



Sviluppo di Innovazione tecnologica e biotecnologica



Ospitata presso l'Incubatore dell'Università degli Studi di Torino "2i3T - Società per la gestione dell'Incubatore di Imprese e per il Trasferimento Tecnologico dell'Università degli studi di Torino Soc. cons. a.r.l." in Via G. Quarello 11/A – 10135 –Torino

Via Valeggio 28 – 10128 Torino (TO) Italia

Tel / fax +39 011 6645511 – P.IVA 10384390018

e-mail serena.bertarione@titac.it

e-mail ivan.savini@titac.it

www.titac.net - www.titac.it

TitaC e Università degli Studi di Torino

Procedura negoziata per attività di ricerca e sviluppo per il progetto finanziato dalla Regione Piemonte nel quadro del Bando CIPE 2007 (NANOCONTACT)

Progettazione di un avanzamento della tecnica Microscopia a Forza Elettrostatica (Electrostatic Force Microscopy: EFM) applicata a nanotubi/nanofibre di carbonio cresciuti su substrati polimerici

È noto che l'interazione elettronica tra i nanotubi di carbonio (CNTs) e le cariche localizzate gioca un ruolo molto importante per le applicazioni di nano tubi di carbonio nelle elettroniche molecolari. L'effetto delle cariche, nei transistor a effetto di carica con nano tubi di carbonio (CNT EFTs), è stato studiato monitorando il cambiamento della conduttività con il cambiamento dell'intorno [1]. In particolare la tecnica EFM è stata utilizzata per investigare quantitativamente l'interazione delle cariche superficiali presenti su un substrato di SiO₂ con nanotubi di carbonio, cresciuti mediante deposizione chimica a vapore (CVD) utilizzando metano. È stato anche dimostrato che la tecnica EFM è uno strumento molto potente per studiare la distribuzione della carica statica presente su campioni costituiti da nanotubi di carbonio a parete singola (SWCNTs) cresciuti su un substrato di SiO₂. [2]. In particolare M. Paillet et al. hanno concluso che la quantità di cariche per unità di lunghezza dipende dal diametro del nanotubo di carbonio a parete singola.

Partendo quindi da precedenti studi riportati in letteratura si è iniziata la sperimentazione circa la fattibilità della caratterizzazione mediante Microscopia a Forza Elettrostatica (Electrostatic Force Microscopy: EFM) a livello altamente avanzato di materiali ottenuti dal processo di crescita catalitica di nanotubi/nanofibre di carbonio su substrati flessibili polimerici su scala di laboratorio, preparati secondo le procedure, gli apparati e le ricette sviluppate dai ricercatori del NIS [3,4]. In particolare il Centro NIS ha fornito campioni preparati presso i propri laboratori, su cui è stata eseguita una preliminare caratterizzazione circa le proprietà elettriche superficiali.

La procedura di utilizzo della strumentazione da applicare a: (i) nanotubi/nanofibre di carbonio prima e dopo funzionalizzazione; (ii) compositi nanotubi/polimero e nanofibre/polimero; (iii) pattern planari di piccole dimensioni; (iv) pattern conduttivi di grandi dimensioni e con superfici tridimensionali, prodotti su parti meccaniche reali è stata in parte acquisita presso G. Gambetti Kenologia Srl a Binasco (MI) durante il "Workshop

per utilizzatori di AFM XE-100 per tecniche avanzate: *Electrostatic Force Microscopy (EFM)*”, a cui ha partecipato la Dott.ssa Serena Bertarione per conto di TitaC.

