microscopia.

Nel *Capitolo 3* viene descritto il procedimento per la costruzione del potenziostato.

CAPITOLO 1

1 Tecnica di microscopia: Scanning Tunneling Microscopy

Storicamente il primo nella grande famiglia di microscopi a scansione di sonda è stato il microscopio ad effetto tunnel (STM), ideato nel 1981 da Gerd Binnig ed Heinrich Rohrer per lo studio di superfici solide, che valse loro il premio Nobel per la fisica nel 1986.

Un microscopio STM che sfrutta la corrente di tunneling, l'effetto per cui gli elettroni a distanze molto piccole (dell'ordine dell'Å) possiedono una probabilità non nulla di attraversare una barriera di energia potenziale, pur non avendo una energia cinetica sufficiente a farlo. Tale probabilità è non trascurabile solo su scale atomiche e la corrente di tunneling dipende esponenzialmente dalla distanza punta-campione (*figura 1.1.*)

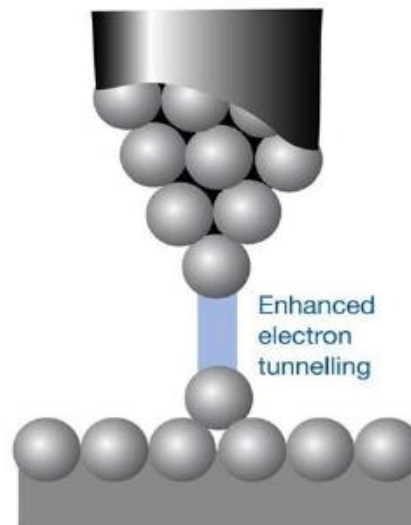


Figura 1.1. Flusso di elettroni attraverso la barriera di potenziale.

Applicando una differenza di potenziale tra due conduttori, solo gli strati elettronici che si trovano nell'intervallo di energia al di sopra o al di sotto del livello di Fermi contribuiscono alla corrente di tunneling (*figura 1.2.*)

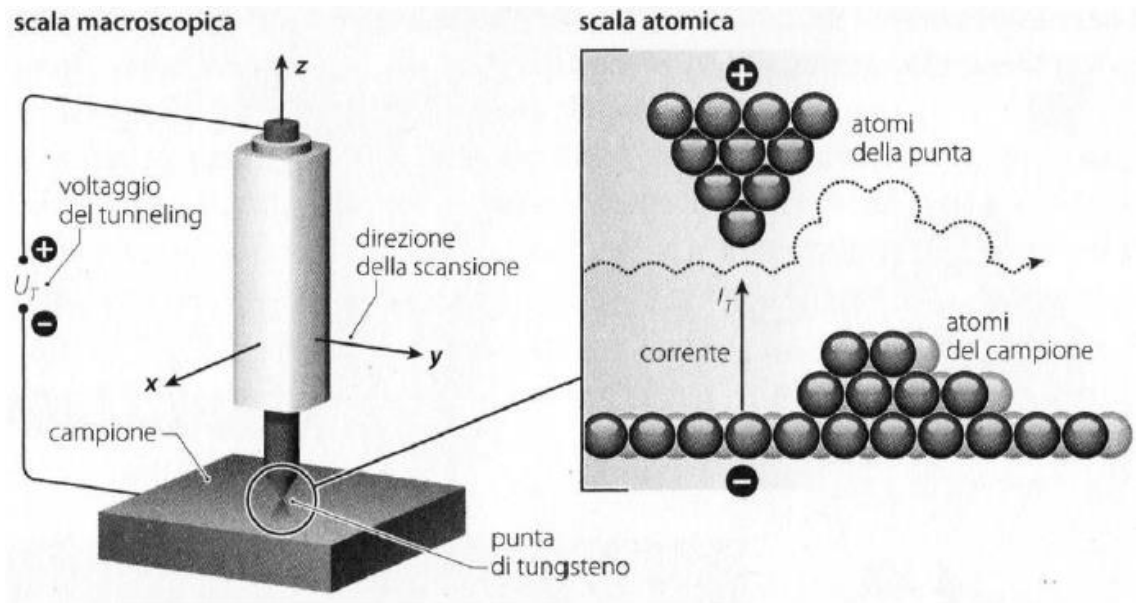


Figura 1.2 Schema di funzionamento di un microscopio ad effetto tunnel [1].

Secondo la meccanica quantistica, esiste una dipendenza esponenziale di tale corrente dallo spessore dell'isolante, espressa come:

$$I = \frac{V}{z} e^{-\frac{z}{k}}$$

dove V è la tensione applicata, k è un coefficiente dell'ordine di 10^{-10} m e, z è lo spessore della barriera di potenziale rappresentata dall'aria (*figura 1.3*).

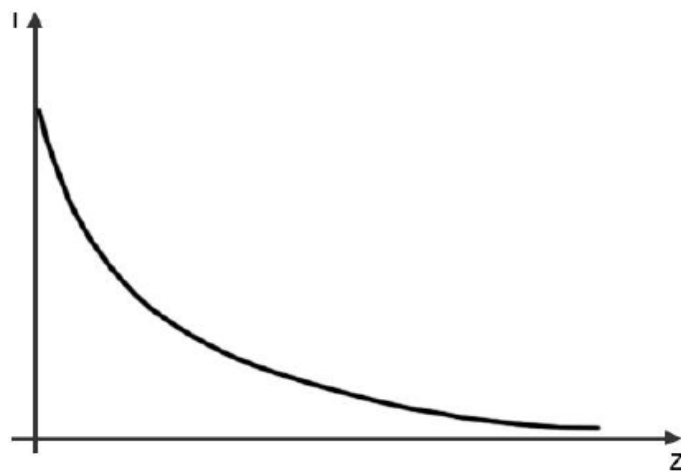


Figura 1.3 Andamento della corrente di tunneling in funzione dello spessore della barriera di potenziale.

Quindi, più lo spessore della barriera è piccolo e, cioè più la punta è vicina al campione, più aumenterà il flusso netto di elettroni tra i due materiali interagenti (punta-campione); quindi l'intensità della corrente di tunneling, elevata a piccole distanze punta-campione, permette, in un microscopio STM, di ricavare una immagine topografica della superficie del campione e cioè di ottenere informazioni sulla struttura locale di superfici conduttive.

La caratteristica fondamentale della STM, che la differenzia dalle altre tecniche SPM, consiste nel riuscire a rilevare intrinsecamente non solo mappe topografiche ma anche di conducibilità.

Possiamo pensare alla corrente di tunneling come funzione di due parametri: distanza punta-campione e conducibilità campione. Dipendenza, questa, fortemente significativa soprattutto in campioni non omogenei.

Infatti, nelle immagini scansionate le zone più alte sono quelle in corrispondenza delle quali la distanza punta-campione è ridotta e la corrente di tunneling è elevata, ciò implica che in quella zona del campione anche la conducibilità è alta.

La corrente di tunneling è facilmente misurabile per distanze punta-campione fino a decine di Å (angstrom) [2].

Nella STM i campioni devono essere buoni conduttori di corrente; con questo tipo di microscopia a scansione di sonda è possibile, inoltre, lavorare in aria, in acqua o in altri liquidi e, in vuoto. Il vuoto permette di raggiungere risoluzioni ancora maggiori, fino ad un centesimo di nanometro su certi tipi di campione.

