

CHIMICA DELLE SUPERFICI ED INTERFASI

DOTT. GIULIA FIORAVANTI

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DELL'AQUILA
LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA CHIMICA
LAUREA MAGISTRALE IN SCIENZE CHIMICHE

MICROSCOPIA ELETTRONICA

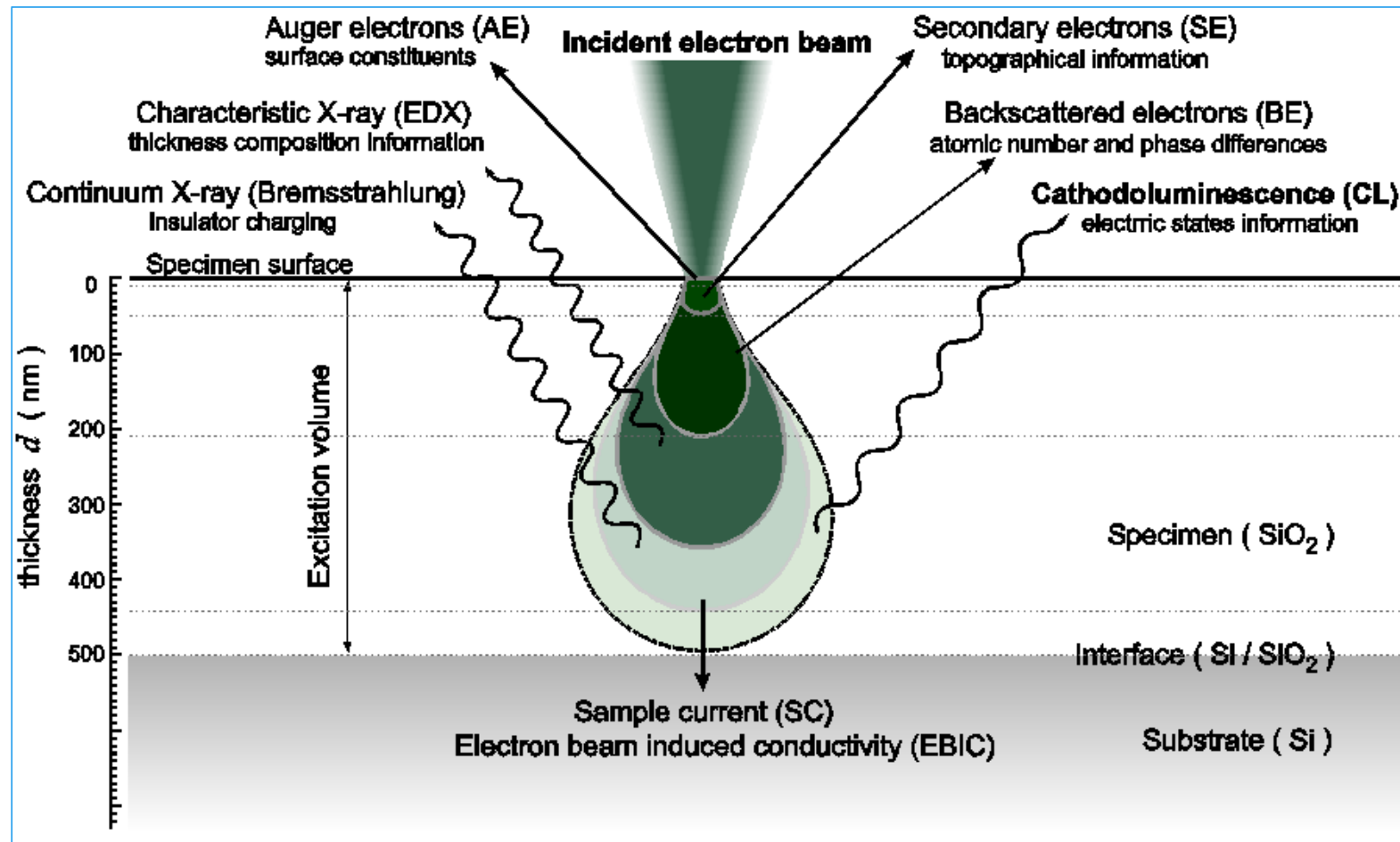
MICROSCOPIO ELETTRONICO

LO STRUMENTO CHE PERMETTE DI VEDERE MICRORGANISMI E STRUTTURE CELLULARI PIÙ PICCOLE DEL LIMITE DI RISOLUZIONE DEL MICROSCOPIO OTTICO È IL **MICROSCOPIO ELETTRONICO**, CHE BASA IL SUO FUNZIONAMENTO NON SULLA LUCE, BENSÌ SU **FASCI DI ELETTRONI**.

GLI ELETTRONI HANNO BASSISSIME LUNGHEZZE D'ONDA (DELL'ORDINE DEGLI Å), QUINDI SI OTTENGONO RISOLUZIONI PIÙ ELEVATE.

NON SARÀ POSSIBILE USARE I NORMALI DISPOSITIVI OTTICI, CHE NON DEVIANO IL FASCIO DI ELETTRONI, MA SI USERANNO **LENTI ELETTROSTATICHE/ELETTROMAGNETICHE** (PRESENZA DI CAMPO ELETTRICO E MAGNETICO CHE DE VIA IL FASCIO).

INTERAZIONE FASCIO ELETTRONI-MATERIA



INTERAZIONE ELETTRONE-MATERIA

LA RADIAZIONE ELETTROMAGNETICA INTERAGISCE CON:

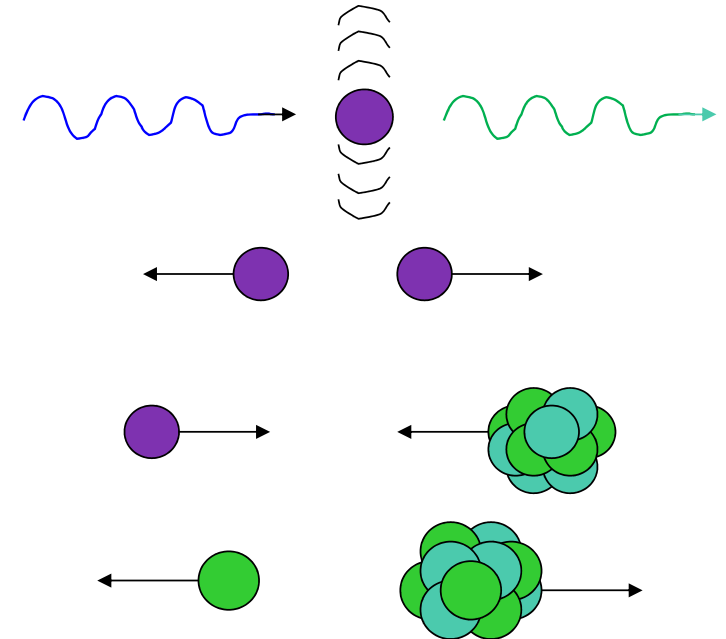
- LA NUVOLA ELETTRONICA

GLI ELETTRONI INTERAGISCONO CON:

- NUVOLA ELETTRONICA
- NUCLEO

I NEUTRONI (PARTICELLE NEUTRE) INTERAGISCONO CON:

- NUCLEO



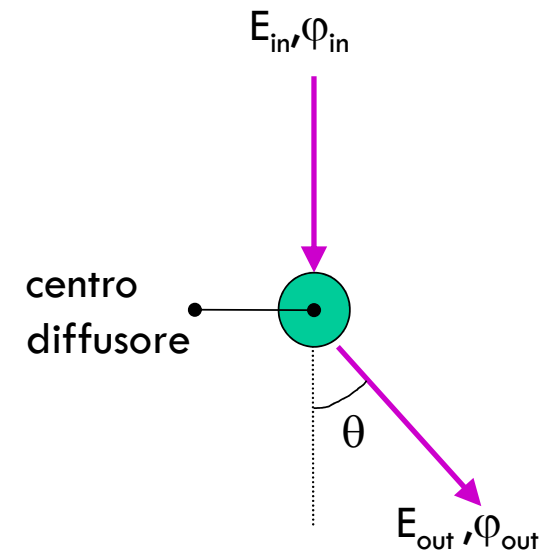
GLI ELETTRONI SONO CARICHE NEGATIVE E SUBISCONO IL FENOMENO DI DIFFUSIONE (SCATTERING) PER INTERAZIONE COULOMBIANA.

GLI ELETTRONI VENGONO DIFFUSI MOLTO DI PIÙ RISPETTO A RAGGI X E NEUTRONI.

SCATTERING (DIFFUSIONE)

L'ELETTRONE SI COMPORTA COME:

- **PARTICELLA** (ENERGIA E)
 - SCATTERING ELASTICO: $\Delta E \sim 0$ ($1-10^\circ$ IN AVANTI; $>10^\circ$ RETRODIFFUSI)
 - SCATTERING ANELASTICO: $\Delta E > 0$ ($< 1^\circ$)
 - **ONDA** (FASE φ)
 - COERENTE $\Delta\varphi \sim 0$ ($1-10^\circ$ IN AVANTI)
 - INCOERENTE $\Delta\varphi \neq 0$
-
- $\theta > 90^\circ$ DIFFUSIONE ALL'INDIETRO (SEM)
 - $\theta < 90^\circ$ DIFFUSIONE IN AVANTI (TEM)



Scattering Elastico Coerente
Scattering Elastico Incoerente
Scattering Anelastico Incoerente

FENOMENI DI SCATTERING

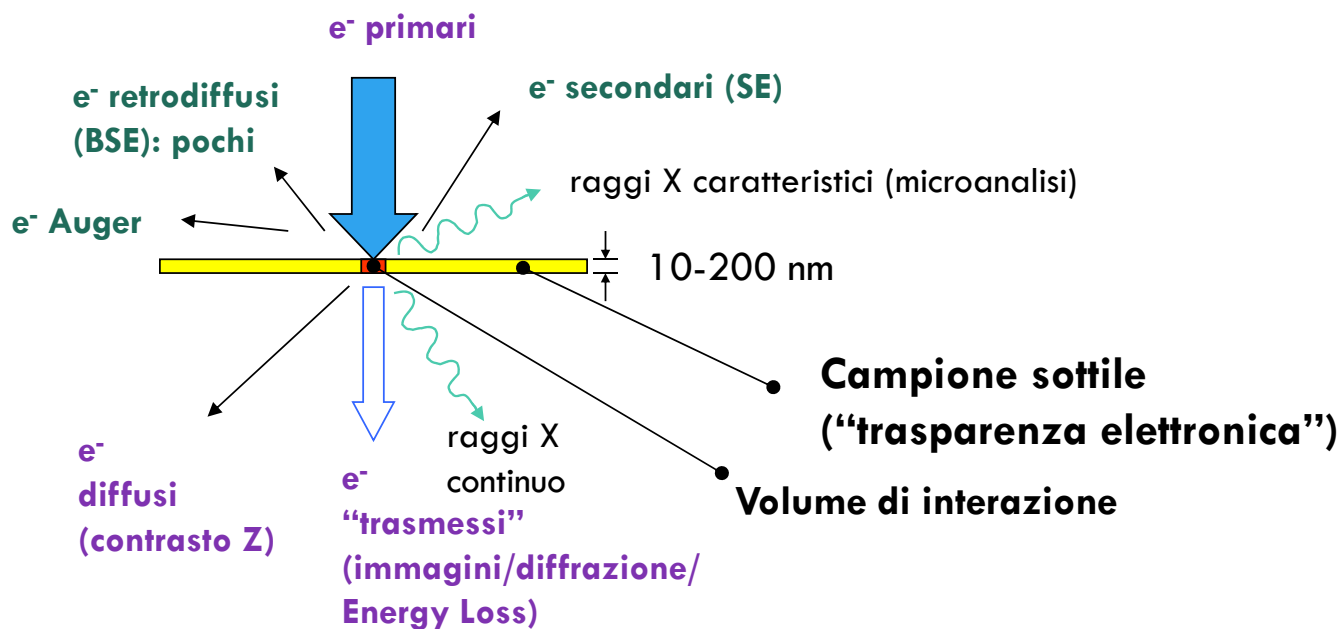
SCATTERING ELASTICO

- È IL RISULTATO DELLO SCATTERING CON I NUCLEI DEGLI ATOMI DEL CAMPIONE, PARZIALMENTE SCHERMATI DAGLI ELETTRONI DI LEGAME.
- NON C'È TRASFERIMENTO DI ENERGIA, L'ENERGIA CINETICA DEGLI ELETTRONI RIMANE INVARIATA.
- C'È UN CAMBIAMENTO NELLA DIREZIONE DEL MOTO DELL'ELETTRONE DEL FASCIO.

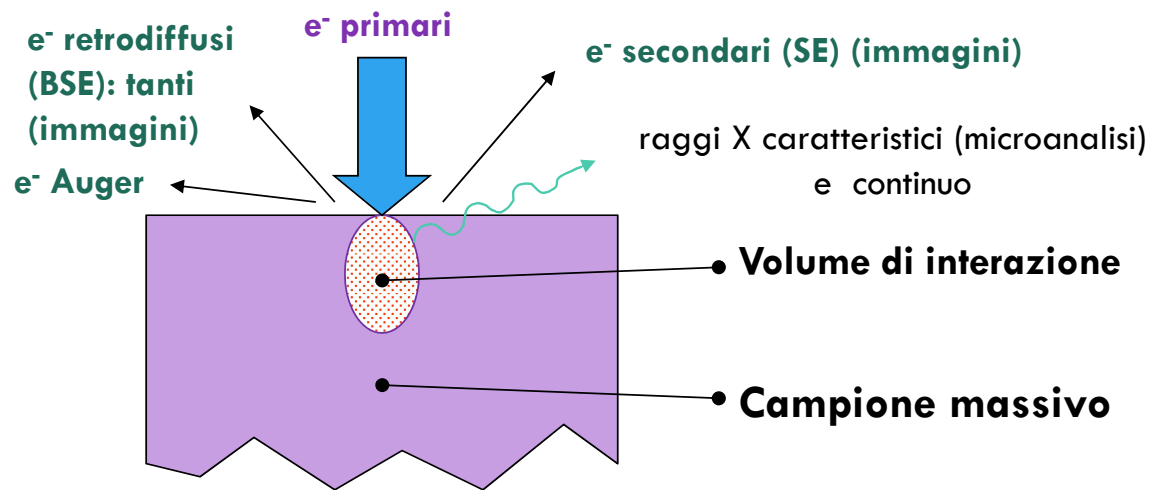
SCATTERING ANELASTICO

- È IL RISULTATO DELLO SCATTERING CON GLI ELETTRONI DEGLI ATOMI DEL CAMPIONE.
- C'È TRASFERIMENTO DI ENERGIA VERSO GLI ATOMI DEL CAMPIONE, L'ENERGIA CINETICA DEGLI ELETTRONI DIMINUISCE.
- NON C'È UN CAMBIAMENTO NELLA DIREZIONE DEL MOTO DELL'ELETTRONE DEL FASCIO.