Si è iniziato con la mappatura delle proprietà elettriche di campioni ottenuti dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrati polimerici (HDPE), preparati su scala di laboratorio, utilizzando la tecnica EFM standard. L'ottimizzazione della tecnica è stata eseguita lavorando nella modalità *Two Pass Technique*, con la quale si eseguono due scansioni:

- 1 la prima per ottenere l'immagine topografica con la punta vicina alla superficie (come si fa con l'AFM in modalità in non-contatto: NC-AFM) nella regione in cui le forze di van der Waals sono dominanti
- 2 la seconda durante la quale il sistema alza la punta nella regione in cui dominano le forze elettrostatiche. Poi la punta viene caricata e inizia la scansione senza feedback, parallelamente alla linea topografica ottenuta dalla prima scansione. Dato che la linea della topografia è la riga ottenuta mantenendo la forza di van der Waals costante, le forze di van der Waals applicate alla punta durante la seconda scansione sono costanti. In questo modo, la sola sorgente del cambiamento del segnale è il cambiamento della forza elettrostatica e si ottiene un'immagine topografica EFM libera.

Il segnale che si è ottenuto ha fornito quindi sia informazioni sulla topografia della superficie (Topo signal) sia sulle proprietà elettriche superficiali (EFM signal).

In Figura 1 è riportata l'immagine topografica AFM di una porzione (5X5) μm e il corrispondente ingrandimento (2.5X2.5) μm della stessa area di un campione ottenuto dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrato polimerico (HDPE). Dall'immagine topografica AFM è possibile evidenziare sia la rugosità e la struttura superficiale del substrato polimerico (HDPE) che la presenza di strutture allungate, i nanotubi di carbonio, di lunghezza compresa tra 0,4÷1,4 μm e spessore 0,3÷0,8 nm. In particolare in Figura 1b si distinguono chiaramente i due materiali diversi riferiti al polimero (HDPE) e ai nanotubi di carbonio cresciuti sul substrato (indicati con le frecce in Figura 1b).

I segnali di errore corrispondenti alle immagini topografiche AFM riportate in Figura 1 sono mostrati in Figura 2, da cui è possibile osservare distintamente la presenza delle strutture allungate di nanotubi di carbonio presenti sul substrato di HDPE.

L'immagine EFM corrispondente ottenuta sulla stessa porzione (5X5) μm del campione è riportata in Figura 3. L'immagine EFM è molto diversa e mostra chiaramente il contrasto tra le zone isolanti del substrato del polimero e quelle conduttive attribuite ai nanotubi di carbonio cresciuti cataliticamente sulla superficie. In particolare i nanotubi di carbonio conduttivi appaiono visibilmente più chiari, mentre le regioni isolanti del substrato rimangono scure.