1.1 Sistema di controllo e modalità operative STM

Un sistema di controllo STM può essere schematizzato come segue (figura 1.4):

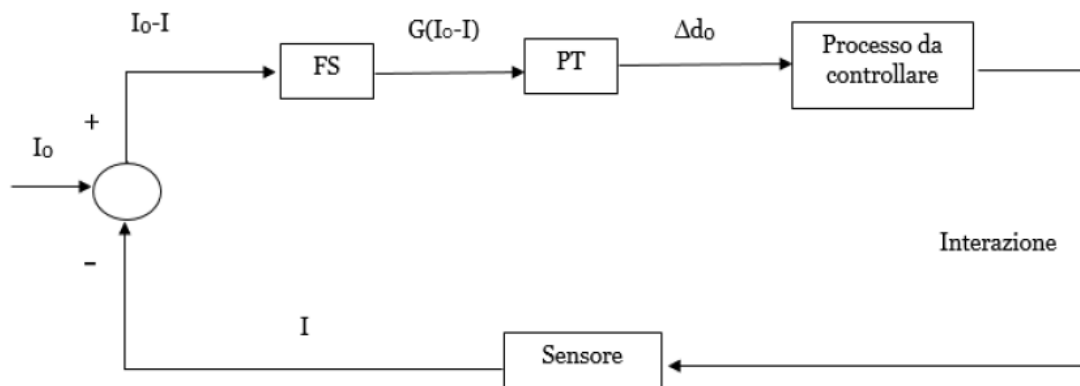


Figura 1.4 Schema di controllo STM.

La STM può funzionare in due modalità:

- *corrente costante;*
- *altezza costante;*

Nella modalità a corrente costante (figura 1.5), la punta STM è connessa ad un circuito di feedback che regola la posizione verticale in modo da tenere fisso il valore di corrente di tunneling.

Infatti durante la fase di scansione, tale corrente (inversamente proporzionale alla distanza punta campione) viene confrontata con il valore di set point I_0 impostato dall'operatore; un segnale di errore, $I_0 - I$, arriva in ingresso al controllore che lo amplifica e invia, come segnale di comando, all'attuatore piezoelettrico.

L'errore amplificato genera una contrazione del piezo che a sua volta in uscita darà luogo ad un segnale meccanico Δd_0 corrispondente ad una distanza punta-campione desiderata e quindi ad una differenza $I_0 - I$ nulla.

Con il feedback attivato, quindi, è possibile lavorare a distanza punta-campione costante (e quindi a I di tunneling costante), ottenendo così l'immagine della superficie x,y del campione in funzione della direzione di scansione.

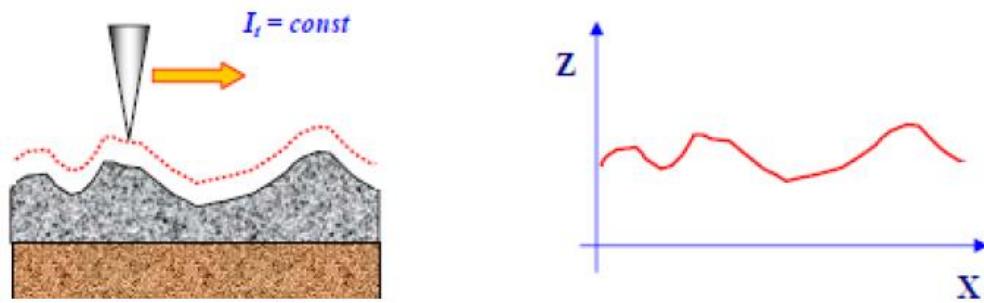


Figura 1.5 Modalità corrente costante [3].

Nella modalità ad altezza costante (*figura 1.6*), invece, la punta della sonda viene mantenuta fissa in una posizione verticale in modo da mantenere sempre la stessa distanza dalla struttura su cui è montato il campione e, il profilo superficiale del campione viene ricostruito a partire dalla misura della variazione di corrente. Per lavorare in questa modalità, si disattiva il feedback e si imposta un valore di I_0 (in genere abbastanza grande), ottenendo, quindi, immagini della superficie del campione in termini di I di tunneling in funzione della direzione di scansione.

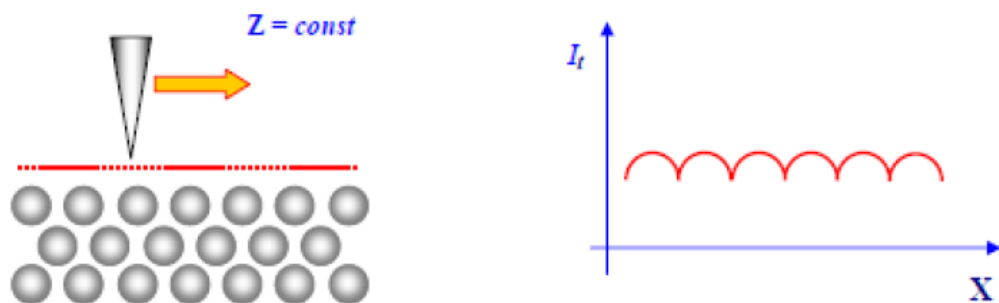


Figura 1.6 Modalità altezza costante [3].

Tra le due tecniche, la seconda permette di scansionare superfici a velocità piuttosto elevate e di osservare cambiamenti della superficie in tempo reale [3].

1.2 Fasi di acquisizione di una immagine di scansione

L'acquisizione dell'immagine di una scansione utilizzando una testina STM (*figura 1.7*) è composta da quattro fasi.



Figura 1.7 Testina STM [4].

Fase 1) Set Point: Viene impostato un valore di set point proporzionale alla corrente di tunneling desiderata tra punta e campione, tale valore deve essere ridotto al minimo poiché vi è il rischio che con un'interazione punta-campione troppo elevata possa intaccare l'integrità della punta che in tal caso dovrà essere sostituita.

Fase 2) Bias: Viene impostato un valore di Bias ovvero una differenza di potenziale necessaria affinché si verifichi l'effetto tunnel a distanze ridotte punta-campione.

Fase 3) Approach: Si avvia la procedura di avvicinamento (landing) fornendo così il segnale di comando al motore a passo.

Nella fase iniziale del landing il segnale dell'anello di retroazione è al valore minimo di conseguenza gli elettrodi esterni del piezo tubolare, posizionato al di sotto della porta-campione, non sono raggiunti dal segnale.

Durante l'avvicinamento, il segnale assume valori sempre maggiori ed in relazione a tale aumento il piezo incomincia a contrarsi.

La fase di atterraggio termina quando il sistema di retroazione si stabilizza al valore di set point precedentemente impostato.

Il sistema è pronto per la scansione.

Fase 4) Scan: Durante la scansione, la punta posizionata sul campione, partendo da un punto iniziale scorrerà su tutta la superficie del campione seguendo una precisa traiettoria decisa precedentemente.

Il sistema di feedback provvederà alla correzione della distanza punta-campione affinché la corrente di tunnel rimanga costante mantenendo valore di set point impostato.

Si avrà quindi una scansione della topografia della superficie del campione.

1.3 Punta STM e risoluzione spaziale

La tecnica STM garantisce di ottenere immagini di eccezionale risoluzione dato che vengono utilizzate punte di dimensione ridottissima, in cui solo gli atomi terminali interagiscono col campione. Inoltre, per rilevare correttamente profili molto rugosi, è necessario che la punta sia molto affilata avendo quindi una maggiore precisione.

Una punta per microscopia STM è caratterizzata da:

- raggio di curvatura estremamente piccolo;
- grande affilatezza;
- buona conducibilità elettrica;
- buona stabilità chimica all'aria;

Per quanto riguarda la scelta dei materiali per la realizzazione di punte per STM per soddisfare le caratteristiche sopra richieste è necessario l'utilizzo dei metalli.

I più comunemente utilizzati sono:

- tungsteno
- oro
- platino – iridio

Quelle più diffuse sono quelle in tungsteno, essendo le più economiche, tuttavia presentano lo svantaggio di ossidarsi rapidamente, pertanto, laddove non si possano usare quelle in tungsteno vengono adoperate punte in platino e iridio; il platino difficilmente si ossida e la piccola frazione di iridio rende la punta dura e resistente.

