

Microscopie

Confronto tra microscopie

	MO	SEM	TEM
Range di ingrandimento	1-1000	10-10000	1000-1000000
Risoluzione			
<i>Ordinaria</i>	5 μ m	0.1 μ m	5nm
<i>Per osservazioni accurate</i>	0.2 μ m	20nm	1nm
<i>Limite</i>	0.1 μ m	1nm	0.2nm
Profondità di campo	0.1mm a 10x	10mm a 10x	limitata allo spessore del film
	1 μ m a 100x	1mm a 100x	limitata allo spessore del film
Ambiente	versatile	richiede il vuoto (0.03Pa)	richiede il vuoto (0.03Pa)

Risoluzione

Distanza minima tra 2 oggetti per la quale i due oggetti appaiono distinti

In ottica non dipende solo dalle lenti ma anche dalla lunghezza d'onda della sorgente luminosa.

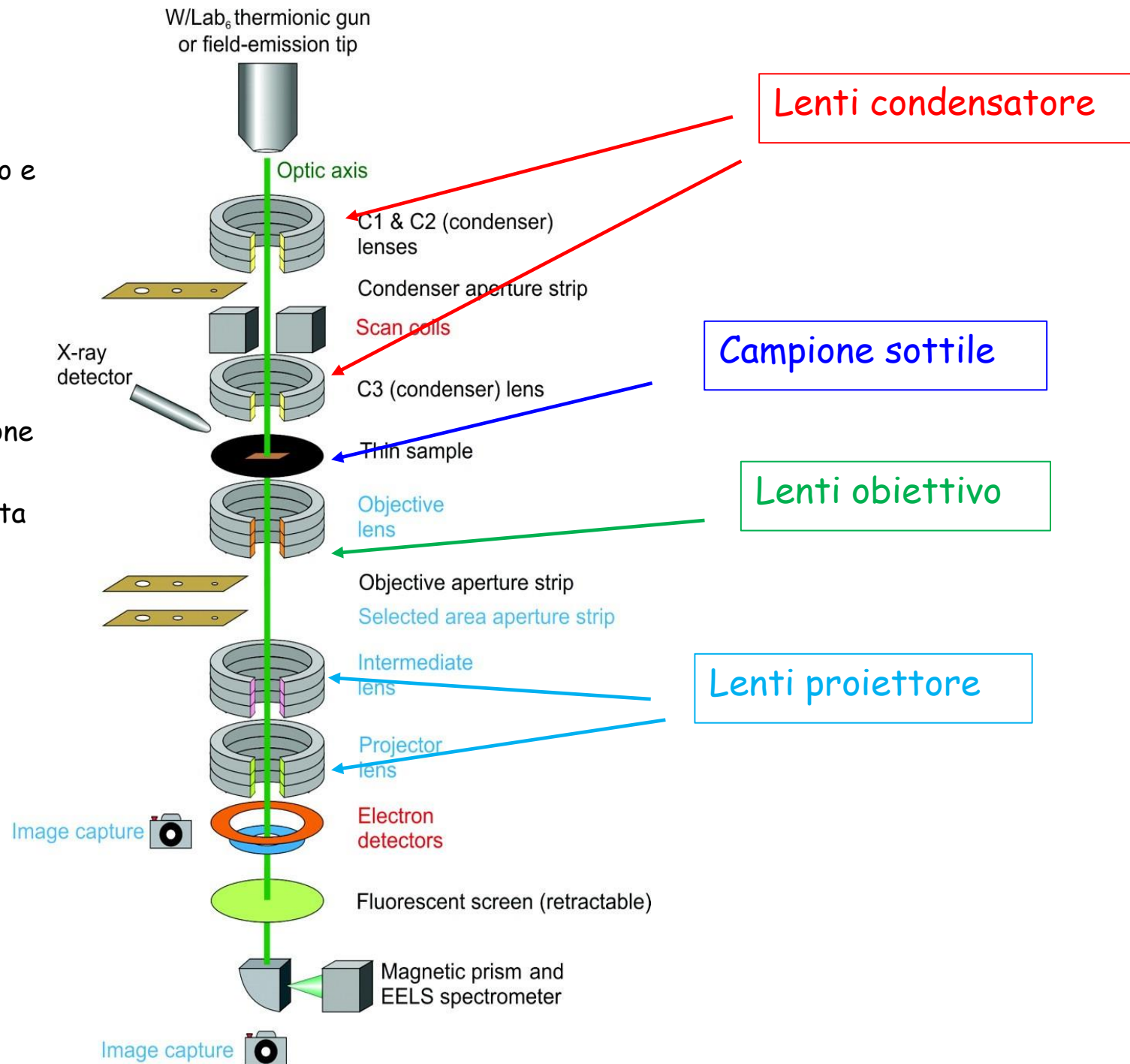
In microscopia ottica il limite di risoluzione è $0.2 \mu\text{m}$ per via della lunghezza d'onda della luce visibile che varia tra $0.4 \mu\text{m}$ e $0.7 \mu\text{m}$

