

Scheda Tecnica “MICROSCOPIA ELETTRONICA E SPETTROSCOPIA A RAGGI X INDOTTI DA ELETTRONI”



Funzionalità

Nel microscopio elettronico a scansione (o SEM - Scanning Electron Microscope) un fascio di elettroni colpisce il campione che si vuole osservare.

Dal campione vengono emesse numerose particelle fra le quali gli elettroni secondari. Questi elettroni vengono rilevati da uno speciale rivelatore e convertiti in impulsi elettrici. Il fascio non è fisso ma viene fatto scansire, viene cioè fatto passare sul campione in una zona rettangolare, riga per riga, in sequenza. Il segnale degli elettroni secondari viene mandato ad uno schermo (un monitor) dove viene eseguita una scansione analogica. Il risultato è un'immagine in bianco e nero che ha caratteristiche simili a quelle di una normale immagine fotografica. Per questa ragione le immagini SEM sono immediatamente intelligibili ed intuitive da comprendere.

Il potere di risoluzione di un normale microscopio elettronico SEM a catodo di tungsteno si aggira intorno ai 5 nm. L'immagine SEM ha un'elevata profondità di campo. Il campione è sotto alto vuoto (10-5 Torr) e deve essere conduttivo (oppure reso tale per metallizzazione), altrimenti produce cariche elettrostatiche che disturbano la rivelazione dei secondari.

Gli altri segnali emessi dal campione in seguito all'eccitazione del fascio sono: elettroni riflessi (fenomeno di backscattering), elettroni channelling, raggi X, catodoluminescenza, correnti indotte dal fascio e per alcuni tipi di campioni, anche elettroni trasmessi. Questi segnali possono essere rivelati da appositi rivelatori/apparecchiature e sono usati in numerose tecniche di misura: catodoluminescenza, EBIC, spettroscopia EDX (energy dispersive X-raymicroanalysis), EBSD (Electron Backscatter Diffraction Analysis), channellingpatterns, ecc.

Con il termine spettroscopia EDX (Energy Dispersive X-rayanalysis) si indica una metodica analitica strumentale che sfrutta l'emissione di raggi X generati da un fascio elettronico accelerato incidente sul campione.

Mentre il termine EBSD è una tecnica diffrattometrica che consente l'analisi, attraverso elettroni retrodiffusi, di particolari bande diffrattometriche impresse dagli elettroni retrodiffusi su degli opportuni schermi al fosforo.

La strumentazione è comunemente costituita da un microscopio elettronico a scansione tipo SEM-EDX-EBSD. Schematicamente si può descrivere il principio di funzionamento nel seguente modo: un emettitore costituito da un filamento di tungsteno, o di esaboruro di lantanio, più costoso ma con migliore rendimento energetico con guadagno in termini di sensibilità, che viene portato oltre i 1000°C per riscaldamento elettrico, funge da sorgente di elettroni per effetto termoionico. Il fascio elettronico così generato viene dapprima accelerato da una differenza di potenziale di 0,3-30 KV e quindi passa prima attraverso un collimatore elettromagnetico per essere deflesso, in modo da generare la scansione, e finalmente collimato verso il piatto contenente il campione in esame.

Il rivelatore, che è disposto in modo tale da ricevere il massimo livello di radiazione assorbibile, può essere del tipo a dispersione di lunghezza d'onda (WDS) o a dispersione di energia (EDS), ognuno con rispettivi pro e contro.

Il rivelatore EDS sfrutta l'interazione energetica tra i raggi X e un opportuno materiale. È caratteristicamente rappresentato da un monocristallo di silicio drogato con litio, rivestito alle due estremità con uno strato conduttivo in oro, mantenuto in alto vuoto e alla temperatura di -192°C con azoto liquido. Il cristallo di germanio ad elevata purezza rappresenta una moderna evoluzione più efficiente. Il principio di funzionamento sfrutta la produzione di corrente elettrica, che viene sensibilmente amplificata, generata per interazione tra fotoni e cristallo.

Le applicazioni pratiche sono principalmente rivolte alla caratterizzazione qualitativa di sostanze solide e all'analisi centesimale, con la possibilità di rilevare anche la presenza di elementi in tracce. Con l'ausilio di opportuno software è anche possibile un approccio quantitativo sulla base della legge di Lambert-Beer.

Il sistema EDXS utilizzato permette di ottenere analisi di composizione qualitative o semi-quantitative. I segnali rilevati dall'apparecchio sono quindi indicativi della presenza di un determinato elemento all'interno del campione, ma non possono fornire la percentuale di elemento presente se non in modo approssimato. Elementi leggeri come il Carbonio, inoltre, presentano segnali in genere ampiamente sopravvalutati dalla tecnologia rispetto alle percentuali realmente presenti, e quindi non possono venire considerati per un'analisi di tipo quantitativo.

Nel sistema EBSD gli elettroni elettrodiffusi vengono convogliati verso un apposito schermo al fosforo, dove si producono opportune bande diffrattometriche correlabili con la struttura cristallografica del materiale (bande di Kiruchi). Tali bande vengono rilevate da un detector CCD che trasmette i segnali al PC. Con questa tecnica è possibile discernere sulla struttura cristallografica del materiale. Attraverso l'utilizzo di opportune librerie è possibile risalire alla struttura cristallina del materiale e delle relative fasi di cui è costituito. È possibile anche calcolare micro-strain, orientazioni cristallografiche, dimensioni dei grani e ripartizioni di fase con elevata precisione.

Specifiche tecniche

- Voltaggio fascio variabile fino a 40KV;
- Possibilità di lavoro in modalità secondario e elettroni retrodiffusi;
- Sonda EDXS per l'analisi composizionale semiquantitativa;
- Possibilità di lavorare ad elevati ingrandimenti (oltre 100000X);
- Campioni di dimensioni modeste causa spazio limitato in camera (20x20x20mm);

Contatti

Friuli Innovazione, Centro di Ricerca e di Trasferimento Tecnologico

c/o Laboratorio di Metallurgia e Tecnologia delle Superfici e dei Materiali Avanzati
Via Sondrio 2, 33100 Udine (UD)

Responsabile Scientifico

Prof. Lorenzo Fedrizzi (Università degli Studi di Udine)

Tel.: 0432.558839

E-mail: lorenzo.fedrizzi@uniud.it

Referente Friuli Innovazione

Claudia Di Benedetto (Servizio Trasferimento Tecnologico)

Tel.: 0432.629924

E-mail: claudia.dibenedetto@friulinnovazione.it

Friuli Innovazione, Centro di Ricerca e di Trasferimento Tecnologico

Parco Scientifico e Tecnologico Luigi Danieli di Udine

Via Jacopo Linussio, 51 - 33100 Udine - Italia

T +39 0432 629911 - **F** +39 0432 603887- **E** info@friulinnovazione.it

www.friulinnovazione.it