La punta (*figura 1.8*) è caratterizzata da tre principale grandezze:

- il raggio di curvatura r che determina la risoluzione laterale su una superficie liscia;
- il semi-angolo di apertura θ che rappresenta il maggiore angolo di inclinazione di una parete che una punta riconosce. Valori tipici di θ sono compresi tra i 10° (punte coniche) e i 45° (punte piramidali);
- l'altezza h che indica l'abilità di sondare strutture profonde: maggiore è tale valore maggiore è la profondità con cui si può sondare;

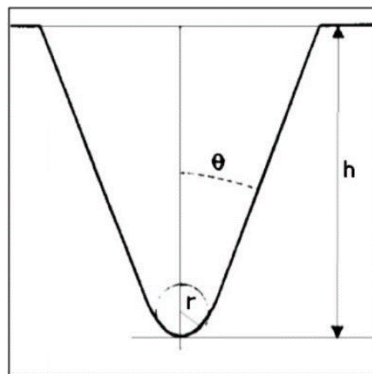


Figura 1.8 Grandezze caratteristiche di una punta STM.

Vi sono diverse tecniche per la realizzazione di una punta STM.

È possibile realizzare una punta conica affilata corrodendo elettro-chimicamente un filo di tungsteno (**W**), ottenendo agevolmente raggi di curvatura di 80 nm (*figura 1.9*).

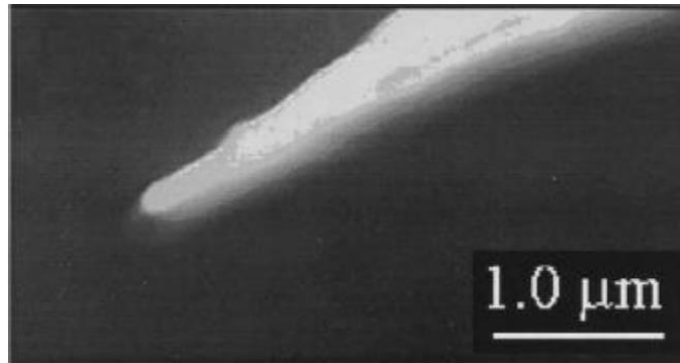


Figura 1.9 Punta STM ottenuta corrodendo elettro-chimicamente un filo di tungsteno [4].

Un procedimento analogo si può utilizzare per realizzare punte di platino-iridio (Pt – Ir).

In *figura 1.10* si osserva una punta ottenuta mediante un processo di attacco elettrochimico con $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COCH}_3$, con raggio di curvatura di 20 nm e angolo di apertura del cono di 20° .

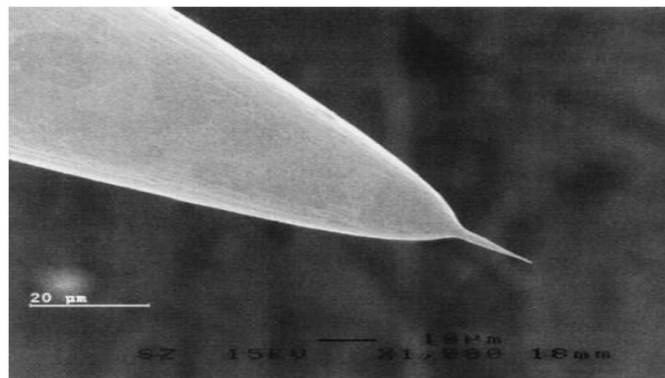
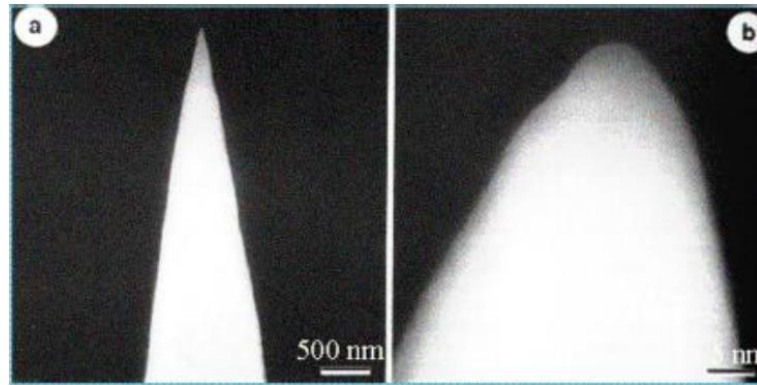


Figura 1.10 Punta STM in platino iridio (Pt – Ir) ottenuta con processo di attacco elettrochimico con $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COCH}_3$ [4].

Le punte per STM vengono realizzate anche in oro (*figura 1.11*), utilizzando un procedimento di attacco elettrochimico in soluzione acquosa di KCN.



1.11 Punta STM di oro con raggio di curvatura di circa 5nm e apertura minore di 30° [4].

Altra tecnica frequentemente usata per preparare punte STM consiste nel tagliare un sottile filo di Platino-Iridio con un angolo di circa 45°, mantenendo il filo in trazione [4].

1.4 Posizionamento del campione

Il porta-campione è in genere rappresentato da un supporto su cui viene posizionato un substrato di vetro rivestito di ossido di stagno di indio (ITO), corredato da una apposita aggancio che svolge la duplice funzione di tenere fermo il vetrino e di creare un contatto elettrico tra quest'ultimo e il supporto (*figura 1.12*).

Il vetrino su cui è depositato il campione da analizzare, viene inserito tra la molletta e il supporto, dopodiché si verifica la bontà del contatto elettrico con l'aiuto di un tester.

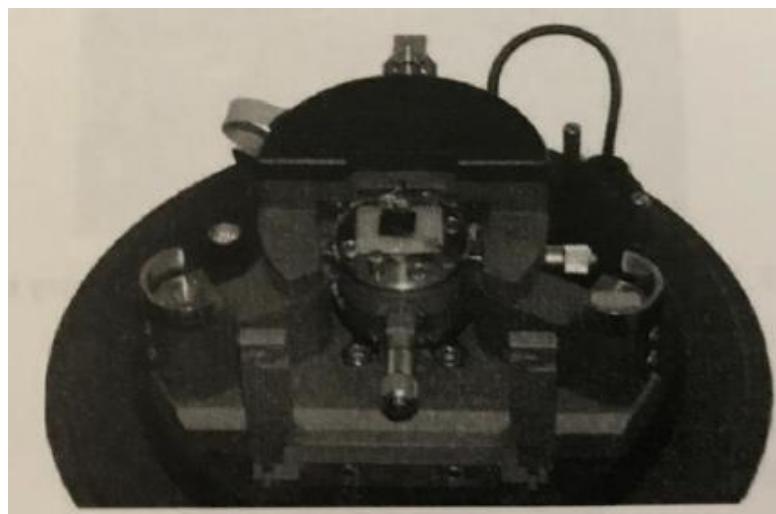


Figura 1.12 Tecnica STM: posizionamento del campione

1.5 Caratteristiche della Tecnica STM

La microscopia a effetto tunnel presenta diverse caratteristiche:

- Strumento estremamente sensibile in grado di realizzare immagini 3D con una risoluzione di pochi Angstrom;
- Non necessita di particolari preparazioni del campione;
- Può operare in condizioni ambientali di temperatura e pressione;
- Permette di ottenere informazioni sulla conducibilità del campione;
- Permette di analizzare solo superfici di materiali elettricamente conduttori o semiconduttori, questo perché per sostenere l'emissione tunnel di elettroni dalla superficie del campione, ci deve essere passaggio di corrente.

La tecnica STM viene prevalentemente utilizzata per la scansione di materiale inorganico, nel momento in cui si voglia scansionare campioni di interesse biologico questa tecnica non è più adatta perché qualunque campione organico per rimanere in vita necessita di una soluzione salina, che introduce delle correnti parassite all'interno del sistema di scansione non permettendo la corretta lettura dell'informazione.