Microscopio Elettronico in Trasmissione: TEM

Microscopio Elettronico in Trasmissione: TEM

Il fascio elettronico creato in alto vuoto, viene accelerato e focalizzato tramite le lenti condensatori

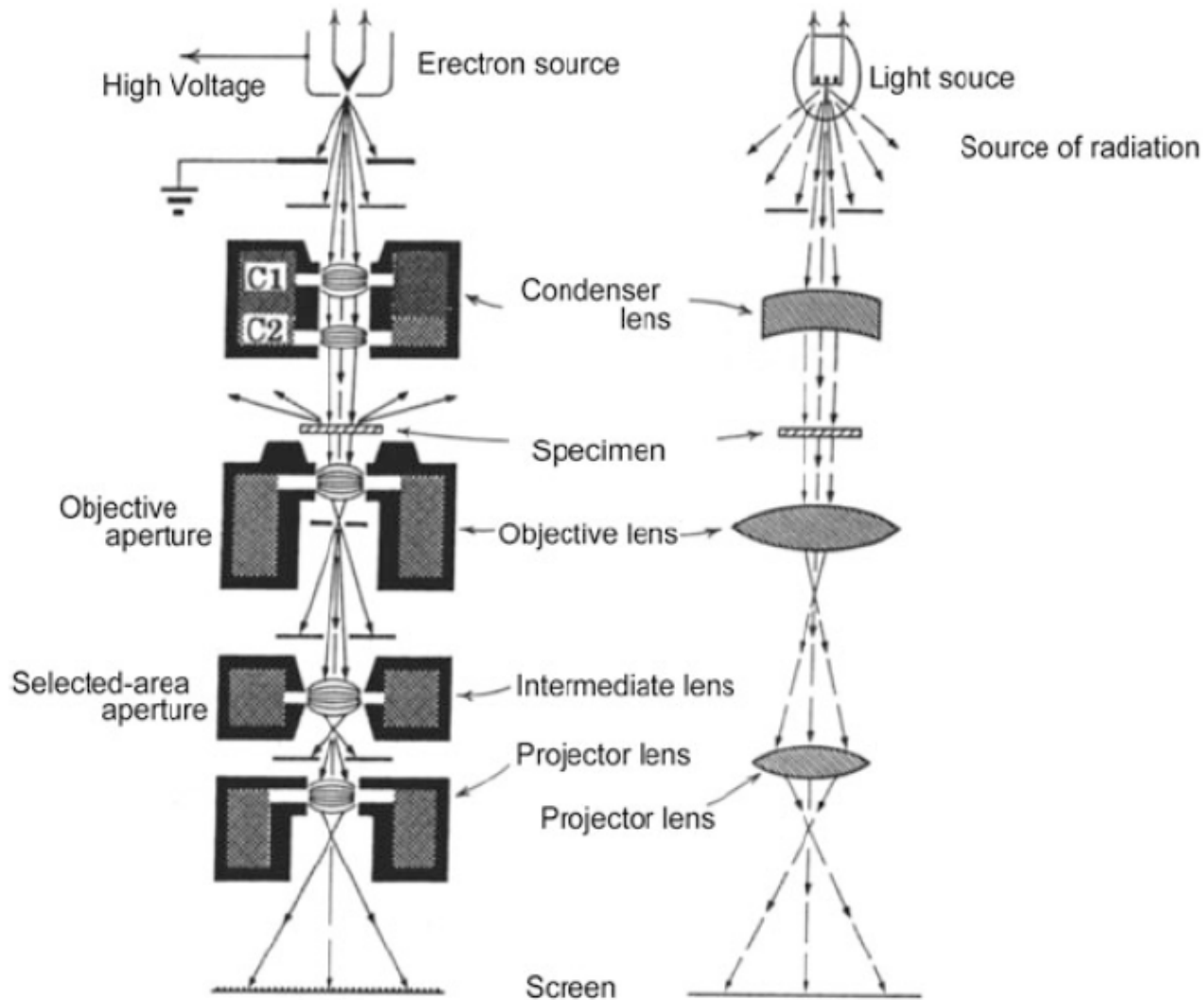
Il fascio attraversa il campione nelle lenti obiettivo si forma l'immagine che viene ingrandita nelle lenti proiettore