Microscopia elettronica in trasmissione (TEM)



Microscopia elettronica a scansione (SEM)



MICROSCOPIO ELETTRONICO A TRASMISSIONE (TEM)

MICROSCOPIO ELETTRONICO A TRASMISSIONE (TEM)

IL PRIMO MICROSCOPIO ELETTRONICO, SVILUPPATO NEGLI ANNI TRENTA DEL SECOLO SCORSO, È IL **MICROSCOPIO ELETTRONICO A TRASMISSIONE (TEM)**, CHE PERMETTE UNA VISIONE BIDIMENSIONALE DEL CAMPIONE.

GLI ELETTRONI GENERATI DAL RISCALDAMENTO DI UN FILAMENTO DI TUNGSTENO E ACCELERATI, DOPO AVER ATTRAVERSATO IL CAMPIONE, DA CUI VENGONO IN PARTE DISPERSI, COLPISCONO UNO SCHERMO FLUORESCENTE, DOVE FORMANO L'IMMAGINE INGRANDITA (CHE PUÒ ESSERE OSSERVATA).

CON IL TEM L'**INGRANDIMENTO** ARRIVA A **100.000** VOLTE, MENTRE IL LIMITE DI **RISOLUZIONE È DI 0,5 nm**.

IL TEM È QUINDI UNO STRUMENTO FONDAMENTALE PER LO STUDIO DEI VIRUS (LE CUI DIMENSIONI SONO COMPRESSE TRA 15-400 nm) E DI COSTITUENTI CELLULARI E MOLECOLARI DEI SISTEMI VIVENTI.

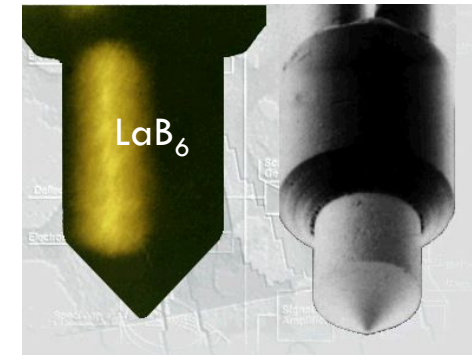
MICROSCOPIO ELETTRONICO A TRASMISSIONE (TEM)

SORGENTE: TUBO A RAGGI CATODICI O CANNONE DI ELETTRONI

LA SORGENTE PRODUCE UN FASCIO DI ELETTRONI TRAMITE DIVERSI FENOMENI:

1. **EFFETTO TERMOIONICO (CATODO CALDO)**
2. **EMISSIONE DI CAMPO (CATODO FREDDO)**
3. **EMISSIONE SCHOTTKY (CANNONE)**

EFFETTO TERMOIONICO



IN PRESENZA DI UN CATODO METALLICO (TUNGSTENO W O ESABORURO DI LANTANIO LaB_6), SOTTOPOSTO AD ECCITAZIONE TERMICA, SI OTTIENE EMISSIONE DAL FILAMENTO PER EFFETTO TERMOIONICO.

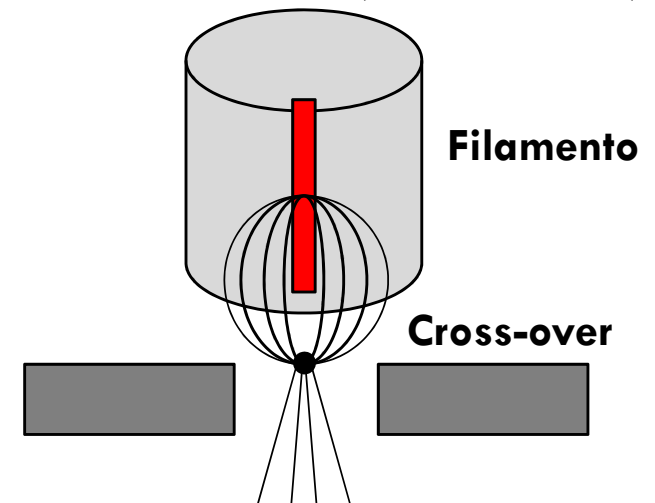
L'EMISSIONE NON È LINEARE, E SI FANNO CONVERGERE GLI ELETTRONI IN UN PUNTO (CROSS-OVER) CHE È LA SORGENTE REALE DI ELETTRONI.

PROBLEMI:

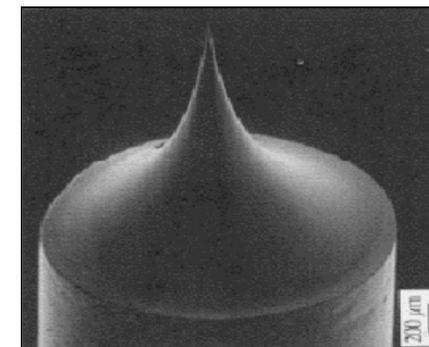
IL **CROSS-OVER** È UN PUNTO CRITICO (DIAMETRO 10-100 μm).

SI HA FLUTTUAZIONE DEL FASCIO CHE INCIDE SULLE ABERRAZIONI.

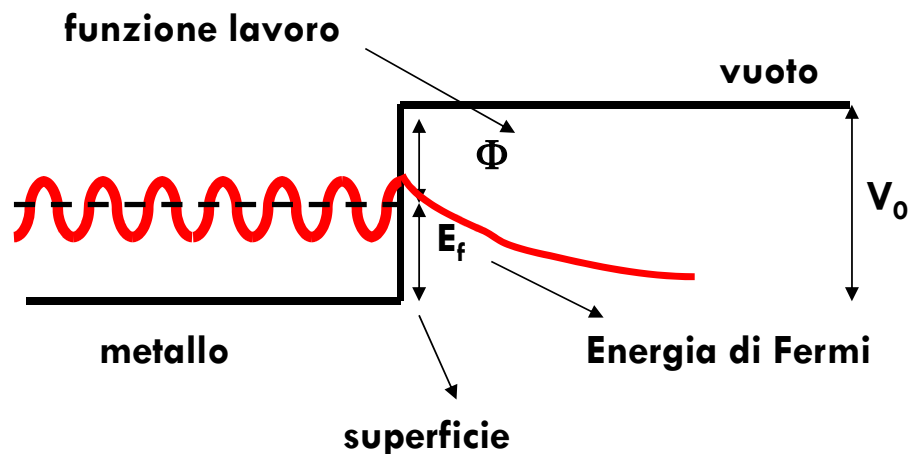
(REPULSIONI COULOMBIANE TRA GLI ELETTRONI DEL FASCIO)



EMISSIONE DI CAMPO



L'EMISSIONE DI ELETTRONI AVVIENE PER **EFFETTO TUNNEL** (EFFETTO QUANTISTICO), SENZA SCALDARE (CATODO FREDDO). SI OTTENGONO FASCI PIÙ COERENTI, DEL DIAMETRO DEI nm.



ELETTRONE IN UN METALLO È ASSIMILATO AD UNA PARTICELLA LIBERA (FUNZIONE D'ONDA SINUSOIDALE).

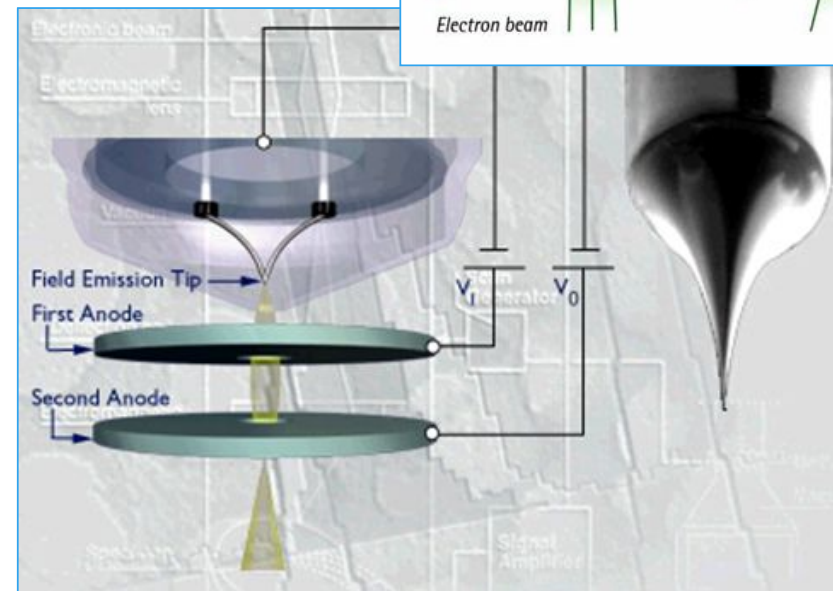
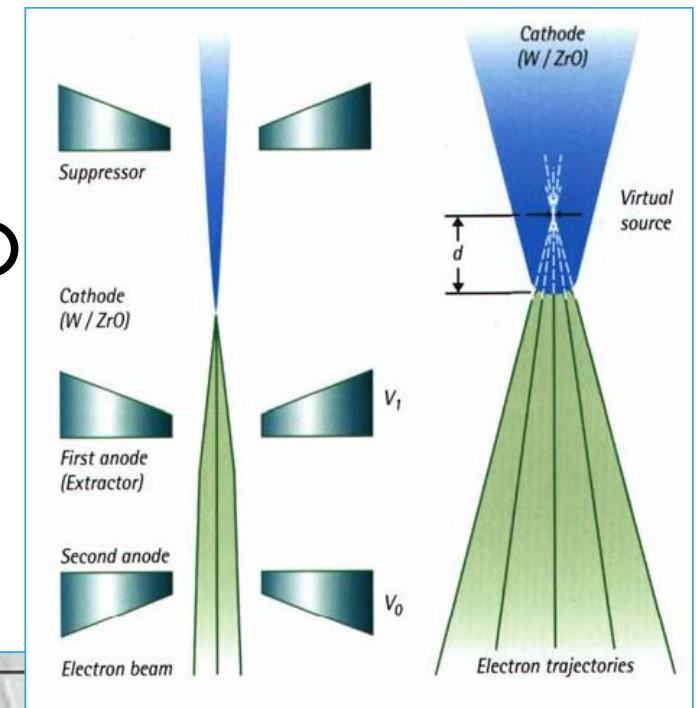
IN PRESENZA DI UNA BARRIERA DI POTENZIALE (ES. SUPERFICIE), LA FUNZIONE D'ONDA DECADE ESPONENZIALMENTE SE L'ENERGIA CINETICA $E_k < \Phi$.

NOTA: IN EMISSIONE DI CAMPO A FREDDO: SI DEVE LAVORARE IN ULTRA ALTO VUOTO (UHV) PER NON AVERE OSSIDI O CONTAMINANTI.

EMISSIONE DI CAMPO

GLI ELETTRONI SONO ACCELERATI VERSO IL CAMPIONE DA UNA DIFFERENZA DI POTENZIALE (ANCHE 10^6 V) FRA LA SORGENTE (CATODO) ED UNO SCHERMO FORATO (ANODO).

AMPLIFICAZIONE DEL CAMPO ELETTRICO SULLE PUNTE.



EMISSIONE SCHOTTKY

SI HA UN FILAMENTO DI W RICOPERTO DA ZrO_2 .

LA PRESENZA DELL'**OSSIDO** FA DIMINUIRE LA BARRIERA DI POTENZIALE, QUINDI SERVE MENO ENERGIA TERMICA (EMISSIONE TERMOIONICA ASSISTITA).

SI OTTENGONO FASCI DEL DIAMETRO DEI 10 nm.

NOTA: VIENE USATO COME COMPONENTE DEI TUBI CATODICI PER TELEVISORI O MONITOR.

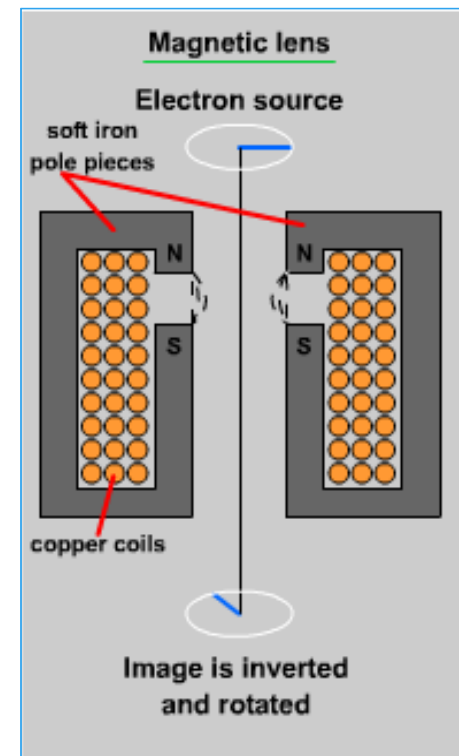
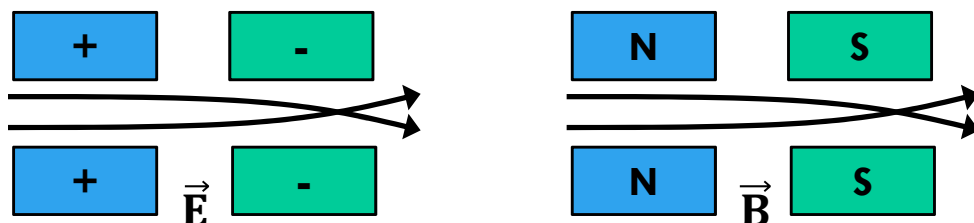




OTTICA ELETTRONICA

IL SISTEMA OTTICO PUÒ ESSERE COSTITUITO DA:

- LENTI ELETTROSTATICHE
- LENTI MAGNETICHE (MAGNETI)
- LENTI ELETTROSTATICHE + MAGNETICHE
- LENTI ELETTROMAGNETICHE (SOLENOIDE)



Una lente elettromagnetica è formata da un nucleo cilindrico di ferro dolce contenente un avvolgimento di spire di ferro.

Quando viene fatta passare una corrente si genera un campo elettro-magnetico parallelo all'asse della lente. Il campo, agendo sulla carica elettrica dell'elettrone, "devia" il suo moto.

OTTICA ELETTRONICA

IN UNALENTE PERFETTA (SENZA ABERRAZIONI) C'È UNA PERDITA DI INFORMAZIONI DOVUTA ALLE DIMENSIONI FINITE DELLA SUA APERTURA. AD UN PUNTO NEL PIANO OGGETTO CORRISPONDE UN **DISCO DI AIRY** CON UN DISCO CENTRALE DI RAGGIO ρ .