In campo biologico quindi è necessaria la introduzione di ulteriore strumento che ha l'obiettivo di annullare le correnti faraidiche che si sviluppano all'interno della soluzione salina: il potenziostato.

La tecnica di microscopia avanzata, evoluzione della STM, che introduce il potenziostato prende il nome di Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy (ECSTM).

CAPITOLO 2

2 Tecnica di microscopia: Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy (ECSTM)

La *Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy* (ECSTM) è una tecnica di microscopia avanzata, che utilizza le nozioni derivate dalla STM, ponendosi come obiettivo lo studio delle interfacce elettrodo-elettrolita.

Pertanto, è possibile osservare che nella ECSTM vi sono degli elementi in comune con la strumentazione della STM.

Le principali differenze tra queste due tecniche di microscopia sono:

- Nella ECSTM viene introdotta una cella elettrochimica a tre elettrodi dove il substrato viene utilizzato come elettrodo di lavoro (WE) e un elettrodo di riferimento (RE) e contro-elettrodo (CE) completano la cella. Questa configurazione assomiglia ad una semplice configurazione a tre elettrodi accoppiata ad un potenziostato in cui il potenziale di lavoro può essere controllato rispetto ad un riferimento ad alta impedenza mentre la corrente viene lasciata scorrere tra l'elettrodo di lavoro e il contro-elettrodo.
- Nel caso della ECSTM le punte utilizzate non sono elettrodi attivi ma vengono utilizzati solo per individuare la morfologia superficiale del campione nonostante vengano sottoposte ad una tensione controllata al fine di applicare una caduta di tensione per guidare la corrente di tunneling. Un ulteriore miglioramento del sistema lo si può ottenere con l'introduzione di un bi-potenzializzatore con il quale è possibile controllare sia il potenziale della punta sia quello del campione in maniera indipendente tra loro rispetto all'elettrodo di riferimento introdotto nella cella [5].

La tecnica ECSTM assume un ruolo di rilievo tra le tecniche di microscopia perché oltre a poter operare in campo organico, con essa è possibile determinare non solo la

struttura locale superficiale ma anche i processi e le reazioni dinamiche che avvengono sulla superficie del campione in ambiente elettrolita.

2.1 Configurazione microscopio ECSTM con Bi-potenziostato

Nelle applicazioni elettrochimiche che utilizzano un potenziostato standard il potenziale dell'elettrodo di lavoro è controllato rispetto ad un elettrodo di riferimento manipolando la corrente che attraversa il contro-elettrodo.

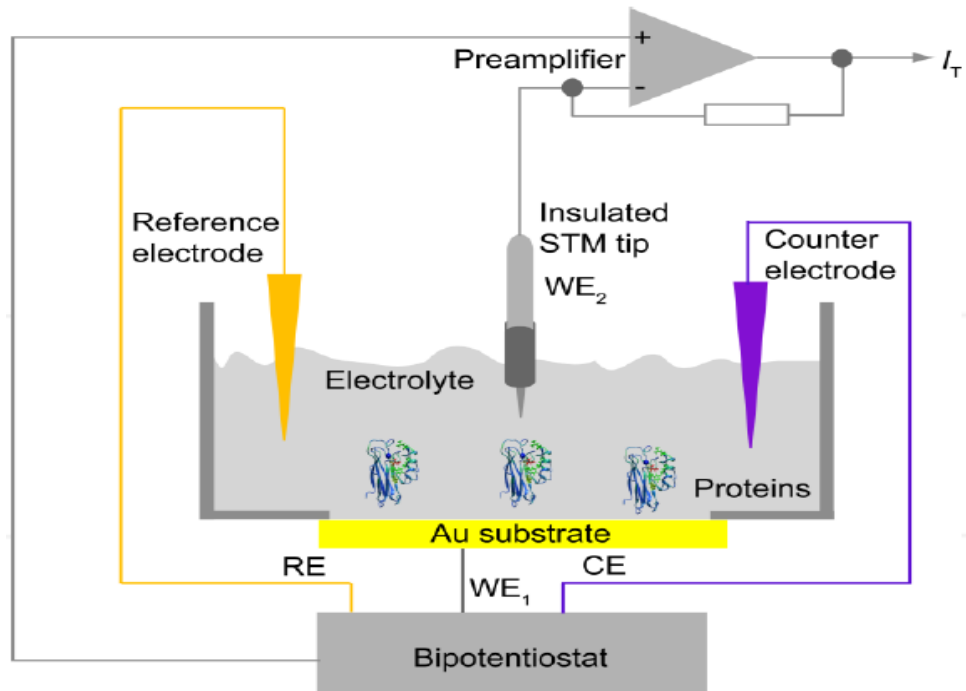
In generale nella STM ci si aspetta che la corrente entri in un sistema di misurazione dovuto al trasferimento di carica generata dall'effetto di tunneling tra punta e substrato.

Se però il potenziale di uno di questi due elettrodi non viene accuratamente controllato nella cella elettrochimica durante il trasferimento della carica si possono sviluppare dei meccanismi elettrochimici non trascurabili che andrebbero a generare un forte rumore di fondo sul circuito di controllo; inoltre l'assenza di controllo del potenziale può provocare anche delle variazioni di fase nella composizione della superficie dell'elettrodo; per questo non è possibile utilizzare un approccio potenziostatico.

Allora si utilizza un bi-potenziostato in grado di controllare il potenziale dei due elettrodi rispetto all'elettrodo di riferimento.

Nella configurazione ECSTM (*figura 2.1*) si ha una punta che generalmente viene posta molto vicina alla superficie del campione sino a generare una corrente di tunneling misurata da un inseguitore di corrente ad alto guadagno o tramite l'unità di controllo della STM tramite un preamplificatore.

In tale configurazione i potenziali di punta e substrato assumono contemporaneamente lo stesso valore in maniera indipendente rispetto al riferimento. Usualmente in tale configurazione il contro-elettrodo è ottenuto da un filo di d'oro o platino che consente una maggiore stabilità del flusso di corrente [6].



Inoltre, si ottiene un buon elettrodo di riferimento quando viene utilizzato un metallo in equilibrio elettrochimico con il corrispondente catione del metallo in soluzione. L'ECSTM ha il peculiare vantaggio di poter operare sia in aria che nel vuoto. Nonostante tali vantaggi non è ampiamente utilizzata a causa della complessità dei metodi per la realizzazione delle punte.

2.2 Effetto Tunneling in liquido

Generalmente la corrente che scorre nelle punte ha diverse componenti:

- La corrente di tunneling;
- La corrente faradica generata dalla reazione elettrochimica tra punta e l'interfaccia dell'elettrolita;
- La corrente generata dal processo di carica-scarica del doppio strato della superficie dell'elettrolita;

Quindi, se le correnti faradaiche e i processi di scarica-carica sono più grandi rispetto alla corrente di tunneling del setpoint, la misurazione non sarà più possibile; di conseguenza è necessario trovare una alternativa che si ponga come obiettivo quella di eliminare questi due contributi elettrochimici sulla corrente misurata dalla punta.

Sfruttando il fatto che le correnti faraidiche e capacitive sono direttamente proporzionali nell'area esposta dell'elettrodo una prima operazione da poter fare è quella di ricoprire tutta la punta tranne l'apice in maniera tale che la corrente di tunneling possa fluire mentre le correnti faraidiche e capacitive sono minimizzate [7].

La corrente di tunneling è solitamente impostata tra 1~10 nA e per ottenere misurazioni accurate, le punte rivestite devono produrre correnti faradaiche e capacitive inferiori a 0,1 nA.

Si possono utilizzare vari materiali come la cera, vetro fuso, capolimeri, o una combinazione di vetro e polimeri per rivestire la punta ma tale rivestimento non è sufficiente per ridurre i contributi faraidici e capacitivi in maniera significativa da poterli comparare alla corrente della punta non consentendoci di avere il controllo elettrochimico della cella.