Confronto TEM e microscopio ottico

TEM

MO

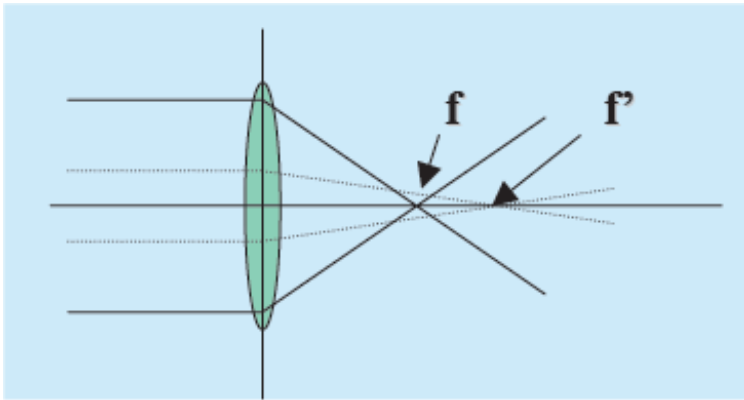


Confronto tra filamenti

Emettitore	Vita media (ore)	Source size	Brillanza a 25KV
W (termoionico)	60-100	100 μm	1 $\text{Wm}^2\text{sr}^{-1}$
LaB6	300-500	5 μm	20-50 $\text{Wm}^2\text{sr}^{-1}$
W (emissione di campo)	300-1000	<100 \AA°	100-1000 $\text{Wm}^2\text{sr}^{-1}$

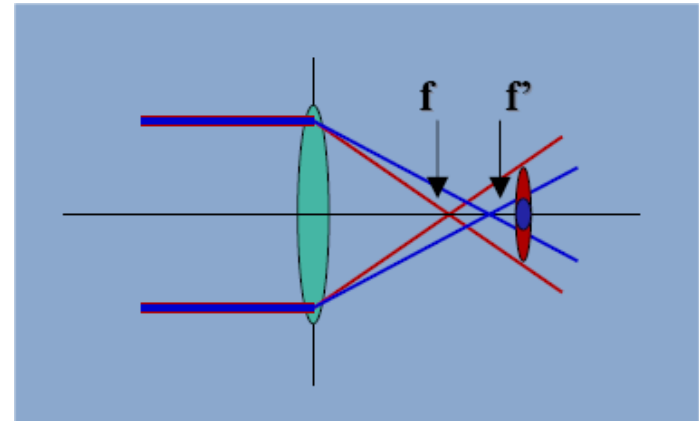
Le aberrazioni

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

Astigmatismo

Varie imperfezioni (irregolarità di lavorazione nell'avvolgimento delle bobine, disomogeneità nei materiali, contaminazioni) inducono delle asimmetrie nei campi delle lenti. Tuttavia lo strumento e' dotato di un sistema di bobine di compensazione che consentono di minimizzare tale aberrazione