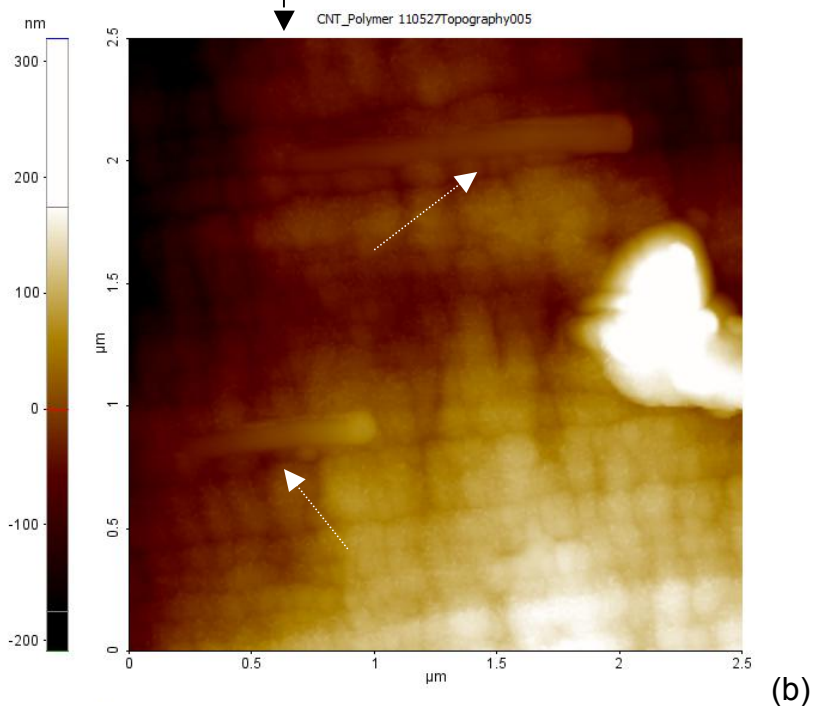
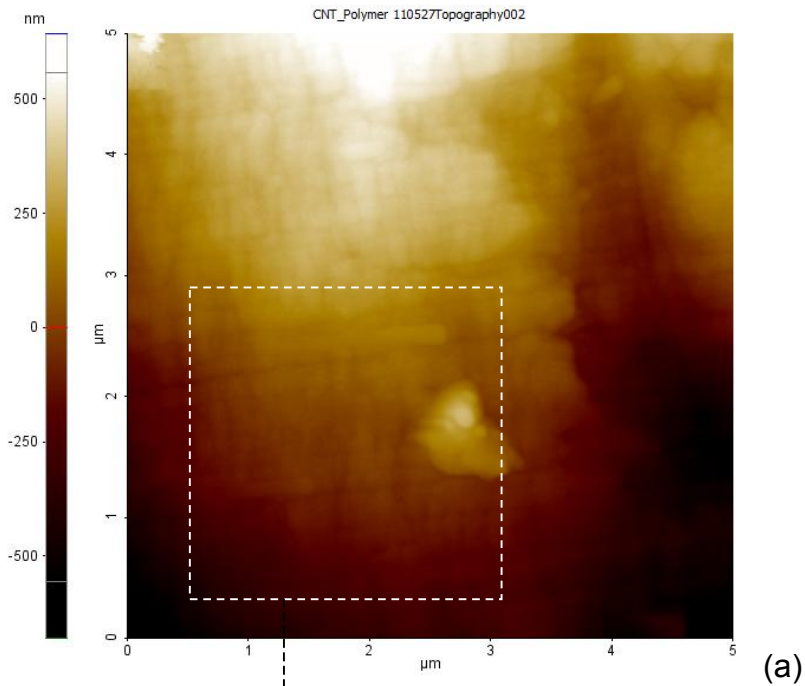


Figura 1. (a) Immagine topografica AFM (5X5) μm e (b) (2.5X2.5) μm di una porzione di un campione ottenuto dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrato polimerico (HDPE).