NEI SISTEMI OTTICI (CHE SONO PRATICAMENTE PERFETTI) È POSSIBILE OPERARE CON GRANDI ANGOLI DI CONVERGENZA IN MODO DA RIDURRE IL RAGGIO ρ QUINDI LA RISOLUZIONE RISULTA DELL'ORDINE DI λ .

NEI SISTEMI ELETTO-OTTICI LE ABERRAZIONI IMPONGONO DI UTILIZZARE ANGOLI MOLTO PICCOLI E LA RISOLUZIONE RISULTA MOLTO PIÙ ALTA DI λ (DI CIRCA UN FATTORE 10^2).

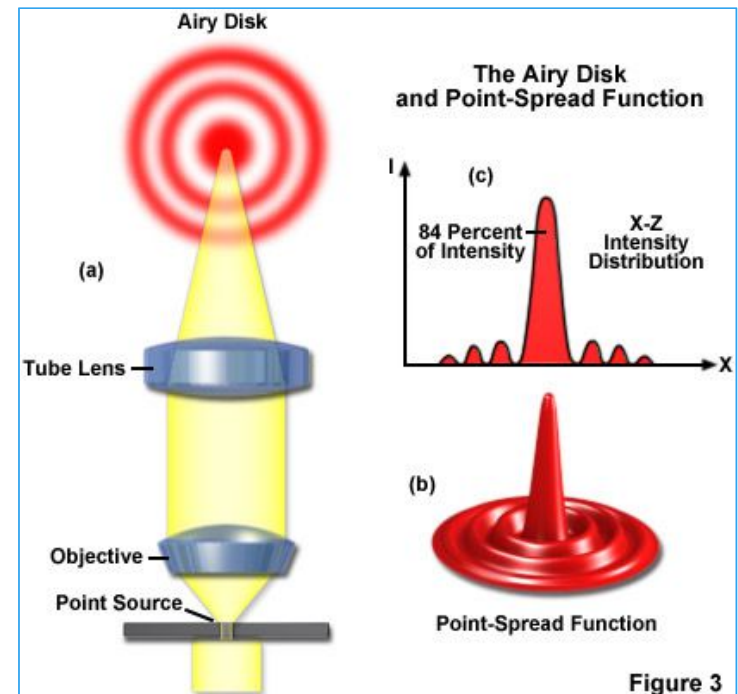


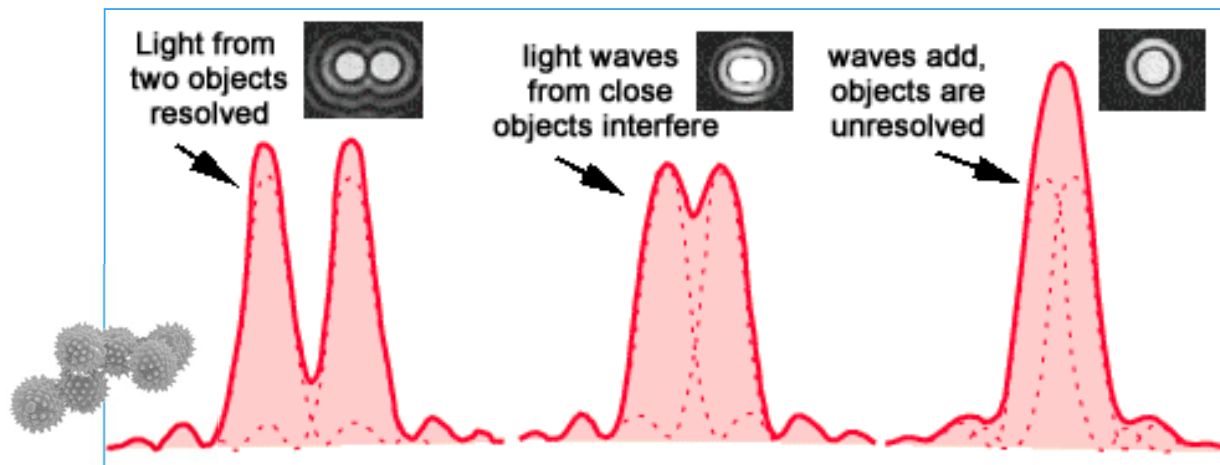
Figure 3

POTERE RISOLUTIVO

IL POTERE RISOLUTIVO DI UN SISTEMA OTTICO È LA **MINIMA DISTANZA TRA DUE PUNTI CHE RIESCO AD OSSERVARE COME DISTINTI.**

PER LA LUCE VISIBILE IL PRINCIPALE FATTORE LIMITANTE È DOVUTO AL FENOMENO DELLA DIFFRAZIONE CHE PORTA AD UN LIMITE DEL POTERE RISOLUTIVO (CRITERIO DI RAYLEIGH).

LA MINIMA DISTANZA FRA I DISCHI DI AIRY, PERCHÉ SIANO DISTINGUIBILI, DEVE ESSERE UGUALE AL LORO RAGGIO.



POTERE RISOLUTIVO

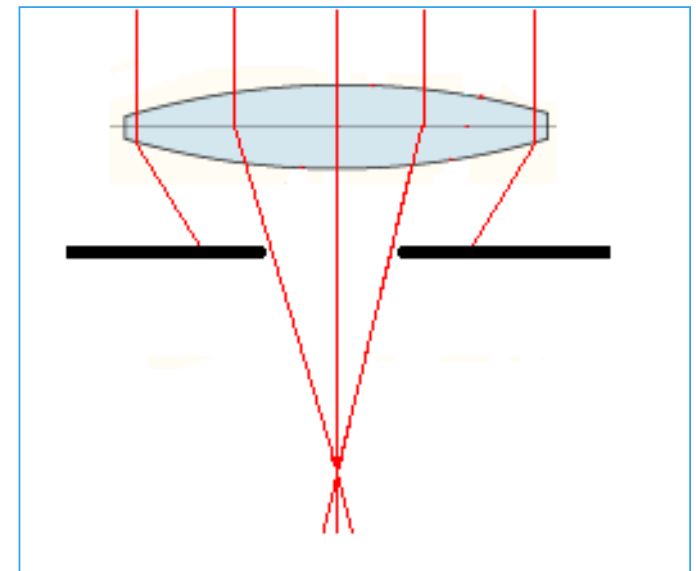
PUÒ ESSERE DEFINITO DALLA TEORIA DI ABBE E DAL CRITERIO DI RAYLEIGH.

$$\sin \theta = 0.61 \lambda / \rho$$

PER MIGLIORARE IL POTERE RISOLUTIVO DOVREI AUMENTARE L'APERTURA DEL DIAFRAMMA (AUMENTA A) MA QUESTO INTRODUCE MAGGIORI ABERRAZIONI (RAGGI MENO PARASSIALI).

NEI **SISTEMI OTTICI** (CHE SONO PRATICAMENTE PERFETTI) È POSSIBILE OPERARE CON GRANDI ANGOLI DI CONVERGENZA IN MODO DA RIDURRE IL RAGGIO ρ QUINDI LA RISOLUZIONE RISULTA DELL'ORDINE DI λ .

NEI **SISTEMI ELETTRIO-OTTICI** LE ABERRAZIONI IMPONGONO DI UTILIZZARE **ANGOLI MOLTO PICCOLI E LA RISOLUZIONE RISULTA MOLTO PIÙ ALTA DI λ** (DI CIRCA UN FATTORE 10^2).



POTERE RISOLUTIVO

COME MIGLIORARE IL POTERE RISOLUTIVO???

$$\sin \theta = 0.61 \lambda / \rho$$
$$1/d = 2 n \sin \theta / \lambda$$

Indice di rifrazione n	>>	Obiettivi ad immersione	Olio n = 1.56
Angolo α	>>	Avvicino il campione alla lente obiettivo	$A = 70^\circ$, $\sin \alpha = 0.94$
Lunghezza d'onda	<<	Dalla luce Vis al fascio di elettroni	Luce Blu = 450 nm

Elettroni accelerati con $V = 25$ KV corrispondono a $\lambda = 0.08$ nm.

Elettroni accelerati con $V = 100$ KV corrispondono a $\lambda = 0.04$ nm.

BRILLANZA E ABERRAZIONE

BRILLANZA ASSIALE (DELLA SORGENTE): PER UN FASCIO IDEALE È PUNTUALE, PER UN FASCIO REALE SI TIENE CONTO DI UNA CERTA DIVERGENZA (ABERRAZIONE).

TIPI DI ABERRAZIONE: (DI DIFFRAZIONE, SFERICA, CROMATICA, ASTIGMATICA ASSIALE, DIAMETRO GAUSSIANO)

IL DIAMETRO REALE DELLA SORGENTE È DATO DALLA SOMMATORIA DELLE DIVERSE COMPONENTI DI ABERRAZIONE ($d^2 = \sum_i d_i^2$). USO UNA CURVA DI CALIBRAZIONE PER CALCOLARE IL DIAMETRO MINIMO DEL FASCIO (FACCIO VARIARE L'INTENSITÀ E VEDO COME VARIANO LE ABERRAZIONI).

- LAVORARE CON UN **FASCIO CON PICCOLO DIAMETRO** VUOL DIRE AVERE BASSE INTENSITÀ DI FASCIO (BASSA BRILLANZA) MA UN MIGLIORE CONTRASTO (RAPPORTO SEGNALE/RUMORE).
- LAVORARE CON UN **FASCIO AD ALTA ENERGIA** MI DA ALTA BRILLANZA, MA ANCHE MAGGIORI ABERRAZIONI.

BRILLANZA

LA MASSIMA DENSITÀ DI CORRENTE CHE PUÒ ESSERE FOCALIZZATA SUL CAMPIONE È:

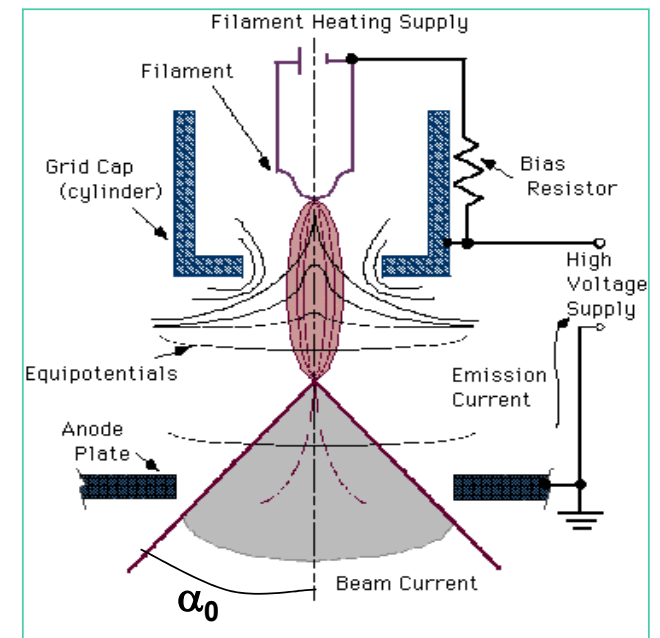
$$J_b = 4i_b / \pi d_0^2$$

i_b = CORRENTE TOTALE DEL FASCIO

d_0 = DIAMETRO DEL CROSS-OVER

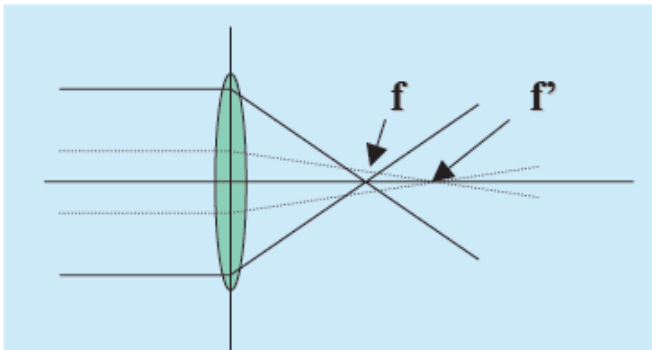
BRILLANZA: DENSITÀ DI CORRENTE PER UNITÀ DI ANGOLO SOLIDO

$$\beta = 4i_b / (\pi d_0 \alpha_0)^2$$



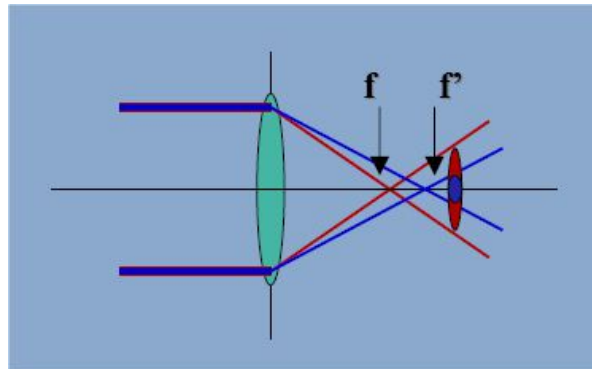
ESEMPI DI ABERRAZIONI

Aberrazione sferica



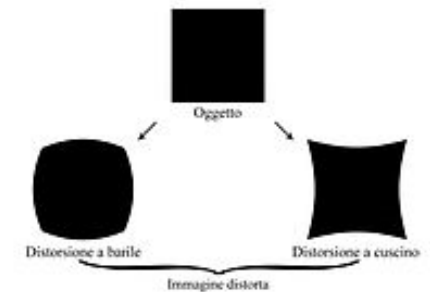
Elettroni che si muovono a diversa distanza dall'asse vengono focalizzati in punti diversi