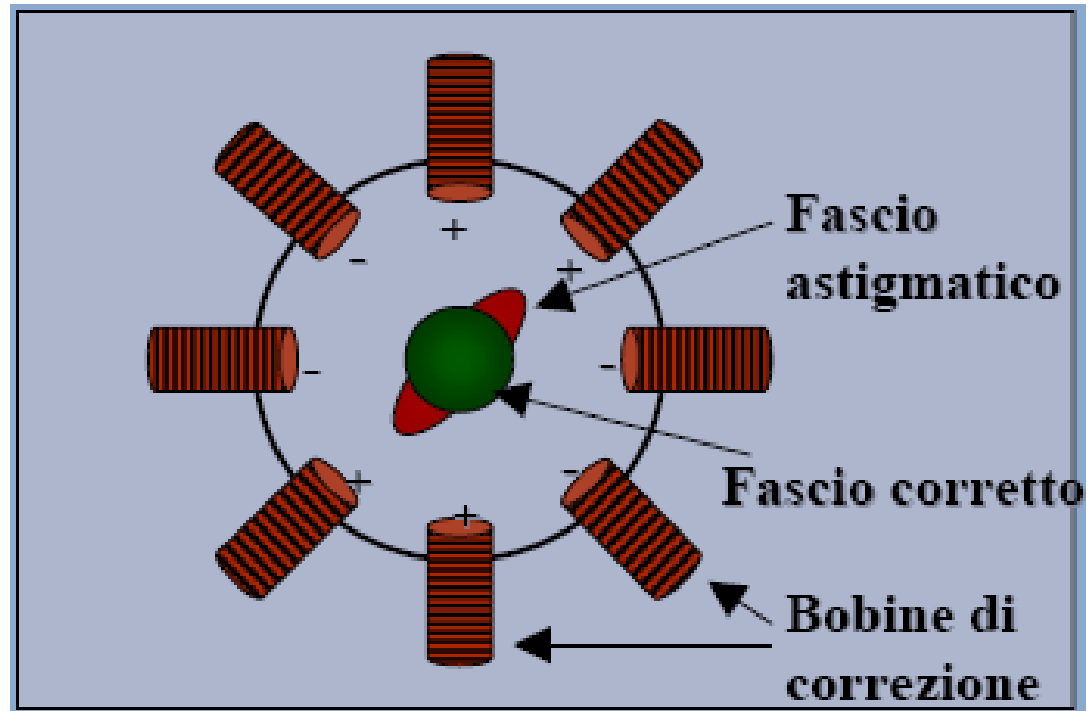


Immagine TEM di HDPE

Catasta lamellare

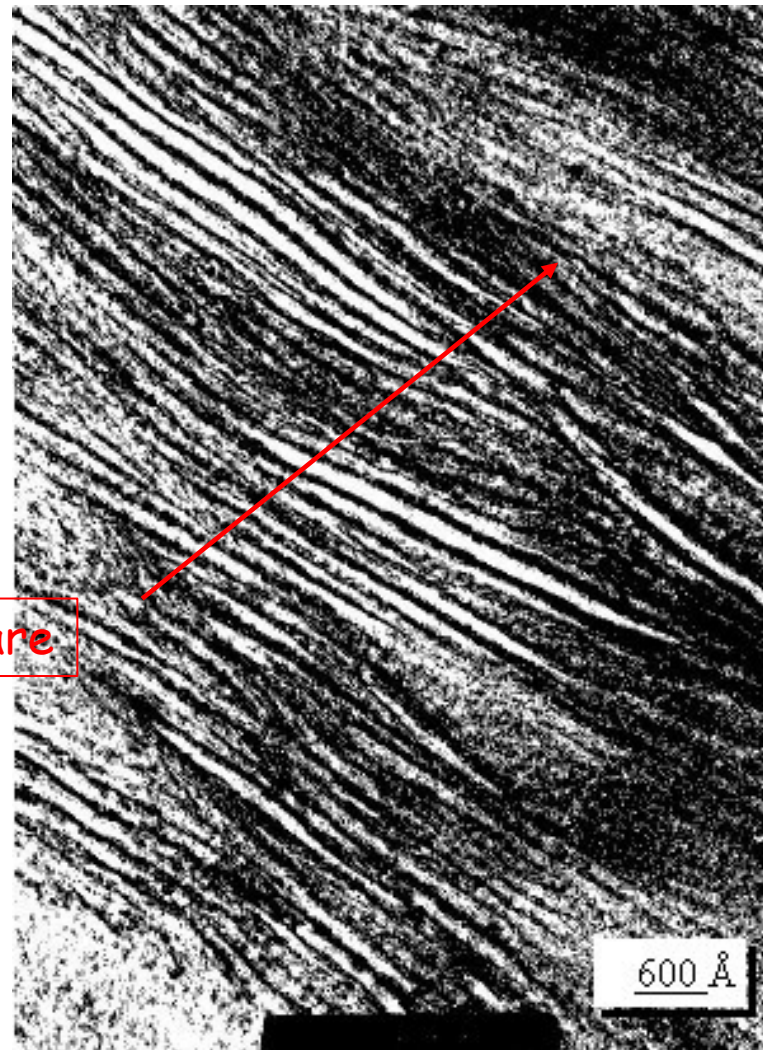