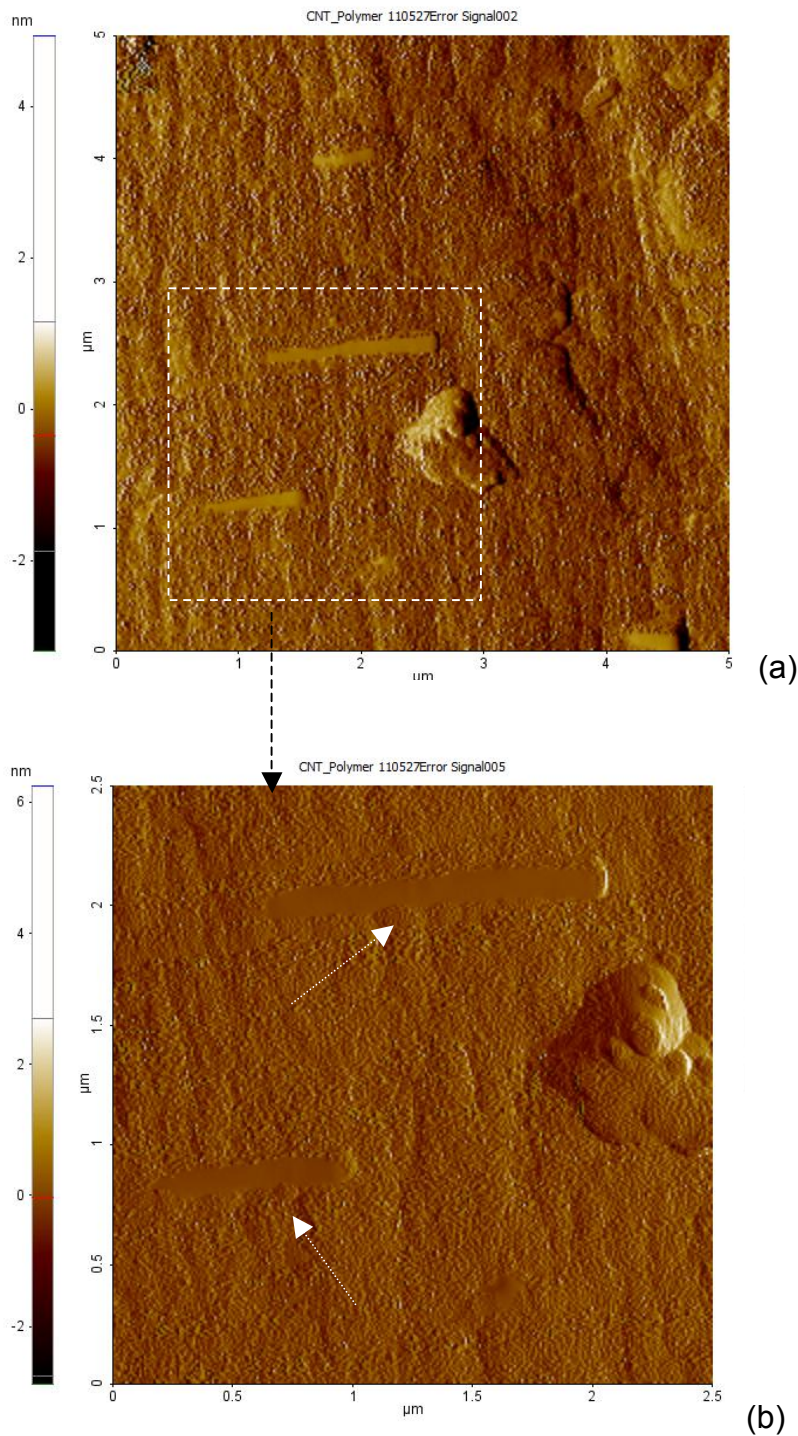


Figura 2. (a) Segnale di errore AFM (5X5) μm e (b) (2.5X2.5) μm di una porzione di un campione ottenuto dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrato polimerico (HDPE).