Aberrazione cromatica



Elettroni con diversa energia vengono focalizzati in punti diversi

DISTORSIONE OTTICA

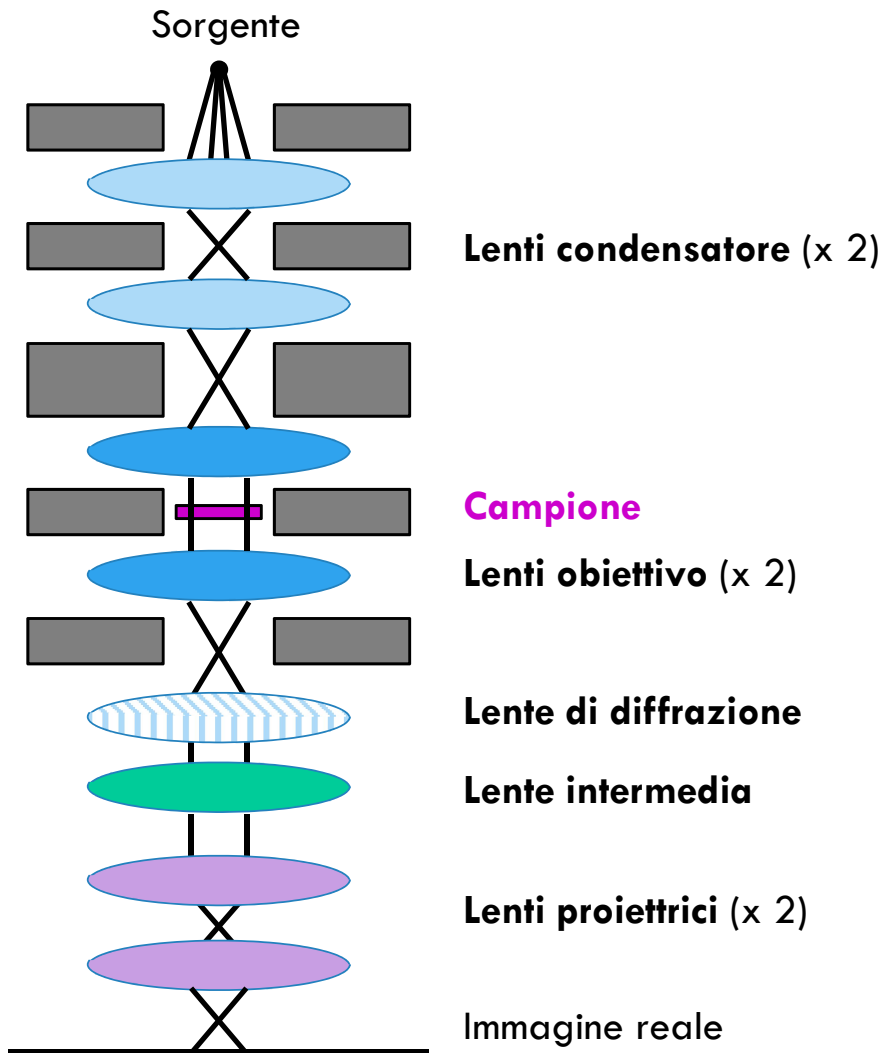


L'ABERRAZIONE DI UN SISTEMA OTTICO È LA DIFFERENZA TRA L'IMMAGINE EFFETTIVA, REALE O VIRTUALE, FORMATA DAL SISTEMA E L'IMMAGINE CHE SI VOLEVA OTTENERE,

CONFRONTO TRA FILAMENTI

Emettitore	Vita media (ore)	Source size	Brillanza a 25KV
W (termoionico)	60-100	100 μm	1 A $\text{cm}^2 \text{sr}^{-1}$
LaB ₆	300-500	5 μm	20-50 A $\text{cm}^2 \text{sr}^{-1}$
W (emissione di campo)	300-1000	<100 A°	100-1000 A $\text{cm}^2 \text{sr}^{-1}$

SCHEMA STRUMENTO (TEM)



LE ENERGIE IN GIOCO DEL FASCIO SONO ELEVATE (100 KeV - 1.25 MeV).

IL BOMBARDAMENTO ELETTRONICO MODIFICA IL MATERIALE FINO A DANNEGGIARLO.

L'USO DI LENTI CONDENSATORI RIDUCE IL FASCIO E DA UNA PROTEZIONE TERMICA.

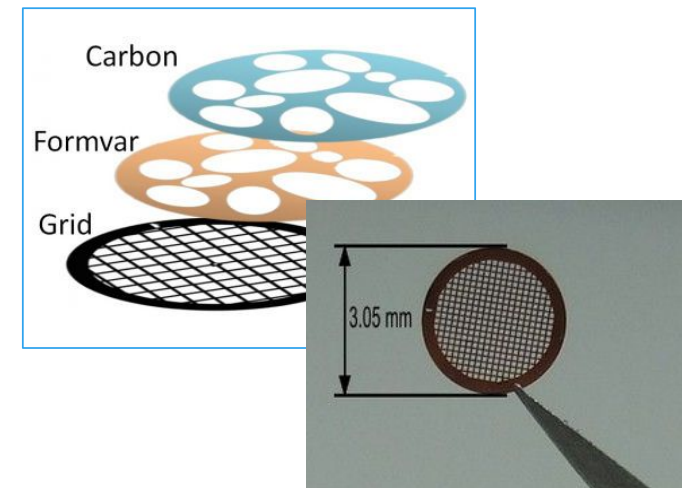
DANNEGGIAMENTO CAMPIONE: DANNEGGIAMENTO PER RISCALDAMENTO, DANNI STRUTTURALI, PERDITA DI MASSA, EFFETTO DI CARICA.

IL RIVELATORE SI TROVA SOTTO IL CAMPIONE (TRASMISSIONE).

PREPARAZIONE CAMPIONI TEM

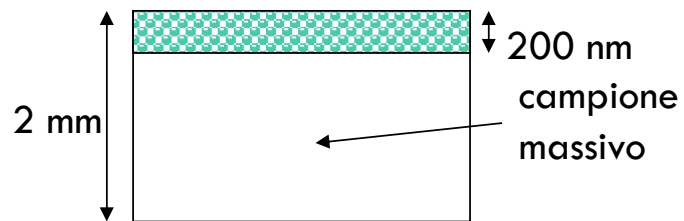
SI USANO DEI **PORTA CAMPIONE** (DISCHI DI CIRCA 3 mm DI DIAMETRO)

- POSSO USARE DELLE **GRIGLIE DI RAME RICOPERTE DI CARBONIO** SU CUI DEPOSITO IL MIO CAMPIONE.
- POSSO ALTRIMENTI **ASSOTTIGLIARE IL CAMPIONE** (BULK).
 1. SEGA DIAMANTATA: TAGLIO IL CAMPIONE FINO A SPESSORI DI 0.5 mm
 2. DISCHI ABRASIVI: ASSOTTIGLIAMENTO MECCANICO FINO A 20 μm
 3. TRAPANO AD ULTRASUONI: OTTENGO UN DISCO DI 50 μm
 4. SPUTTERING (BOMBARDAMENTO CON IONI Ar)

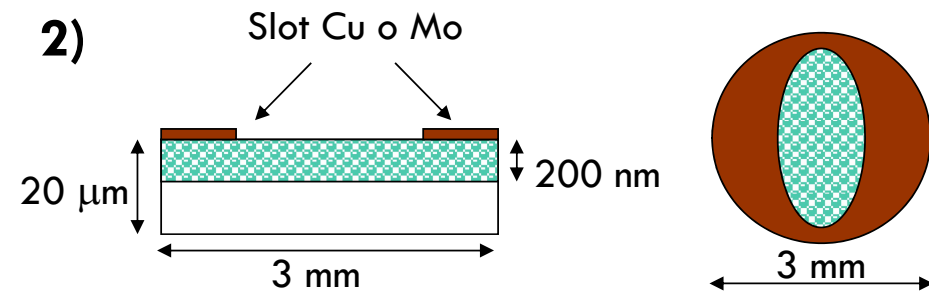


PREPARAZIONE CAMPIONI TEM

1)

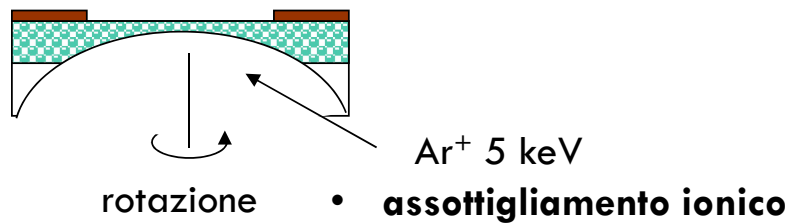


2)

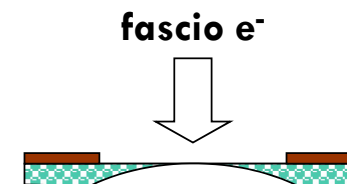


- assottigliamento meccanico
- eventuale incollaggio slot metallica

3)

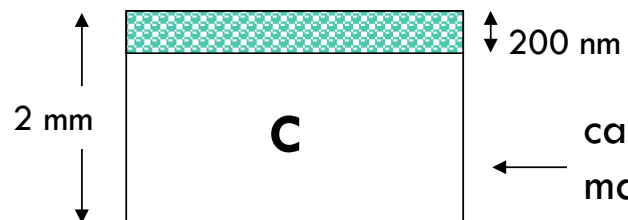


4)



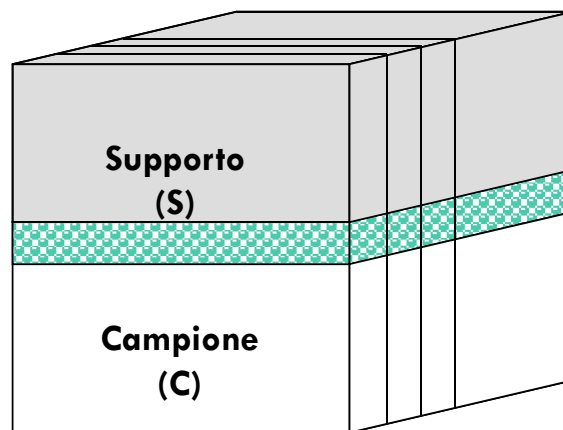
SEZIONE PLANARE

1)



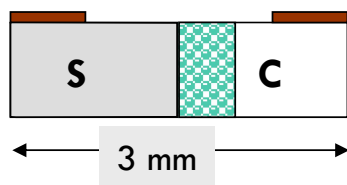
campiono
massivo

2)

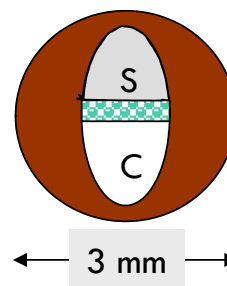


3)

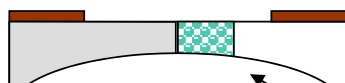
- incollaggio supporto
- taglio con sega diamantata (spessore ~ 1 mm)
- assottigliamento meccanico
- incollaggio slot metallica

20 μm 

slot
Cu o Mo



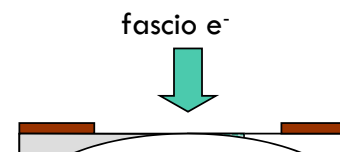
4)



- assottigliamento ionico

Ar^+ 5 keV

5)

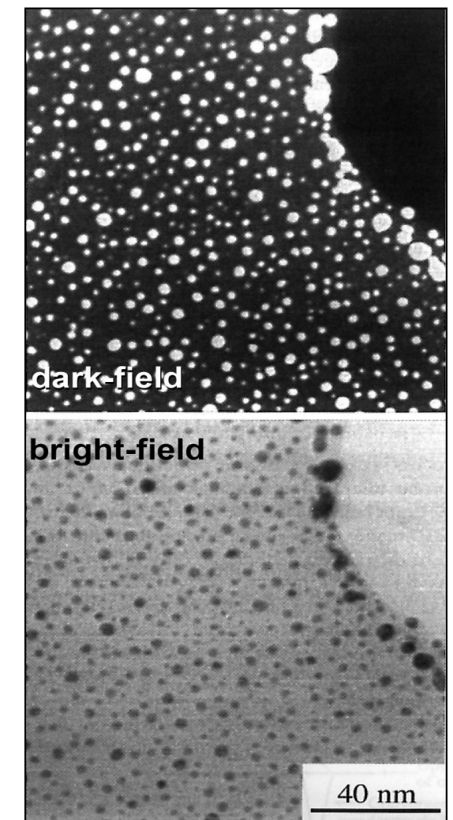


sezione trasversale

SEZIONE TRASVERSALE

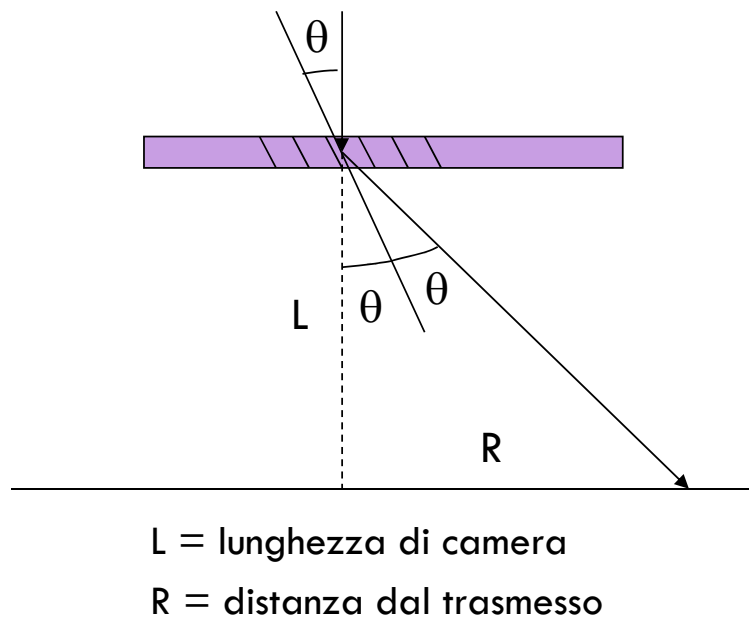
MECCANISMI DI CONTRASTO IN TRASMISSIONE

- **CONTRASTO DI AMPIEZZA:** LEGATO ALL'INTERAZIONE DEGLI ELETTRONI CON IL CAMPO COULOMBIANO DEGLI ELETTRONI DEL CAMPIONE (SCATTERING INCOERENTE ANELASTICO)
 - **BRIGHT FIELD** (CAMPO CHIARO)
- **CONTRASTO DI DIFFRAZIONE:** DIFFERENZA DOVUTA ALL'INTERAZIONE DEGLI ELETTRONI CON IL CAMPO COULOMBIANO DEI NUCLEI DEGLI ATOMI DEL CAMPIONE (SCATTERING COERENTE ELASTICO)
 - **DARK FIELD** (CAMPO SCURO)
- **CONTRASTO DI FASE:** LEGATO ALL'INTERFERENZA TRA I FASCI DIFFRATTI, IN DIFFERENZA DI FASE (SCATTERING COERENTE ELASTICO)
 - **HRTEM** (HIGH RESOLUTION TRASMISSION ELECTRON MICROSCOPY)