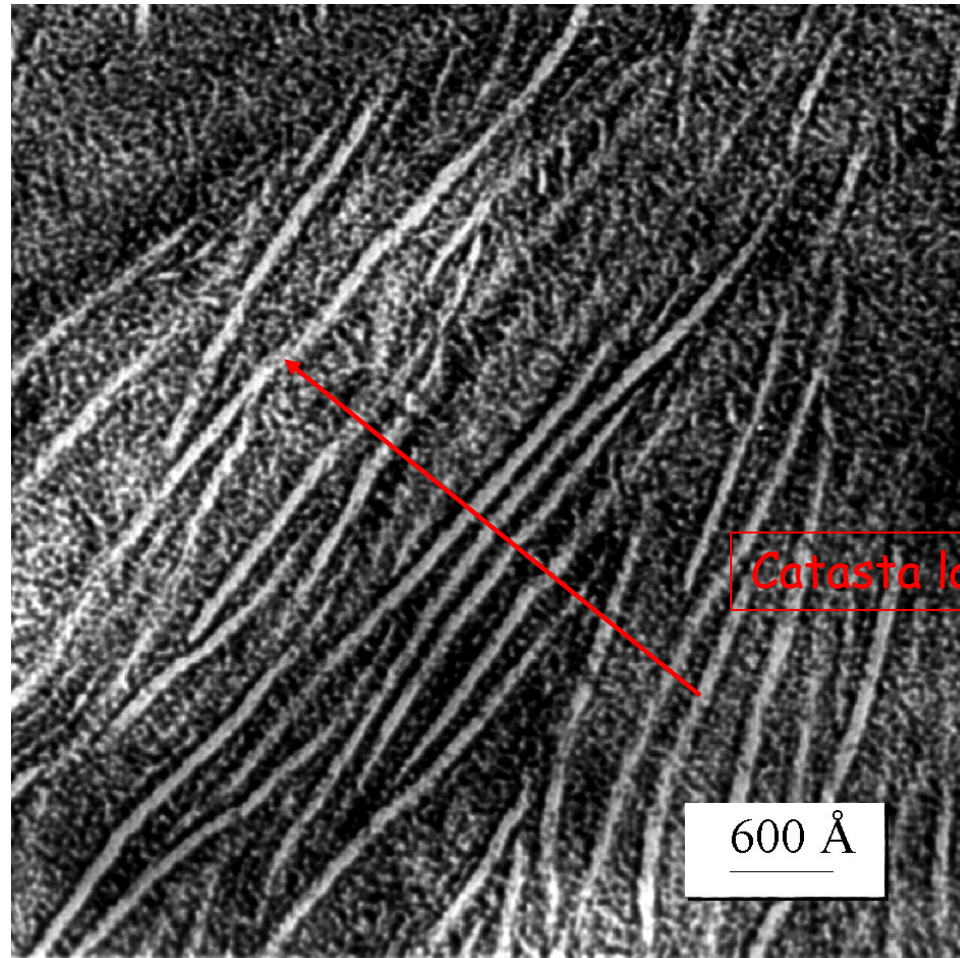


Immagine TEM di LLDPE (comonomero 1-Esene)