La migliore opzione è quella di impiegare vernici elettroforetiche; esse sono chimicamente ed elettrochimicamente isolanti inerti e consentono di realizzare le specifiche richieste sopra esposte [8].

CAPITOLO 3

3 Realizzazione del potenziostato JUAMI

Per la realizzazione di un potenziostato che potesse essere utilizzato per eliminare le correnti faraidiche all'interno di una cella si è fatto riferimento al potenziostato progettato dalla JUAMI, una organizzazione senza scopo di lucro che collabora con diverse università americane, che ha come missione principale quella di divulgare tecniche e conoscenze per sperimentazioni in ambito fisico-chimico.

Il potenziostato JUAMI è composto da parti di elettronica a basso costo in particolare da un Arduino, ovvero una piattaforma hardware composta da una serie di schede elettroniche dotate di un microcontrollore.

È stato concepito per la realizzazione di esperimenti come voltammetria ciclica, voltammetria a scansione lineare e voltammetria ad onda quadra; di conseguenza è stato necessario riadattare il potenziostato per poterlo utilizzare come dissipatore di correnti parassite.

Questa operazione è stata realizzata lato software sostituendo il programma per il controllo del potenziostato della JUAMI con pannello di controllo scritto in LabView, ovvero l'ambiente di sviluppo integrato per il linguaggio di programmazione visuale della National Instruments.

3.1 Potenziostato JUAMI lato Hardware

Per la costruzione del potenziostato si è fatto riferimento al suo schema elettrico (figura 3.1).

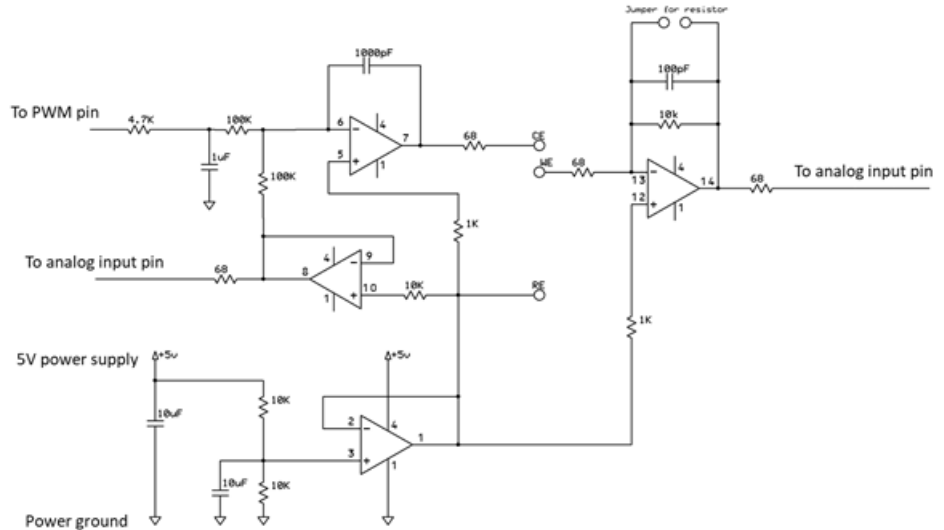


Figura 3.1 Schema elettrico del potenziostato JUAMI

Sono state fatte delle prove su breadboard per verificare il corretto funzionamento del potenziostato utilizzando il programma di controllo fornito dalla JUAMI. La prova è stata realizzata facendo una voltametria ciclica su una resistenza di 1k Ω .

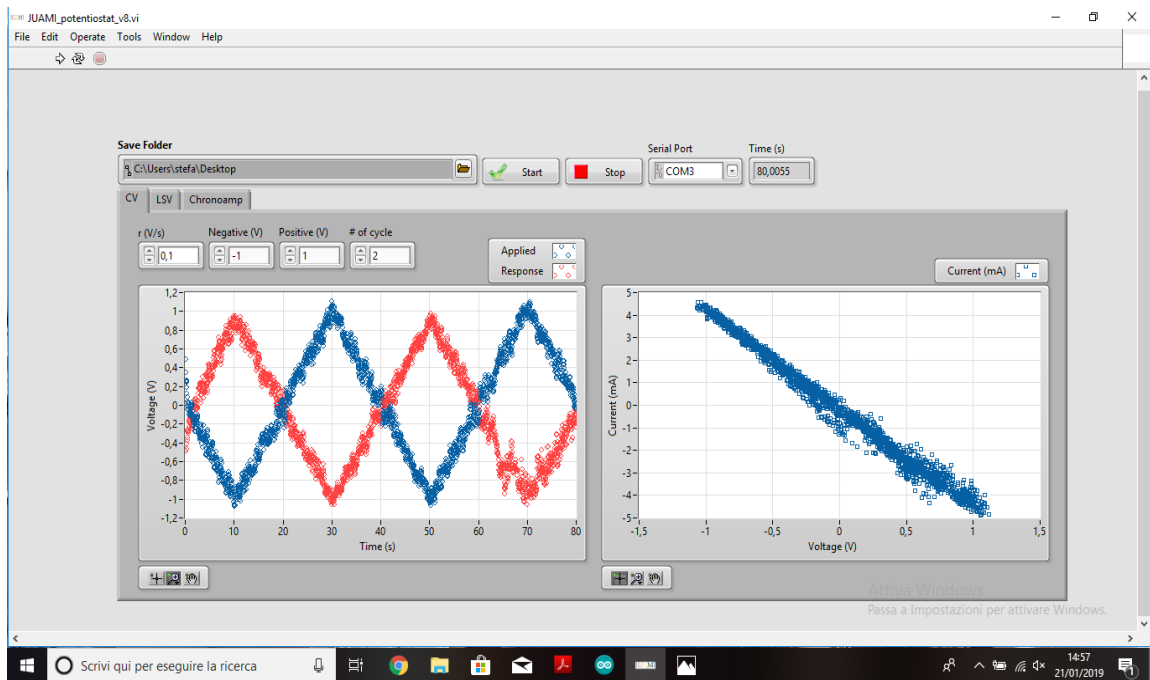


Figura 3.2 Prova del corretto funzionamento del potenziostato JUAMI

Come si può osservare dalla (figura 3.2), nonostante la prova sia andata a buon fine vi è un leggero rumore di fondo dovuto alle componenti non saldate tra loro che distorce in maniera significativa il segnale del potenziostato.

Per risolvere tale problematica si è deciso di realizzare una piastra saldata (figura 3.5) al fine di ridurre al minimo il rumore di fondo progettando le piste per la saldatura utilizzando Fritzing (figura 3.3) un software open-source per la progettazione elettronica, che consente il passaggio da semplici prototipi basati sulla breadboard al relativo circuito stampato (figura 3.4).