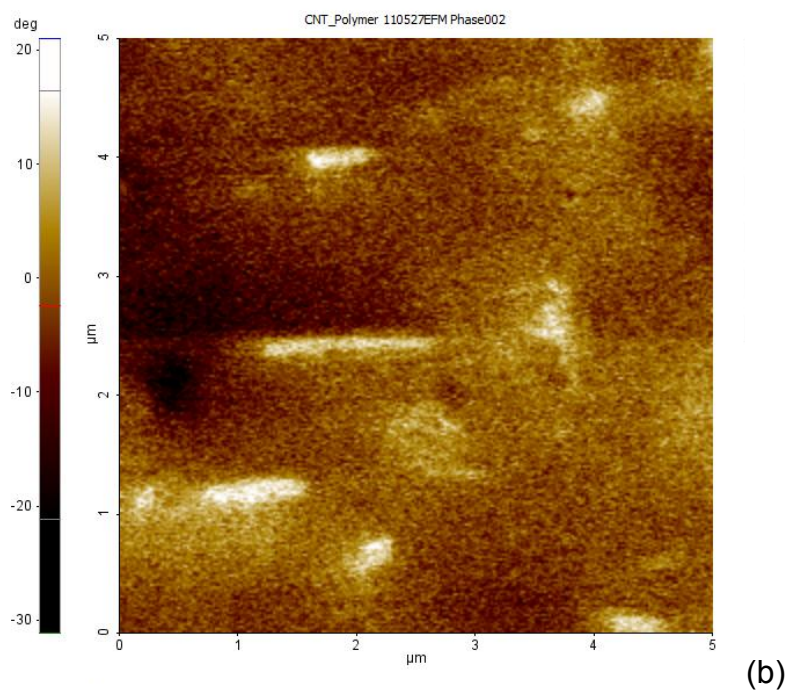
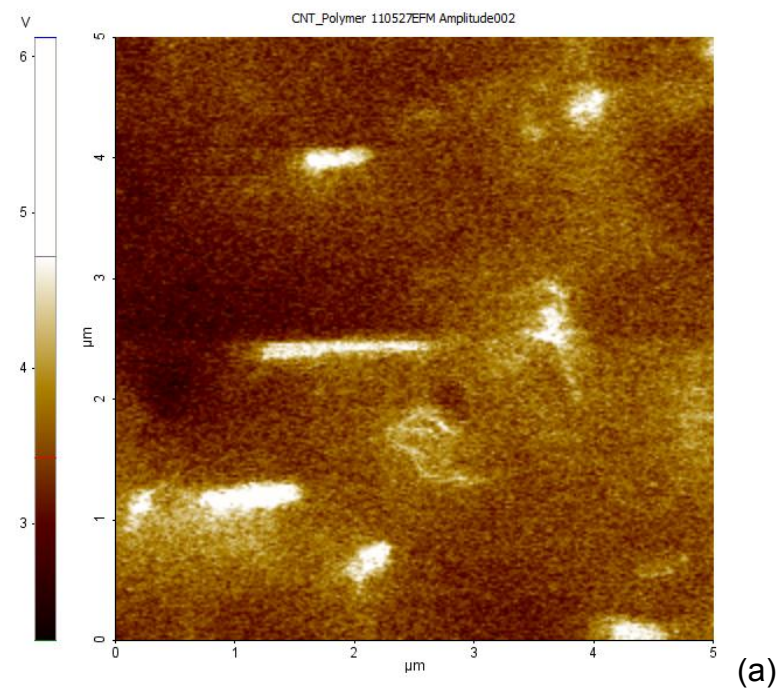


Figura 3. (a) Immagine EFM e (b) Fase EFM di una porzione (5X5) μm di un campione ottenuto dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrato polimerico (HDPE).

Questi primi risultati sperimentali sulla caratterizzazione di materiali ottenuti dal processo di crescita catalitica di nanotubi di carbonio su substrato polimerico, confermano che i nanotubi di carbonio esibiscono una quantità e una distribuzione di carica tali da poter essere mappate mediante EFM. La mappatura delle proprietà elettriche superficiali di

questi materiali conduttivi mediante EFM verrà quindi affinata durante i prossimi mesi di attività e verrà fornita la descrizione dettagliata dei parametri strumentali ottimali.

[1] T.S. Jespersen and J. Nygard "*Charge Trapping in Carbon Nanotube Loops Demonstrated by Electrostatic Force Microscopy*" Nanoletters 2005, 5 (9), 1838-1841.

[2] M. Paillet, P. Poncharal and A. Zhabab "*Electrostatic of Individual Single-Walled Carbon Nanotubes Investigated by Electrostatic Force Microscopy*" Phys. Rev. Lett. 94, 2005, 186801

[3] F. Cesano, S. Bertarione, D. Scarano, and A. Zecchina "*Connecting Carbon Fibers by Means of Catalytically Grown Nanofilaments: Formation of Carbon-Carbon Composites*" Chem. Mater. 2005, 17, 5119-5123.

[4] F. Cesano, S. Bertarione, D. Scarano, G. Spoto, A. Zecchina "*Designing of carbon nanofilaments-based composites for innovative applications*" Diamond & Related Materials 18 (2009) 979–983.