Particelle di Au su C

DIFFRAZIONE - LEGGE DI BRAGG



$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

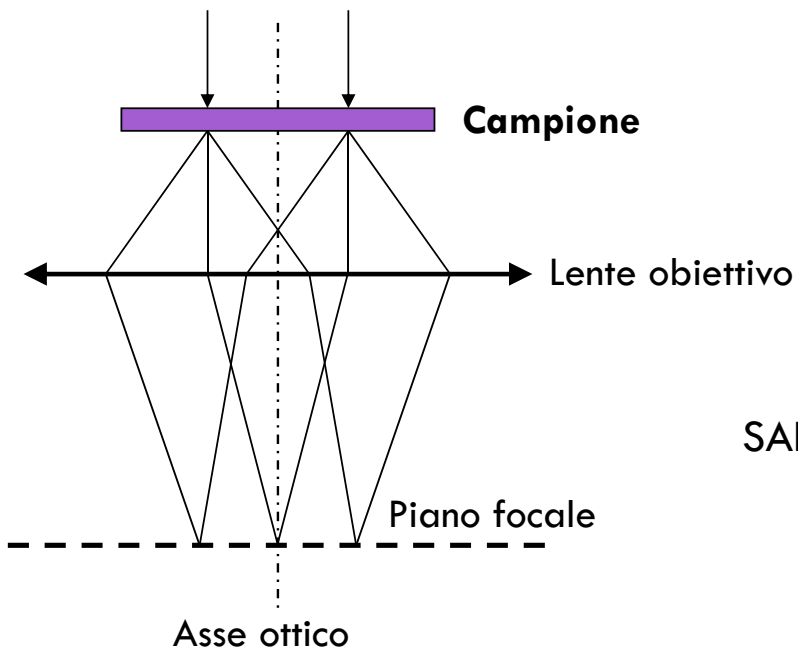
PER λ MOLTO PICCOLI SI HANNO ANGOLI DI DIFFRAZIONE MOLTO PICCOLI

ESEMPIO: PER Au(311), $d(311) = 0.123 \text{ nm}$

$\lambda \sim 0.002 \text{ nm}$ (E, 300KV) $\theta \sim 0.46^\circ$

$\lambda \sim 0.1 \text{ nm}$ (RAGGI X, 12.4 KEV) $\theta \sim 23.9^\circ$

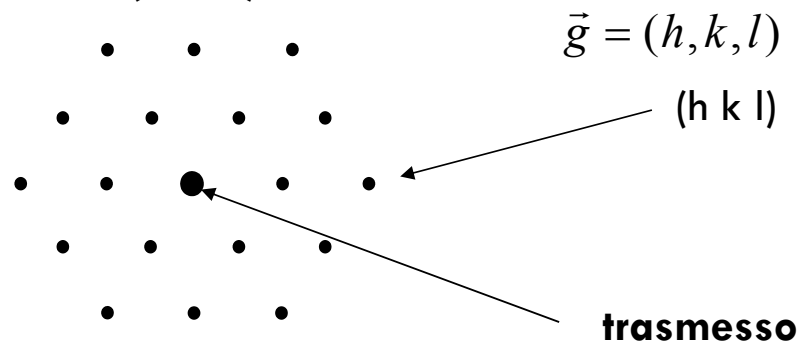
FORMAZIONE FIGURE DI DIFFRAZIONE



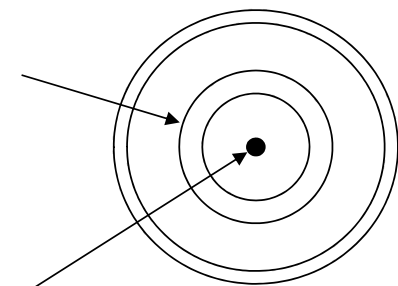
SAED = SELECTED AREA ELECTRON DIFFRACTION

SI SELEZIONA LA PARTE DEL CAMPIONE DESIDERATA CON UNA APERTURA APPOSITA SITUATA IN UN PIANO CONIUGATO DEL CAMPIONE (SOTTO L'APERTURA DELL'OBIETTIVO).

SAED da cristallo singolo
(SPOT)



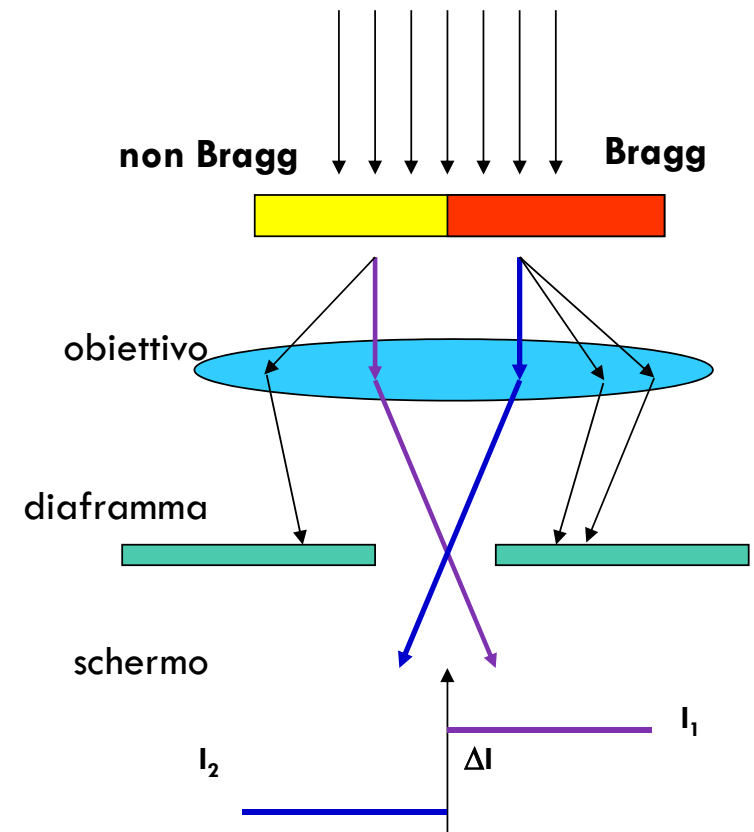
SAED da poli-cristallo
(anelli Debye-Scherrer)



TEM: CONTRASTO DI DIFFRAZIONE

IL CONTRASTO DI DIFFRAZIONE E' LEGATO ALLO SCATTERING COERENTE ELASTICO ALLA BRAGG ED È PRESENTE IN CAMPIONI CRISTALLINI.

SE UN DOMINIO O UNA ZONA DEL CAMPIONE DI TROVA IN CONDIZIONE DI BRAGG E UN ALTRO NO HO CONTRASTO LEGATO AGLI ELETTRONI RIMOSSI DAL FASCIO TRASMESSO (ISOLATO CON UN DIAFRAMMA)

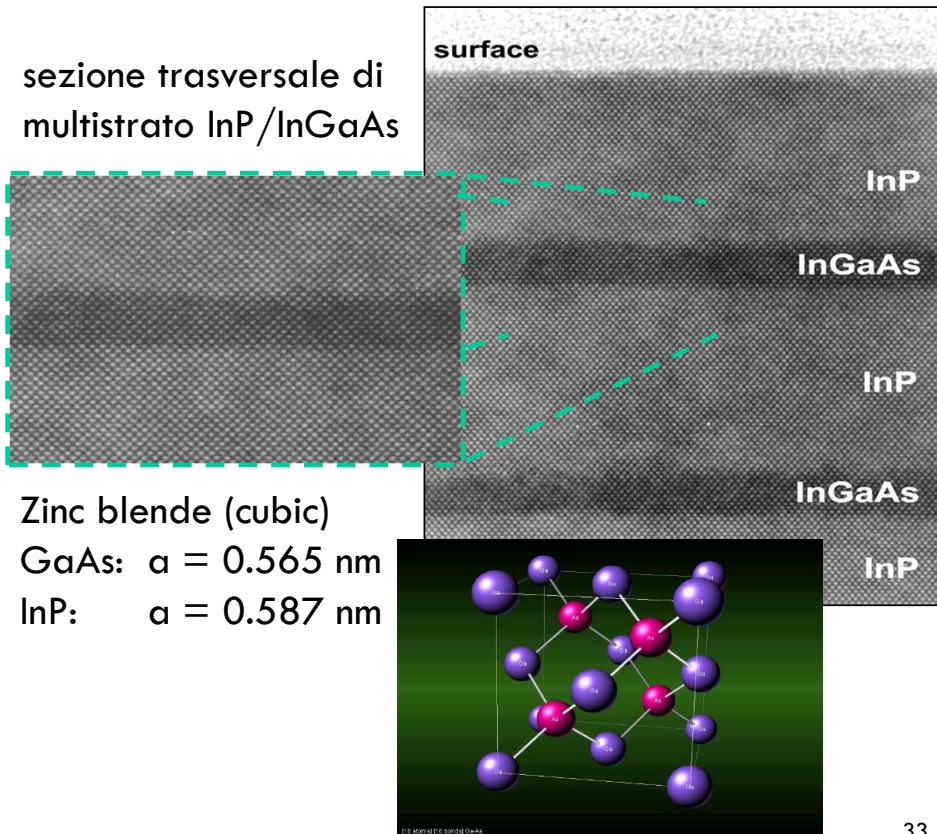


HRTEM - HIGH RESOLUTION TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY

SI OTTIENE UNA RISOLUZIONE QUASI ATOMICA (SU CAMPIONI CRISTALLINI), ADATTA A STUDIARE CAMPIONI SOTTILI (< 20 nm). MINIMIZZO LA DIFFUSIONE DEGLI ELETTRONI DOVUTI AD UNO SPESSORE ELEVATO DEL CAMPIONE (ELETTRONI DI BACK SCATTERING).

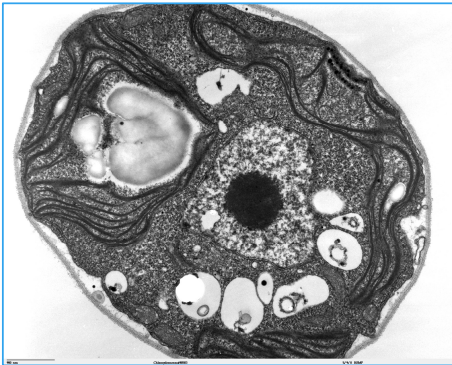
SI BASA SULLA FORMAZIONE DI IMMAGINI DI INTERFERENZA.

RIESCO A VEDERE DIFETTI RETICOLARI PUNTUALI O ESTESI (BORDI DI GRANO O DISLOCAZIONI) A RISOLUZIONE ATOMICA, FINO A VERE E PROPRIE STRUTTURE ATOMICHE SUPERFICIALI (DIFETTI NEL Si).

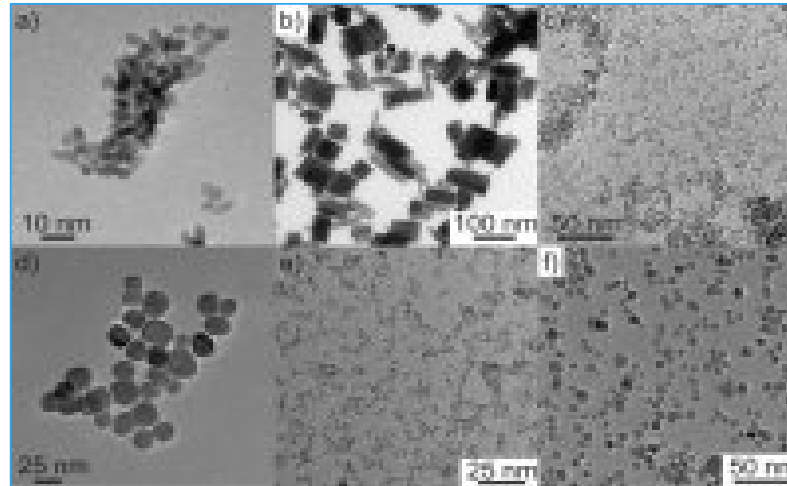


IMMAGINI TEM

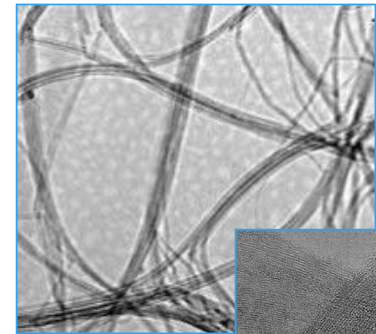
LE IMMAGINI CHE SI OTTENGONO CON LA MICROSCOPIA ELETTRONICA SONO NEI VARI TONI DEL GRIGIO PERTANTO, EVENTUALI COLORAZIONI SONO IL RISULTATO DI MODIFICAZIONI APPORTATE NELL'ELABORAZIONE DELLE STESSE.



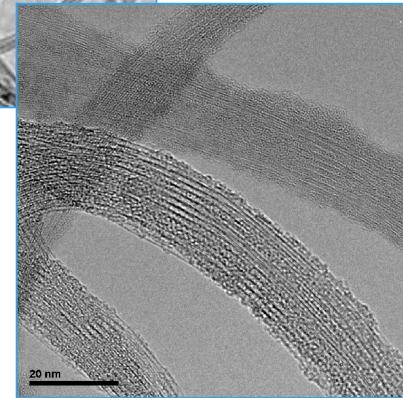
Cellula di Chlamydomonas



Nanoparticelle a) HfO_2 , b) Nd_2O_5 ,
c) Ga_2O_3 , d) In_2O_3 , e) $\text{Sn}_{0.90}\text{In}_{0.10}\text{O}_x$, f) Fe_3O_4