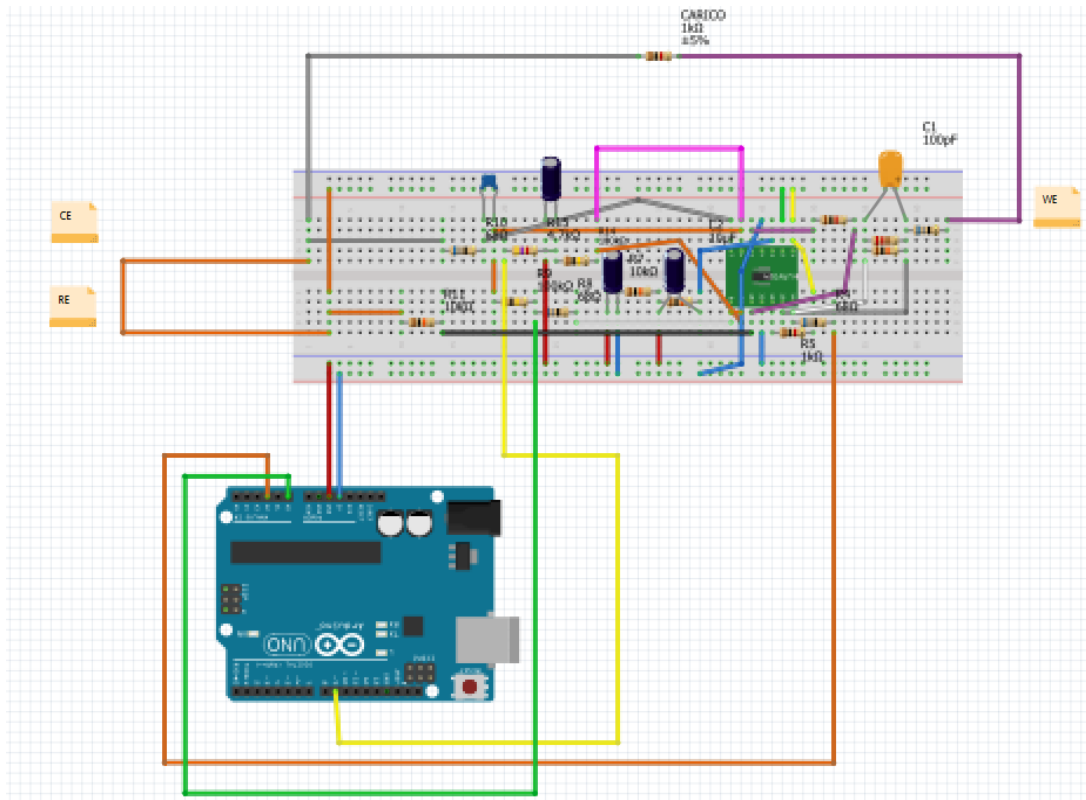


Figura 3.3 Schema elettrico realizzato in Fritzing

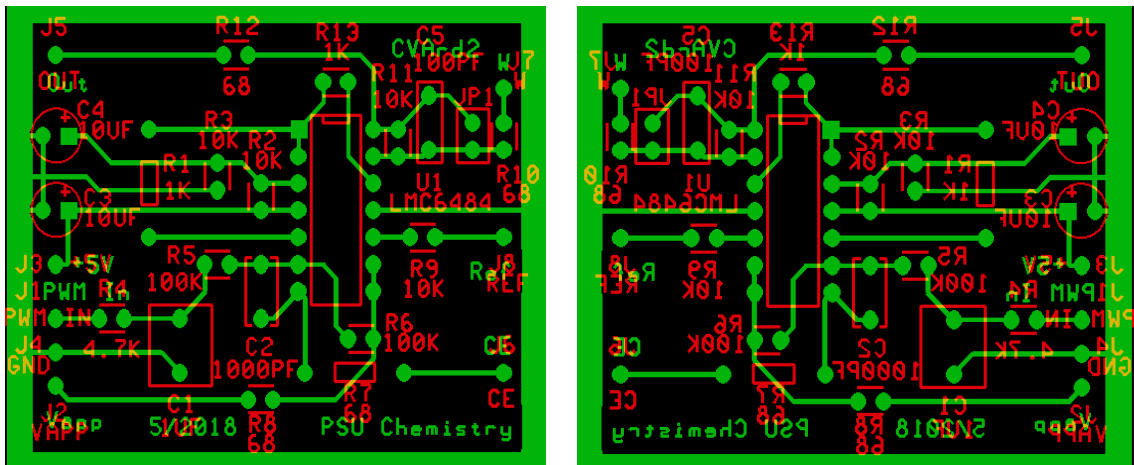


Figura 3.4 Conversione del circuito elettrico dalla breadboard alla pista per la saldatura

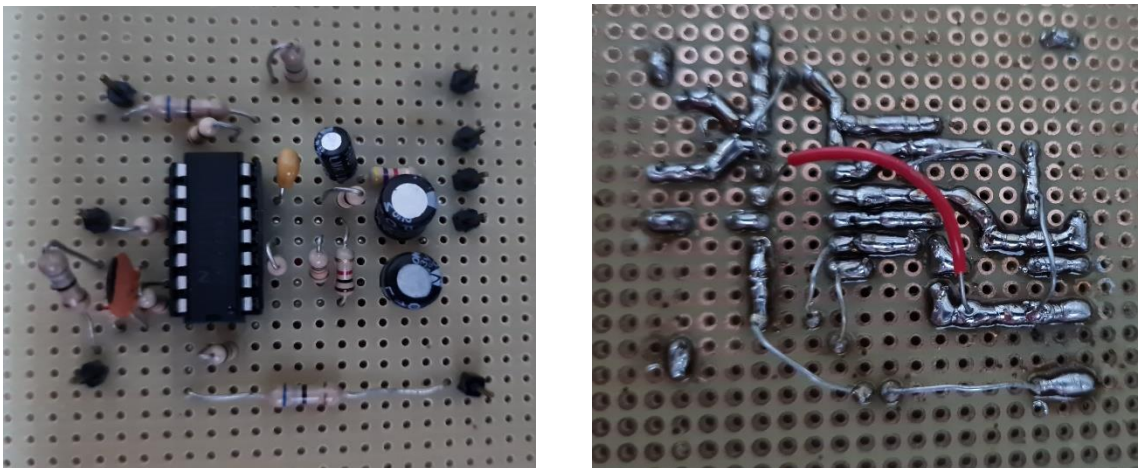


Figura 3.5 Circuito elettrico del potenziostato saldato su piastra

3.2 Potenziostato JUAMI lato Software

Il vantaggio principale nell'utilizzare Arduino nella progettazione del potenziostato è stato il fatto che è perfettamente compatibile con il linguaggio LabView di conseguenza la realizzazione di un pannello di controllo è risultato semplice ed immediato.

L'unica problematica da risolvere per il corretto funzionamento dell'apparecchio è stato aggiornamento della frequenza PWM dato che il circuito arduino genera una rampa di tensione tramite un metodo di modulazione della larghezza pulsata.

Le frequenze predefinite del canale PWM sulla scheda Arduino sono 490 Hz o 977 Hz, che sono troppo basse per l'applicazione in un potenziostato.

Tale frequenza predefinita perciò è stata modificata con poche righe di codice applicate a livello software direttamente nell'IDE di Arduino che viene codificato all'avvio del potenziostato.

Implementata tale modifica la realizzazione del pannello di controllo (figura 3.6) del potenziostato è stata eseguita interamente in linguaggio LabView.

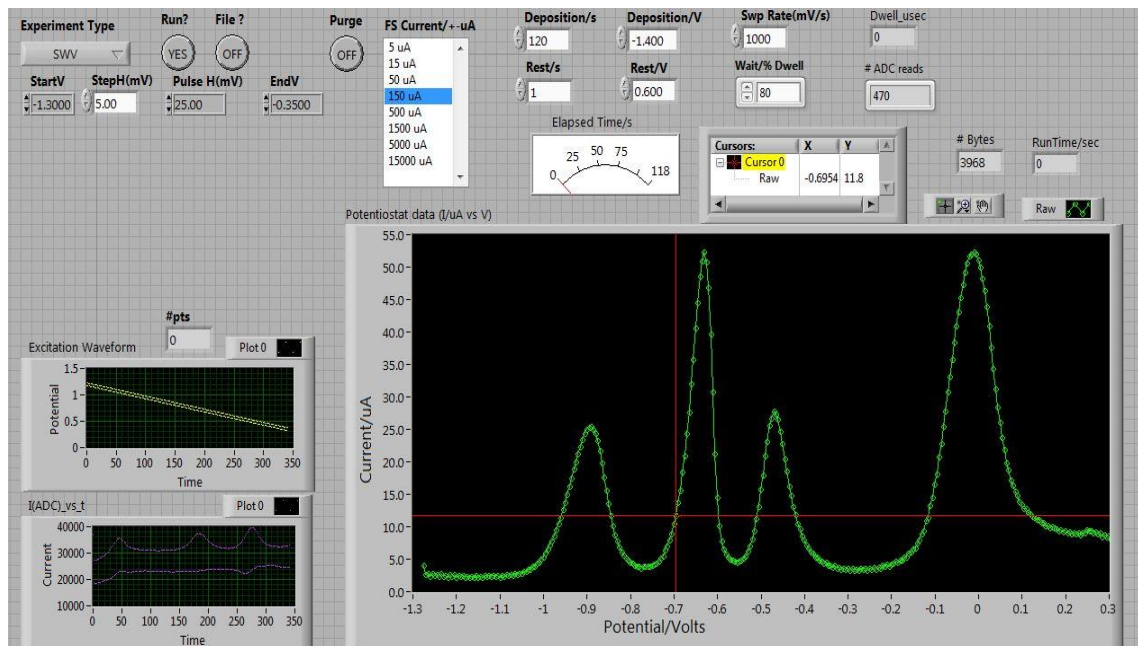
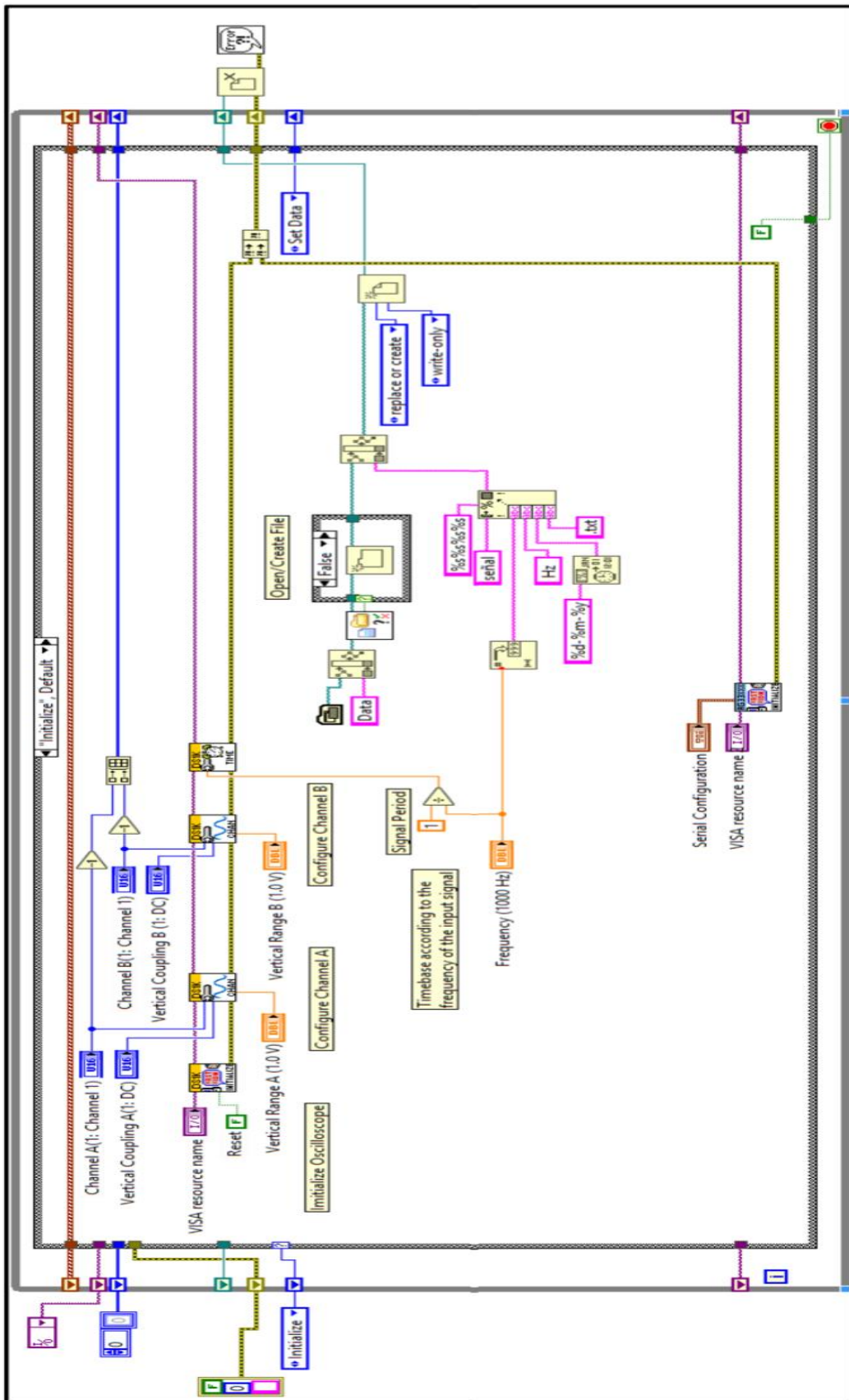
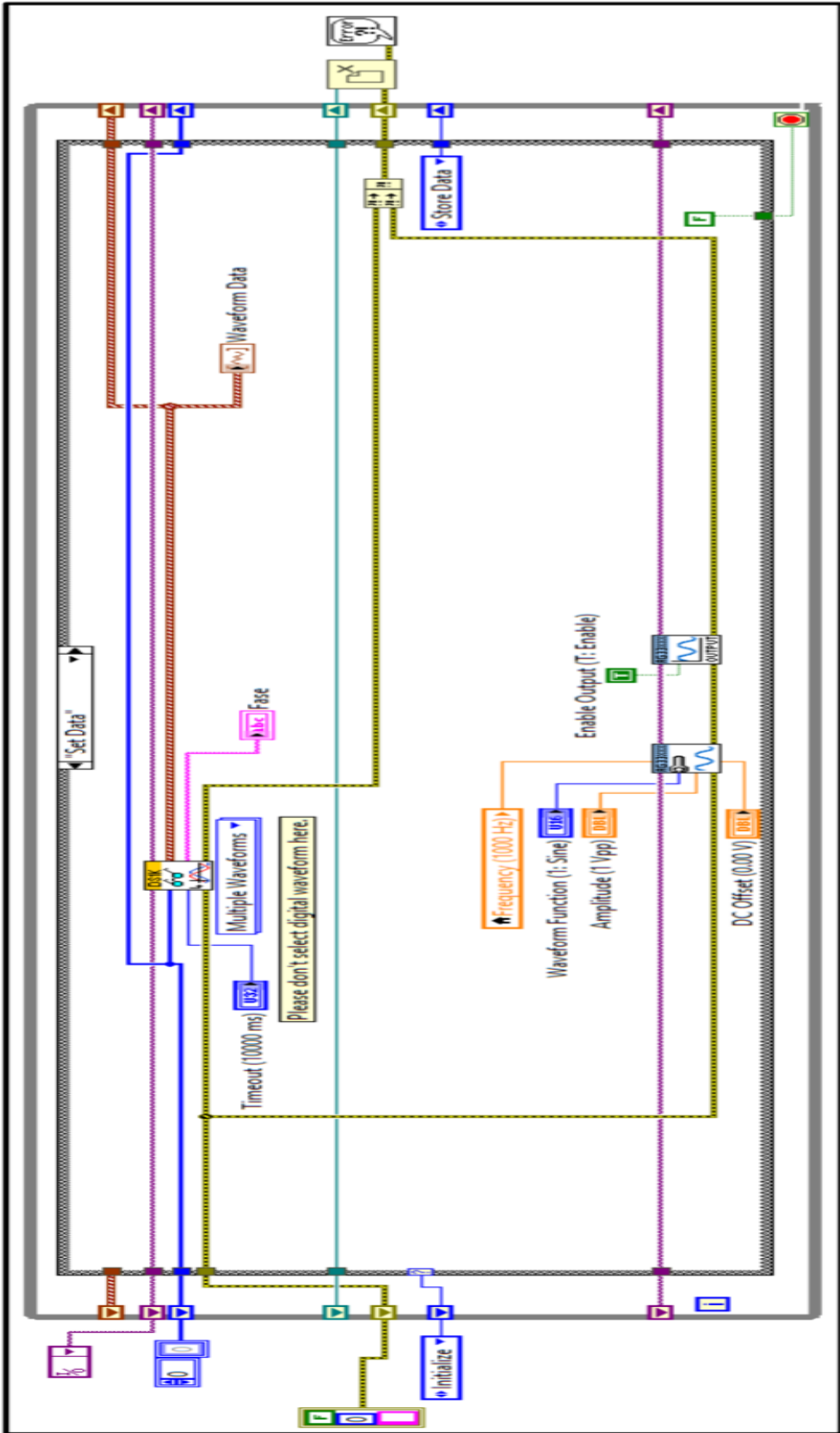
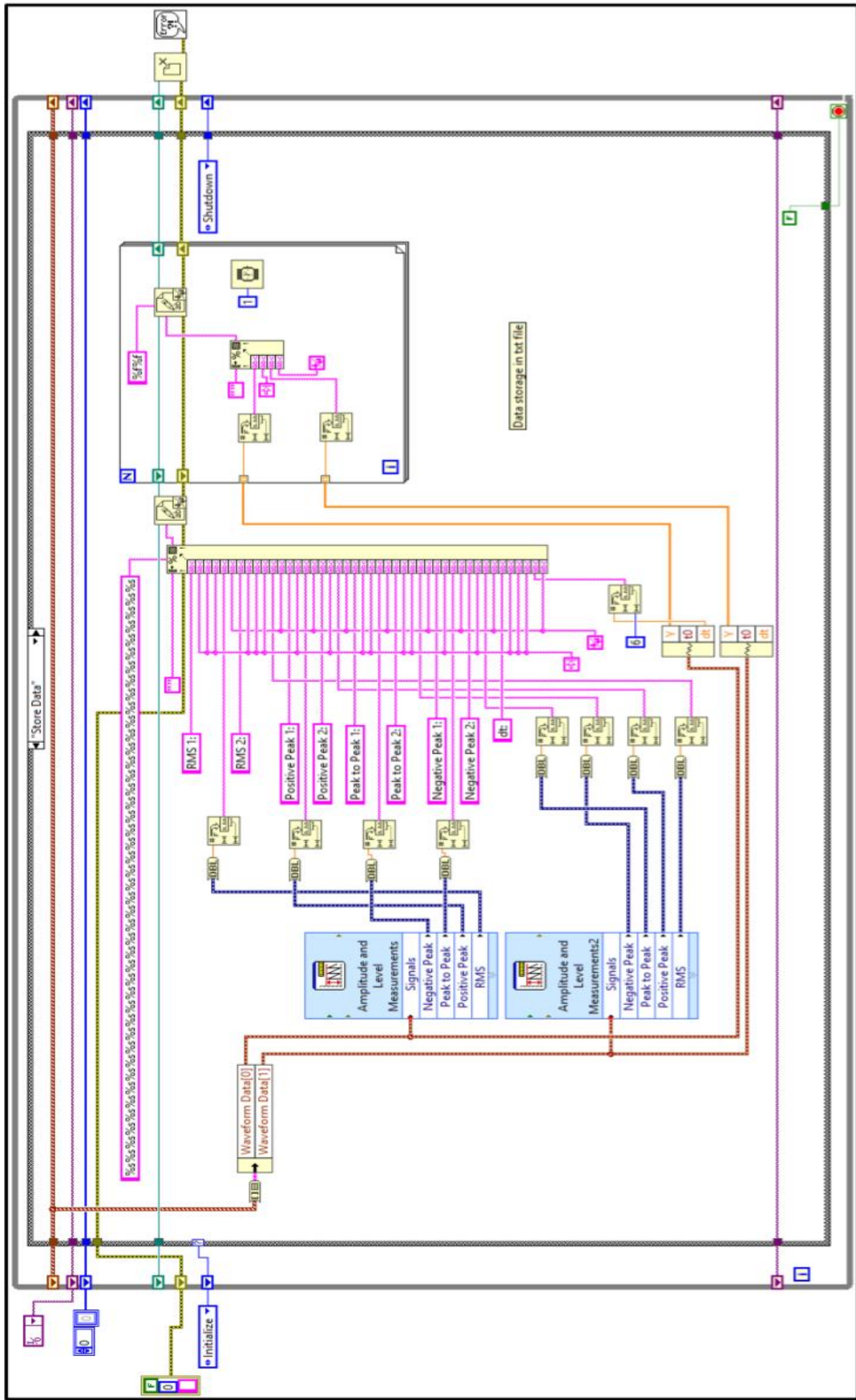