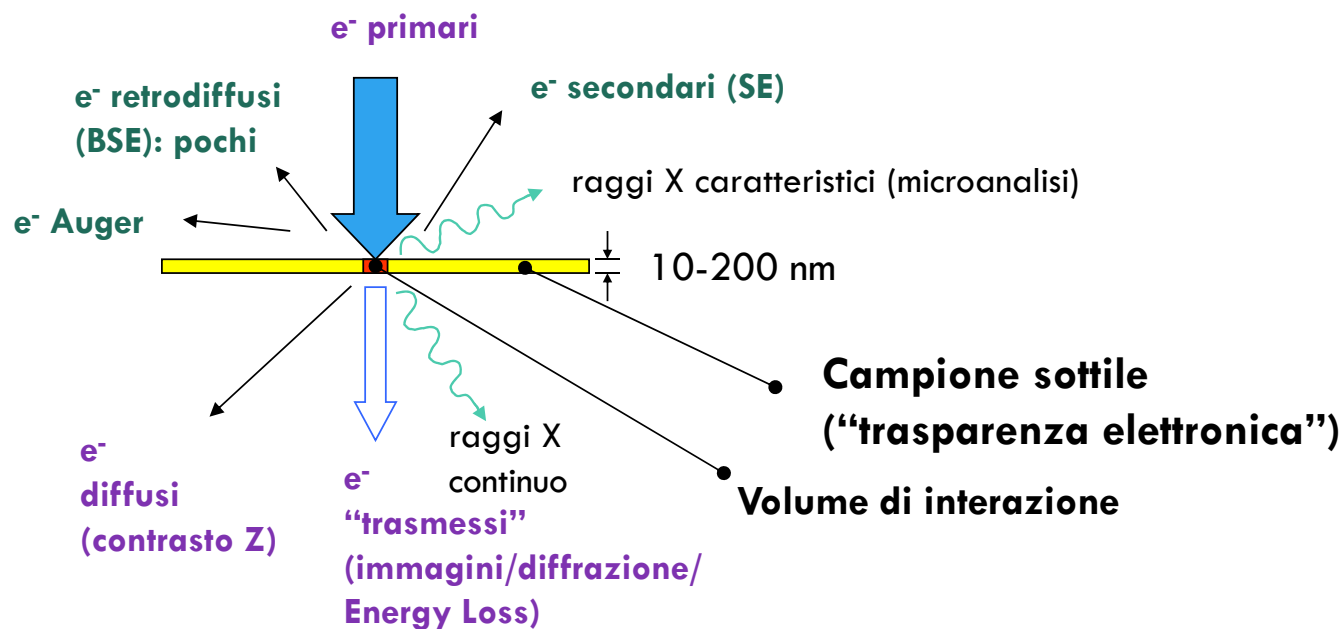


Nanotubi di carbonio

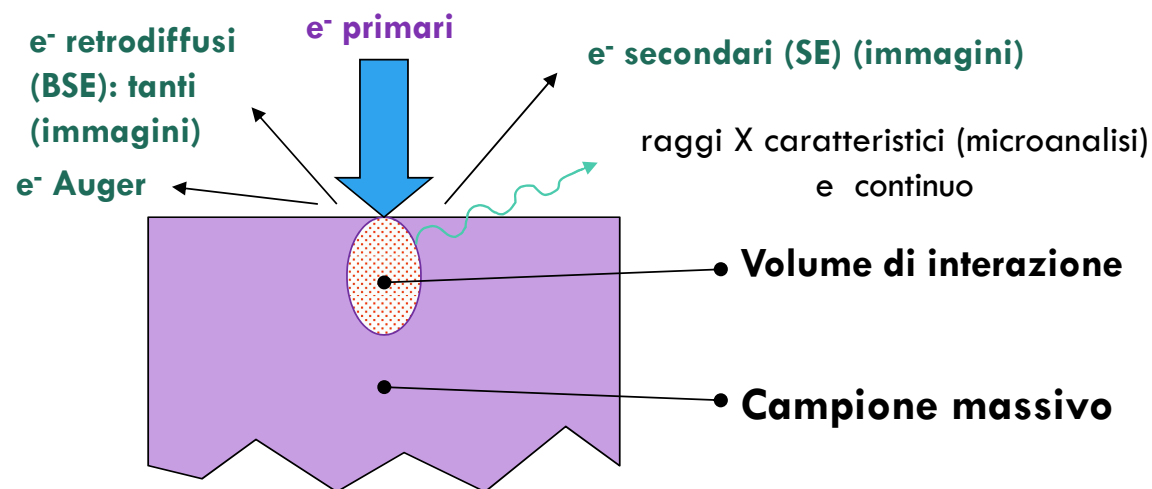


MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE (SEM)

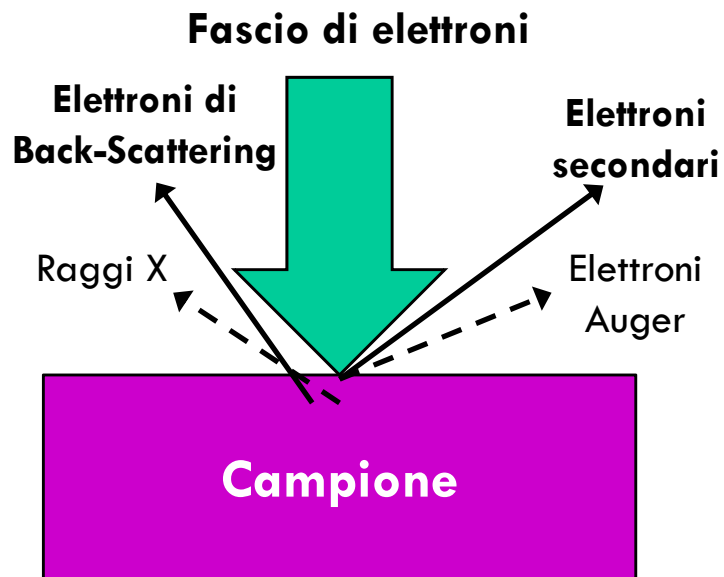
Microscopia elettronica in trasmissione (TEM)



Microscopia elettronica a scansione (SEM)



INTERAZIONE FASCIO DI ELETTRONI-CAMPIONE



- **ELETTRONI SECONDARI (SE):** PROVENGONO DA UNO STRATO DI POCHI nm, DERIVANO DALL'INTERAZIONE DEGLI ELETTRONI DEL FASCIO CON QUELLI DEL CAMPIONE
- **ELETTRONI DI BACK-SCATTERING (BSE):** SONO RETRODIFFUSI, DERIVANO DALLE INTERAZIONI DEGLI ELETTRONI DEL FASCIO CON I NUCLEI DEGLI ATOMI DEL CAMPIONE, QUINDI DA STRATI INFERIORI (μm).

POSSONO ESSERE CLASSIFICATI IN BASE ALL'ENERGIA CHE HANNO (SE_1 , SE_2 etc. BSE_1 , BSE_2 etc.); GLI ELETTRONI SECONDARI HANNO ENERGIA MINORE DI QUELLI RETRODIFFUSI.

ELETTRONI TRASMESSI, SECONDARI E RETRODIFFUSI

INFORMAZIONI OTTENIBILI DAI DIVERSI TIPI DI ELETTRONI:

- **ELETTRONI TRASMESSI (TE):** IMAGING (INGRANDIMENTO OGGETTO) O DIFFRAZIONE.
- **ELETTRONI SECONDARI (SE):** CONTRASTO TOPOGRAFICO (IMMAGINE SUPERFICIALE)
- **ELETTRONI DI BACK-SCATTERING (BSE):** CONTRASTO COMPOSIZIONALE (FUNZIONE DEL NUMERO ATOMICO DELL'ELEMENTO CAMPIONE)

NOTA: TRAMITE L'UTILIZZO DI UN RICOPRIMENTO (MgO) POSSO CONVERTIRE GLI ELETTRONI TE IN SE, E RILEVARE I SECONDI (EVITO IL PROBLEMA DI ATTRAVERSAMENTO DEL CAMPIONE DEL SEGNALE IN TRASMISSIONE).

MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE (SEM)

UN ALTRO TIPO DI MICROSCOPIO ELETTRONICO (PERFEZIONATO INTORNO AL 1964) È IL **MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE (SEM)**, CHE PERMETTE UNA VISIONE TRIDIMENSIONALE DELLE SUPERFICI ESTERNE DELLE STRUTTURE BIOLOGICHE.

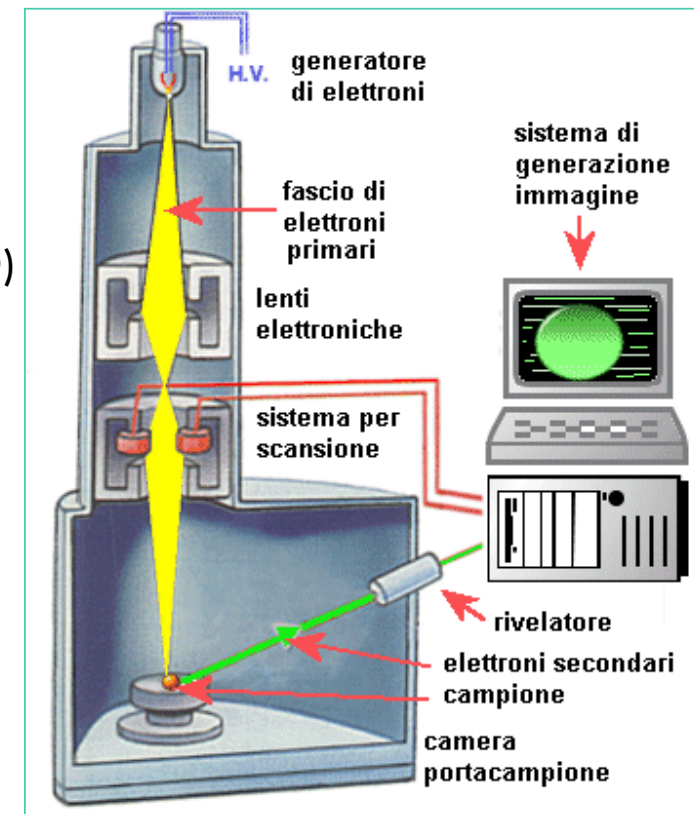
NEL SEM , INFATTI, IL FASCIO DI ELETTRONI NON ATTRAVERSA IL PREPARATO, COME NEL TEM, MA COLPISCE PUNTI SUCCESSIVI DELLA SUPERFICIE ESTERNA DI UN CAMPIONE IN ESAME.

LE IMMAGINI DEL SEM SONO RACCOLTE E REGISTRATE DA UN PARTICOLARE RIVELATORE.

IL SEM HA UN LIMITE DI **RISOLUZIONE DI 10 nm** (QUINDI, HA UN POTERE DI RISOLUZIONE MINORE RISPETTO AL TEM) E OFFRE **INGRANDIMENTI DELL'IMMAGINE DELL'OGGETTO OSSERVATO DI CIRCA 20000x**.

SCHEMA STRUMENTO (SEM)

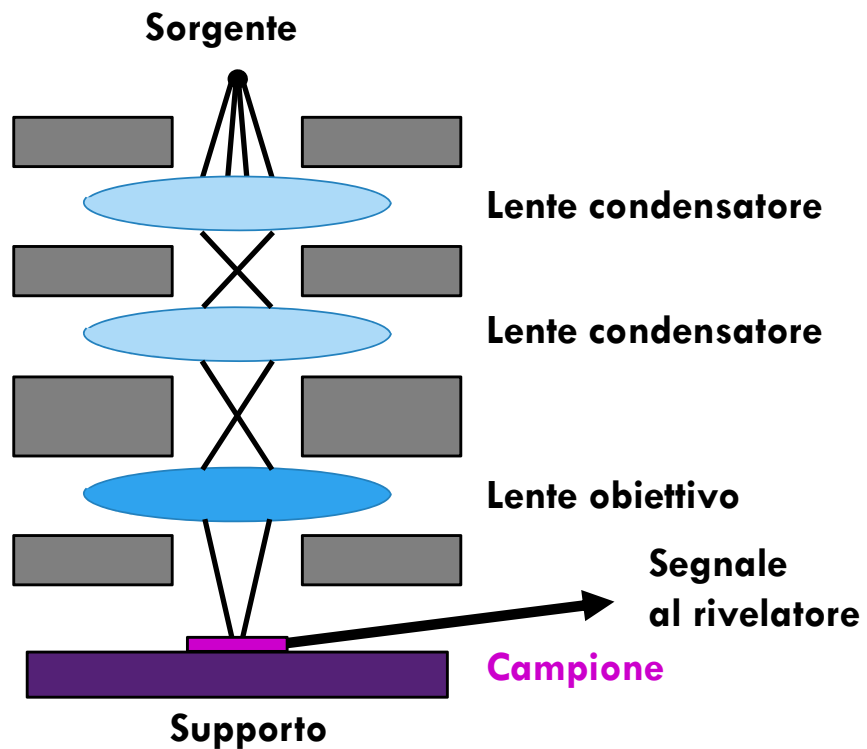
- LA SORGENTE DI ILLUMINAZIONE: IL CANNONE ELETTRONICO
- IL SISTEMA PER IL VUOTO SPINTO
- LE LENTI ELETTROMAGNETICHE (1 O PIÙ A SECONDA DELLO STRUMENTO)
- LE BOBINE DI DEFLESSIONE
- LA LENTE OBIETTIVO
- LA CAMERA PORTA-CAMPIONI
- I RIVELATORI DI SEGNALE
- IL SISTEMA DI TRASFORMAZIONE DEI SEGNALE IN IMMAGINI



SORGENTE DI ELETTRONI

		Temperatura di esercizio (K)	Corrente emessa ($J_c = A/cm^2$)	Vuoto richiesto (Pa)	Vita media (h)
Catodo a filamento di Tungsteno (W)	Filamento ripiegato a forma di V con raggio di curvatura 100 μm	2700-3000	1.75	10^{-3}	60-100
Catodo ad Esaboruro di Lantanio (LaB_6)	Asta di 16 mm con sezione di 1 mm^2	1700-2100	40-100	10^{-4}	300-500
Catodo a emissione di campo (monocristallo di Tungsteno, W)	Raggio di curvatura del cristallo 20-200 nm	300		10^{-7}	300-1000

SCHEMA STRUMENTO (SEM)



LE DUE **LENTI CONDENSATORE** DIMINUISCONO LE DIMENSIONI DEL FASCIO E LO RENDONO PIÙ COERENTE.

LA **LENTE OBIETTIVO** FOCALIZZA IL FASCIO SUL CAMPIONE, DANDO INFORMAZIONI SULL'ASPETTO, LA NATURA E LE PROPRIETÀ DELLA SUPERFICIE E DEGLI STRATI SOTTOSTANTI.

INFATTI SI GENERANO ELETTRONI SECONDARI E DI BACK-SCATTERING.

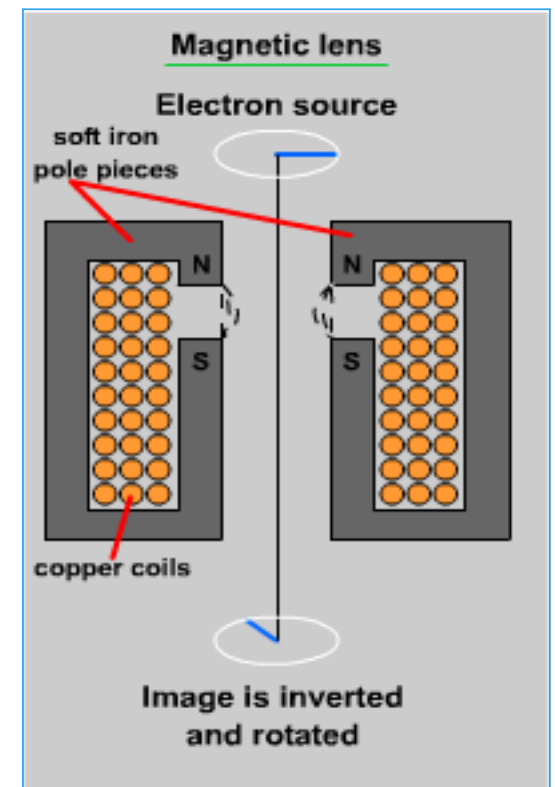
IL **RIVELATORE** SI TROVA AD UNA CERTA **ANGOLAZIONE DALL'ASSE DEL FASCIO-CAMPIONE**.