Figura 3.6 Pannello frontale per la gestione del potenziostato

3.3 Codice sorgente in Labview







Conclusioni

L'obiettivo del nostro operato è stato quello di dimostrare che è possibile realizzare un potenziostato per la gestione delle correnti faraidiche che si sviluppano all'interno di una cella elettrochimica contenente materiale biologico durante una microscopia di tipo ECSTM con il semplice ausilio di una scheda Arduino e quindi con una spesa considerevolmente limitata.

Considerando però che il rumore di fondo dei vari componenti elettronici impedisce una chiara lettura delle correnti nonostante la struttura saldata dell'apparecchio, per poter utilizzare un potenziostato così realizzato in maniera efficiente sarebbe necessario applicare la differenza di potenziale sugli elettrodi all'interno di una cella di dimensioni considerevolmente maggiori [6].

Oppure basare la costruzione del potenziostato non più su Arduino ma su ecosistemi diversi di schede elettroniche (Raspberry PI ecc.) che abbiano una capacità computazionale maggiore per la gestione dei segnali, consentendo così di correggere non a livello hardware ma a livello software il rumore di fondo.

Questo però apporterebbe una modifica sostanziale al progetto perché non sarebbe più assicurata la compatibilità con LabView.

Bibliografia e Sitografia

[1] Cingolani R. Il mondo è piccolo come un'arancia: una discussione semplice sulle nanotecnologie, Milano, il Saggiatore S.r.l, 2014

[2] Torzo G. SFM: Microscopia a Scansione di Forza, ICTIMA (Istituto di Chimica e Tecnologie Materiali Avanzati)

- CNR e INFM (Istituto Nazionale di Fisica della Materia), Dipartimento di Fisica dell'Università di Padova, La Fisica nella scuola, XXX, 2, 1997.

[3] Mironov V.L. Fondamenti di microscopia a scansione di sonda, Accademia Russa delle scienze, Istituto della fisica delle microstrutture, 2004, traduzione a cura di Torzo G.

[4] http://www.unina.it//biospec_14_2014

[5] Gitting D. I, Bethell D, Schiffrin D. J, Nichols R. J. A nanometre-scale electronic switch consisting of a metal cluster and redox-addressable groups. Nature 2000

[6] Pobelov I. V, Li Z, Wandlowski T. Electrolyte gating in redox-active tunneling junctions-

An electrochemical STM approach. J. Am. Chem. Soc., 2008

[7] Zhang B, Wang E. Fabrication of STM tips with controlled geometry by electrochemical

etching and ECSTM tips coated with paraffin. Electrochimica Acta 1994

[8] Hudson J. E., Abruna h. D. STM and ECSTM Study of the Formation and Structure of Self-Assembling Osmium Complexes on Pt(111). J. Phys. Chem., 1996, 100 (3), 1036-1042.

Ringraziamenti

Desidero ringraziare il relatore della mia tesi, il Professor Marco Farina che con la sua professionalità e gentilezza mi ha permesso di superare le diverse difficoltà che mi si sono parate davanti durante la realizzazione di questo progetto.

Ringrazio inoltre Eleonora e Gianluca per la loro disponibilità e l'attenzione dimostratami nel seguire il mio tirocinio e nella realizzazione di un progetto tanto ambizioso.