LENTI ELETTROMAGNETICHE

UNALENTE ELETTRONICA È FORMATA DA UN NUCLEO CILINDRICO DI FERRO DOLCE CONTENENTE UN AVVOLGIMENTO DI SPIRE DI FERRO. QUANDO VIENE FATTA PASSARE UNA CORRENTE SI GENERA UN **CAMPO ELETTRO-MAGNETICO** PARALLELO ALL'ASSE DELLALENTE.

IL CAMPO, AGENDO SULLA CARICA ELETTRICA DELL'ELETTRONE (CARICHE ELETTRICHE IN MOVIMENTO, RISPONDONO ALLA LEGGE DI LORENTZ), "DEVIA" IL SUO MOTO, FACENDO CONVERGERE LE TRAIETTORIE DEGLI ELETTRONI CON UGUALE ENERGIA IN UN PUNTO CHE DIVENTA IL **FUOCO DELLALENTE**.

LA **VARIAZIONE DELL'ENERGIA DEGLI ELETTRONI** È L'EQUIVALENTE DELL'**ABERRAZIONE CROMATICA** IN OTTICA.



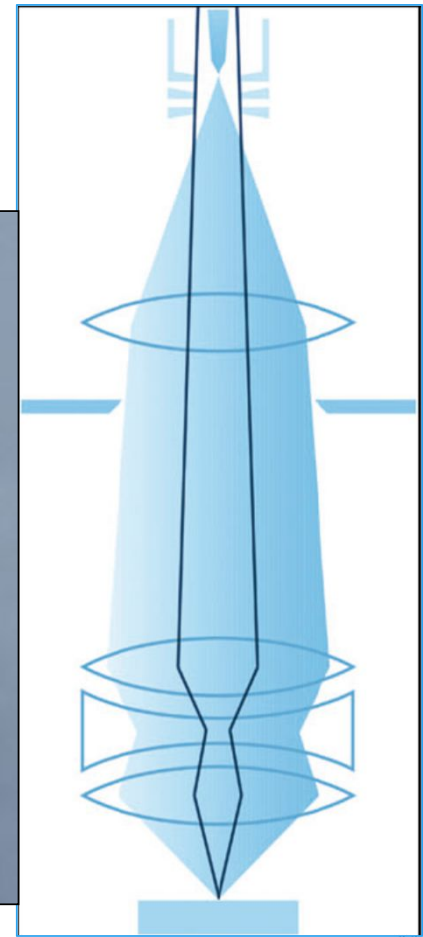
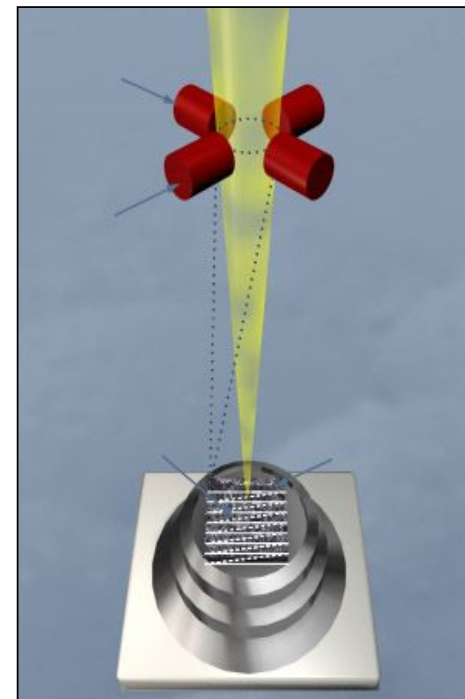
SCHEMA ELETTRO-OTTICO

TRAIETTORIE ELETTRONICHE

LE **BOBINE DI DEFLESSIONE** PERMETTONO DI EFFETTUARE UNA SCANSIONE DEL FASCIO LUNGO UN'AREA DEL CAMPIONE.

UNA COPPIA DI BOBINE DEFLETTE IL FASCIO LUNGO L'ASSE X, UNA SECONDA COPPIA LUNGO L'ASSE Y.

IL SISTEMA DI SCANSIONE È SINCRONIZZATO CON IL CON IL SISTEMA DI RACCOLTA E FORMAZIONE DELL'IMMAGINE (TUBO A RAGGI CATODICI, CRT).



ELETTRONI SECONDARI E RETRODIFFUSI

INFORMAZIONI OTTENIBILI DAI DIVERSI TIPI DI ELETTRONI:

- **ELETTRONI SECONDARI (SE):** HANNO BASSA ENERGIA E VENGONO FACILMENTE ATTRATTI DAL RIVELATORE (A SCINTILLAZIONE). A SECONDA DELL'ANGOLO TRA FASCIO E SUPERFICIE, E DELL'INTENSITÀ DEL FASCIO POSSONO DARE **CONTRASTO TOPOGRAFICO** (IMMAGINE SUPERFICIALE ALTO ANGOLO) O **CONTRASTO DI COMPOSIZIONE** (BASSA ENERGIA).
- **ELETTRONI DI BACK-SCATTERING (BSE):** PROVENGONO DA UNA ZONA PIÙ PROFONDA DEL CAMPIONE E LA LORO EMISSIONE DIPENDERÀ FORTEMENTE DAL **PESO E DAL NUMERO ATOMICO**. ALL'AUMENTARE DELL'ENERGIA DEL FASCIO AUMENTERÀ LA LORO EMISSIONE E POSSO AVERE INFORMAZIONI SUL **CONTRASTO COMPOSIZIONALE** (FUNZIONE DEL NUMERO ATOMICO DELL'ELEMENTO CAMPIONE).

RIVELATORI SEM

- **A SCINTILLAZIONE** (PER GLI ELETTRONI SECONDARI): IL RIVELATORE 'È COSTITUITO DA UN MATERIALE SCINTILLANTE CHE VIENE PORTATO AD UN CERTO POTENZIALE POSITIVO (10 KV) RISPETTO AL CAMPIONE. GLI ELETTRONI VENGONO ACCELERATI VERSO LO SCINTILLATORE, LO IRRAGGIANO E NE PROVOCANO L'EMISSIONE DI LUCE.
- **A STATO SOLIDO** (PER GLI ELETTRONI RETRODIFFUSI): GLI ELETTRONI CHE DEVONO ESSERE RIVELATI VANNO AD INTERAGIRE ALL'INTERNO DEL SEMICONDUTTORE E PRODUCONO DELLE COPPIE ELETTRONE-LACUNA CHE GENERANO UNA CORRENTE ELETTRICA (GIUNZIONE p-n).

RIVELATORI A SCINTILLAZIONE

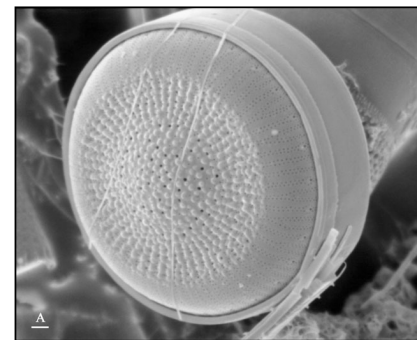
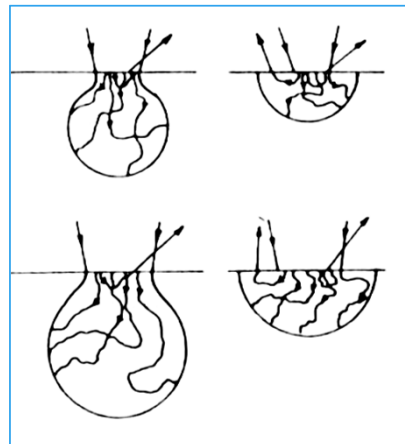
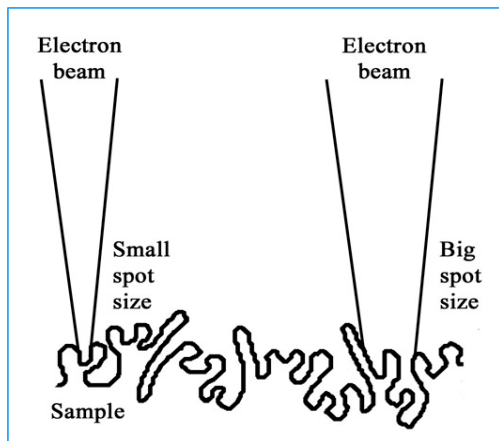
GLI ELETTRONI SECONDARI FUORIESCONO DAL CAMPIONE AD ENERGIE MOLTO BASSE, INTORNO AI 50 eV. QUESTE ENERGIE SONO TROPPO PICCOLE PER LA RIVELAZIONE DEGLI ELETTRONI (NON RIESCONO AD ECCITARE UNO SCINTILLATORE), PER QUESTO MOTIVO È NECESSARIO ACCELERARE GLI ELETTRONI SECONDARI FINO AD UNA ENERGIA DI QUALCHE KeV.

LO SCINTILLATORE È POSTO A CIRCA **90° RISPETTO ALLA NORMALE DEL CAMPIONE.**

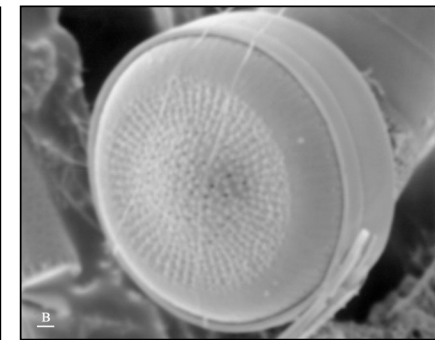
- RIESCE A DISCRIMINARE **ELETTRONI SECONDARI** E RETRODIFFUSI (FUORIESCONO DAL CAMPIONE AD ALTE ENERGIE, TALI PER CUI LA LORO TRAIETTORIA NON VIENE INCURVATA SIGNIFICATIVAMENTE DAL CAMPO ELETTRICO DOVUTO ALLO SCINTILLATORE, IL QUALE DUNQUE NON RIESCE A RACCOGLIERLI).
- VEDE LA **MORFOLOGIA** E LE «**OMBRE**» DEL CAMPIONE

LIMITI DI RISOLUZIONE

- **DIMENSIONI FASCIO** (FUNZIONE DELL'OTTICA ELETTRONICA USATA): DIPENDE DALLA BRILLANZA E DALLE ABERRAZIONI (OLTRE CHE DA FENOMENI DI DIFFRAZIONE)
- **VOLUME DI GENERAZIONE** (FUNZIONE DELL'ENERGIA DEL FASCIO E DEL NUMERO ATOMICO)
- **RAPPORTO SEGNALE/RUMORE**

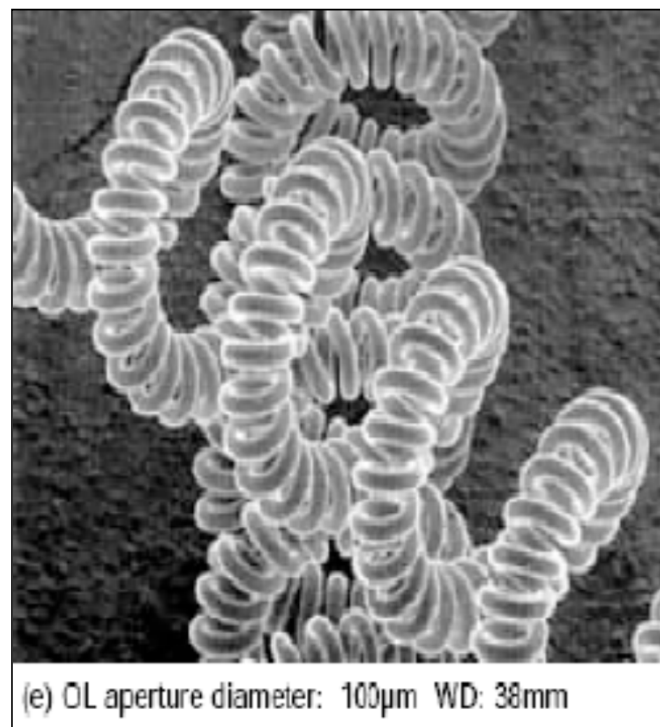
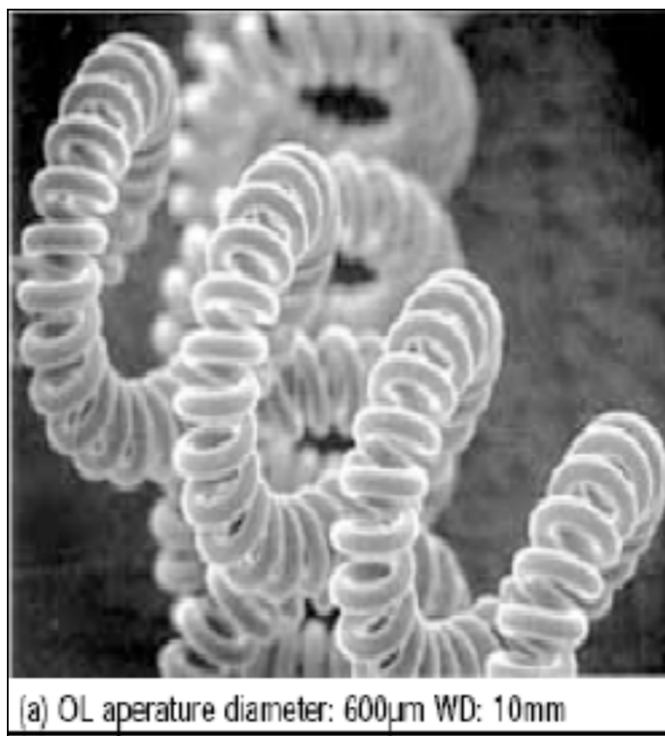


Spot-size stretto



Spot-size largo

Spot size piccolo porta ad una maggiore risoluzione ma ho un minor numero di elettroni generati e diminuisce il rapporto segnale rumore: ottengo immagini rumorose che devo filtrare



MINORE È L'APERTURA DELLA LENTE OBIETTIVO E MAGGIORE È LA DISTANZA DI LAVORO, MAGGIORE È LA PROFONDITÀ DI FUOCO.

IMMAGINI SEM

LE IMMAGINI CHE SI OTTENGONO CON LA MICROSCOPIA ELETTRONICA SONO NEI VARI TONI DEL GRIGIO; PERTANTO, EVENTUALI COLORAZIONI SONO IL RISULTATO DI MODIFICAZIONI APPORTATE NELL'ELABORAZIONE DELLE STESSE.

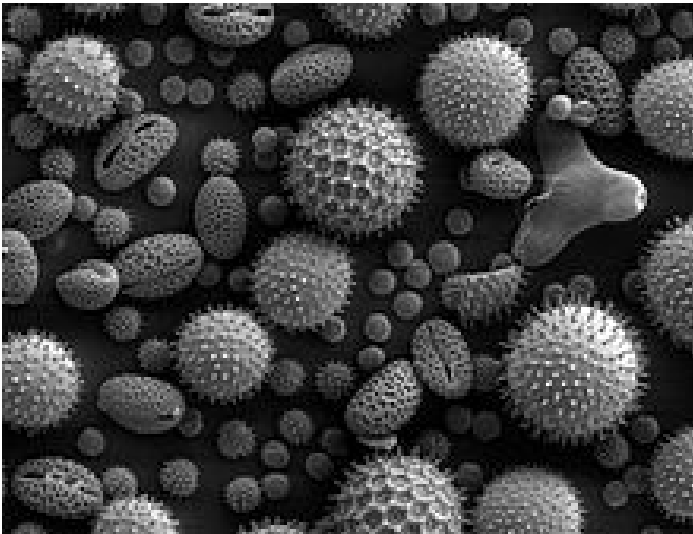


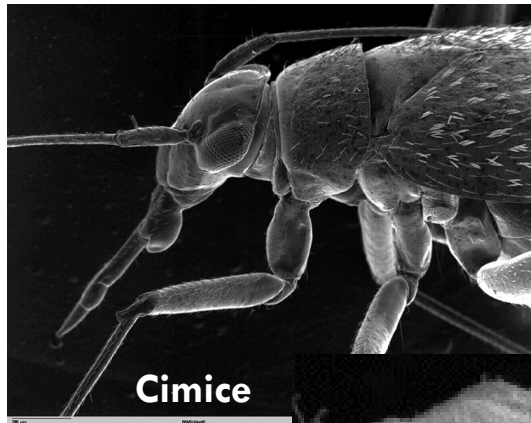
Immagine SEM di granelli di polline



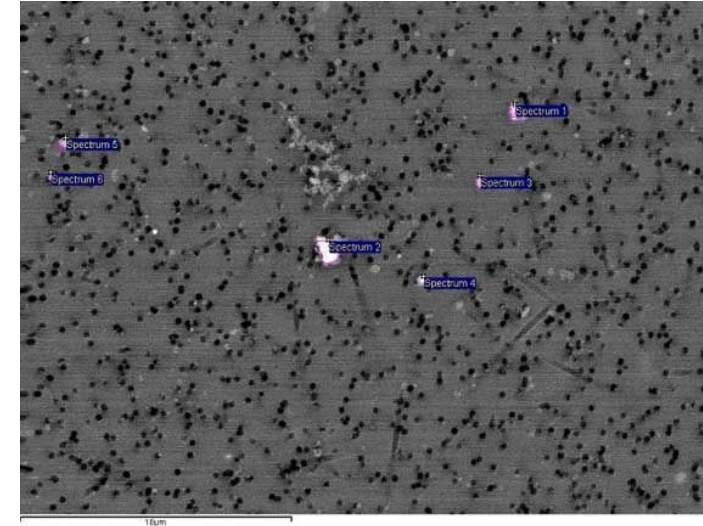
Immagine SEM di un fiocco di neve



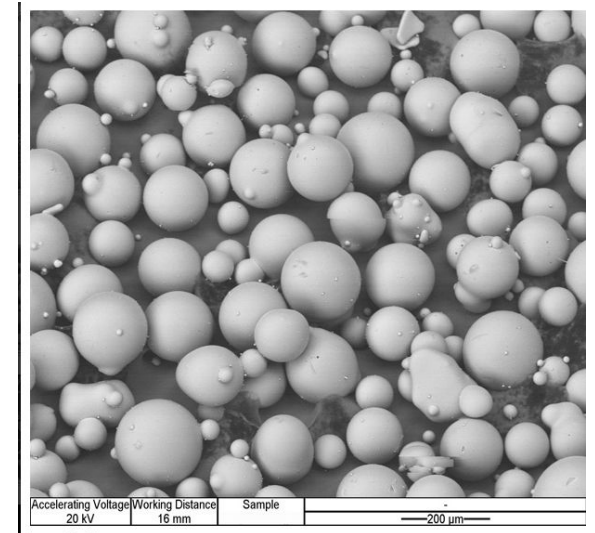
<http://remf.dartmouth.edu/imagesindex.html>



IMMAGINI SEM



Filtro con particolato urbano



Granuli di quarzo utilizzati per sabbare le superfici metalliche

PREPARAZIONE CAMPIONI SEM

SI POSSONO USARE **CAMPIONI CONDUTTORI O NON CONDUTTORI**, MA NEL SECONDO CASO BISOGNA RENDERLI CONDUTTORI PER:

- **METALLIZZAZIONE** SUPERFICIALE: TRAMITE DEPOSIZIONE DI UNO STRATO SOTTILE DI ORO O CARBONIO (10-20 nm)
- BOMBARDAMENTO AD ULTRA ALTO VUOTO CON RADICALI Ar (ACCUMULO DI CARICHE SULLA SUPERFICIE)

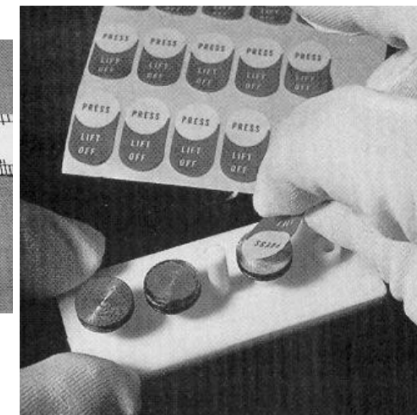
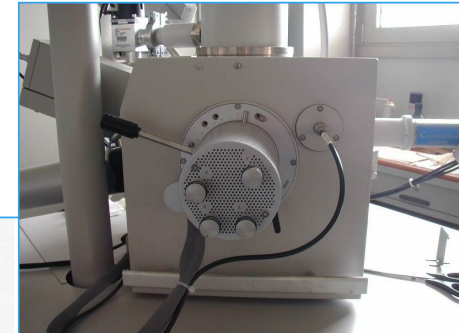
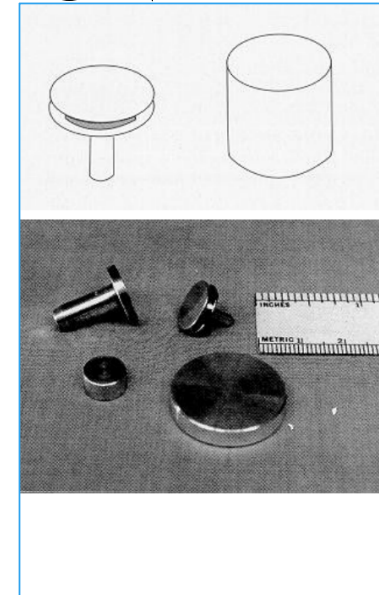
IN ENTRAMBI I CASI SI HA UNA **ALTERAZIONE DEL CAMPIONE, IRREVERSIBILE**.

IL RICOPRIMENTO DEI CAMPIONI ISOLANTI EVITA L'ECESSIVO CARICAMENTO ELETTRICO NEL MATERIALE.

CAMERA PORTA CAMPIONI

PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

- STABILIZZAZIONE - FISSAGGIO E DEIDRATAZIONE
- PREPARAZIONE DELLA SUPERFICIE - **PULIZIA**
- MONTAGGIO CAMPIONE SU UNA MATRICE (SEM)



DISCHI DI ALLUMINIO: 12-25 mm, MONTAGGIO SUL PORTA CAMPIONE CON ADESIVO O PASTA D'ARGENTO.

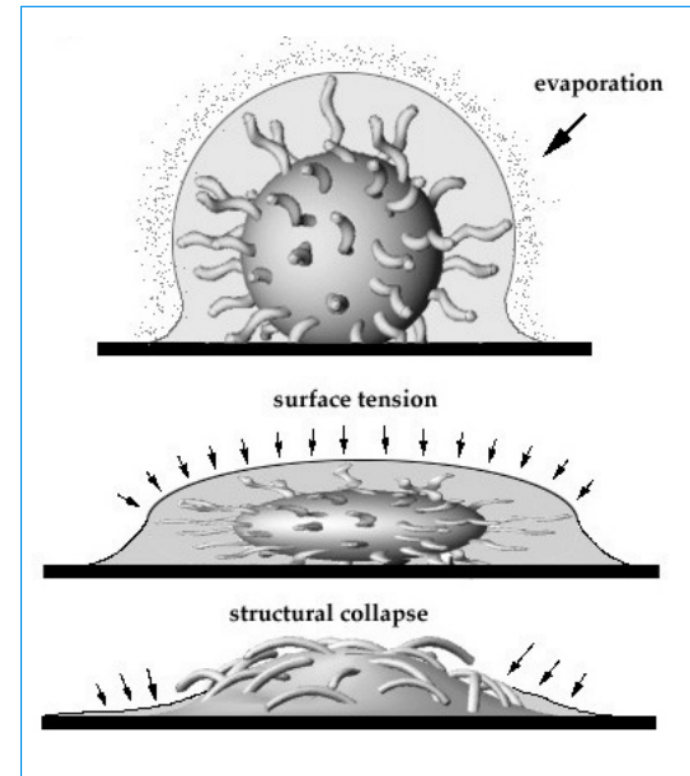
I CAMPIONI DEVONO ESSERE COMPLETAMENTE PRIVI DI QUALUNQUE MATERIALE CHE POSSA VAPORIZZARE IN VUOTO COME ACQUA, SOLVENTI ED ALTRI MATERIALI (**DISIDRATAZIONE CON ALCOOL**).

ESSICCAMENTO CAMPIONI BIOLOGICI

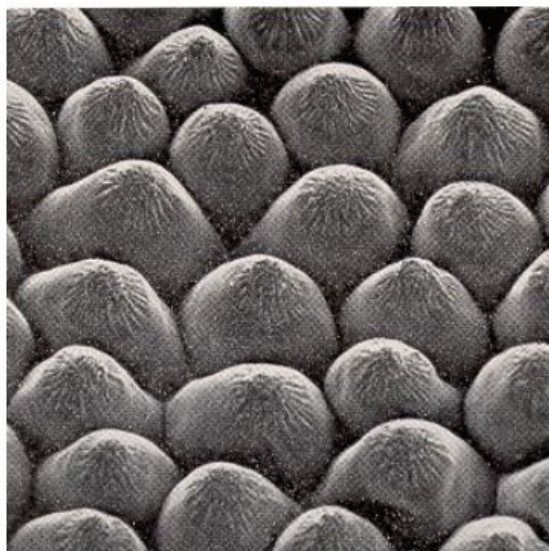
L'ESSICCAMENTO AD ARIA PUÒ DANNEGGIARE I CAMPIONI A CAUSA DELLA TENSIONE SUPERFICIALE

L'ESSICCAMENTO DA PUNTO CRITICO (**CRITICAL POINT DRYING, CPD**) È UNA TECNICA DI ESSICCAMENTO USATA PER PREVENIRE DANNI SUI CAMPIONI BIOLOGICI.

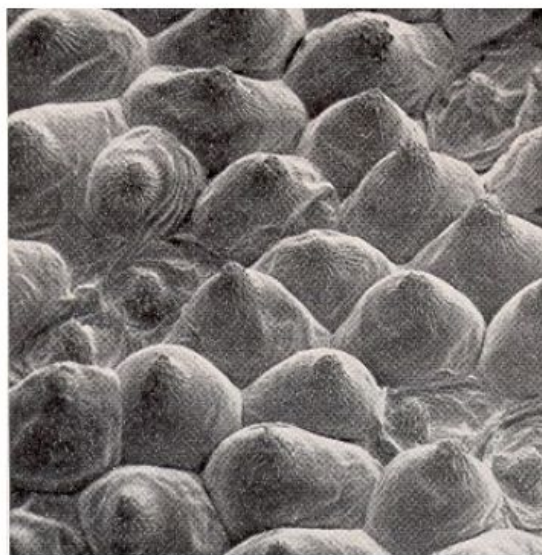
LA TENSIONE SUPERFICIALE È EVITATA ESSICCANDO IL CAMPIONE CON UNA SOLUZIONE (L'**ANIDRIDE CARBONICA** È LA SOSTANZA IL PIÙ FREQUENTEMENTE USATA) CHE È PORTATA DA UN LIQUIDO SUBCRITICO A LIQUIDO **IPERCRTICO** EVITANDO UN PASSAGGIO LIQUIDO-GAS PERCHÉ LE DENSITÀ DEL GAS E DEL LIQUIDO SONO EQUIVALENTI.



ESEMPIO SEM CAMPIONI BIOLOGICI



**Immagine SEM Petalo di Rosa
(CPD)**



**Immagine SEM Petalo di Rosa fissato
e seccato all'aria**

850x

VANTAGGI DEL SEM

DA INDICAZIONI SU:

- MORFOLOGIA DELLA SUPERFICIE DEL CAMPIONE
- COMPOSIZIONE CHIMICO FISICA
- DIFETTOSITÀ ELETTRICHE
- CONTAMINAZIONE DELLE SUPERFICI
- MISURA DEI POTENZIALI SUPERFICIALI
- **ALTA RISOLUZIONE** (LIMITE 2 nm)
- **ALTI INGRANDIMENTI** (FINO A 100000x)
- ALTA PROFONDITÀ DI CAMPO
- FACILE PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Profondità di campo: Intervallo, misurato lungo l'asse ottico (asse z nel microscopio), entro il quale si può spostare il campione senza che la sua immagine appaia fuori fuoco

CONFRONTO TRA MICROSCOPIE

	Microscopia Ottica	SEM	TEM
Range di ingrandimento	1-1000	10-10000	1000-1000000
Risoluzione			
Ordinaria	5 mm	0,1 mm	5 nm
Per osservazioni accurate	0,2 mm	20 nm	1 nm
Limite	0,1 mm	1 nm	0,2 nm
Profondità di campo	0,1 mm a 10x	10 mm a 10x	limitata allo spessore del film
	1 mm a 100x	1 mm a 100x	limitata allo spessore del film
Ambiente	versatile	richiede il vuoto (0,03 Pa)	richiede il vuoto (0,03 Pa)