Catasta lamellare

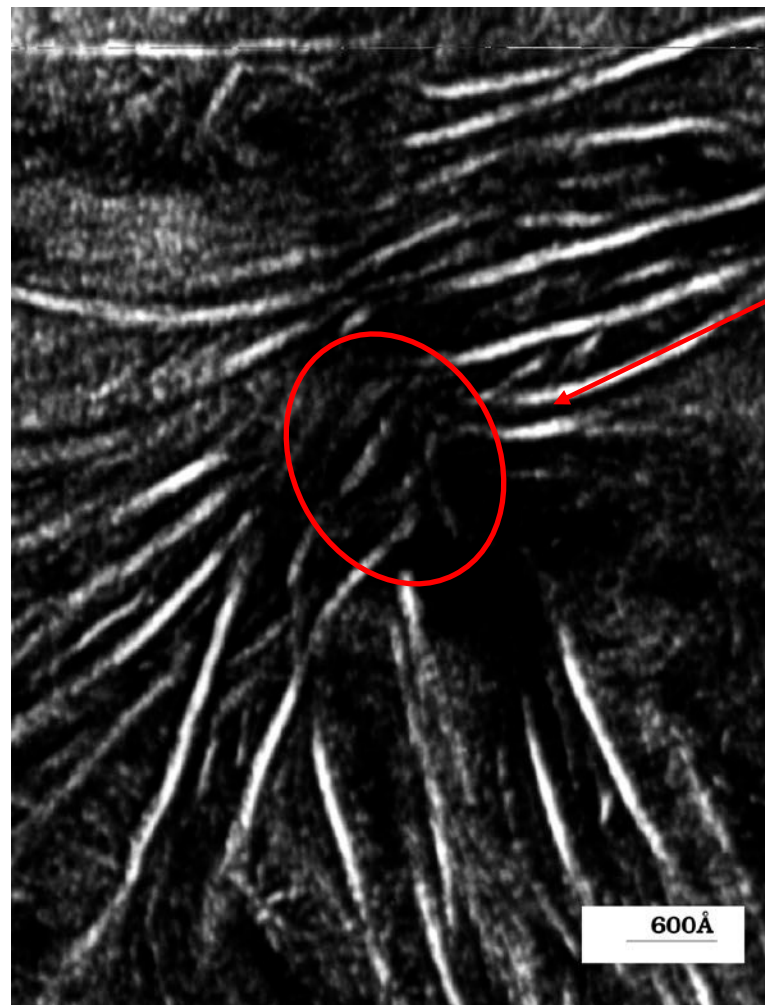
600 Å

Immagine TEM di LLDPE (comonomero 4-Metil-1-Pentene)

Zone amorphe
esterne alla catasta



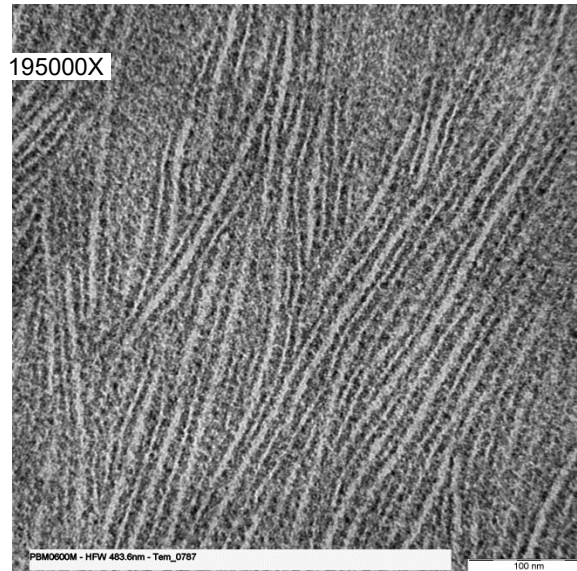
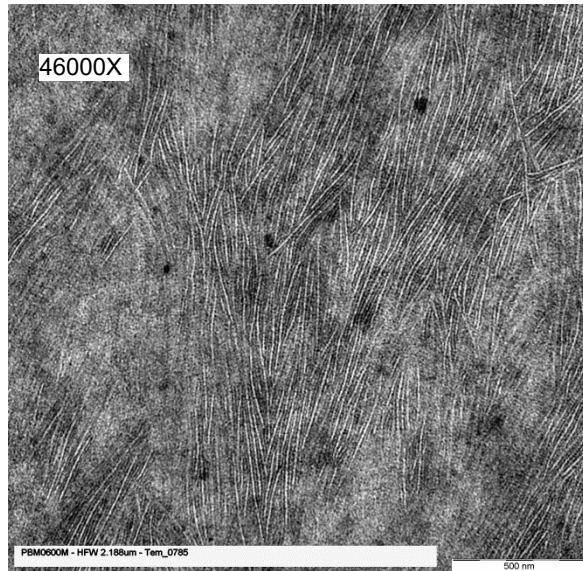
Immagine TEM di LLDPE (comonomero 1-Butene)



Nucleo

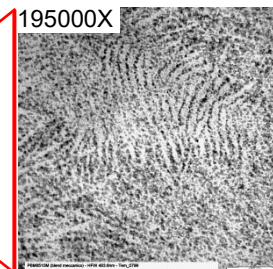
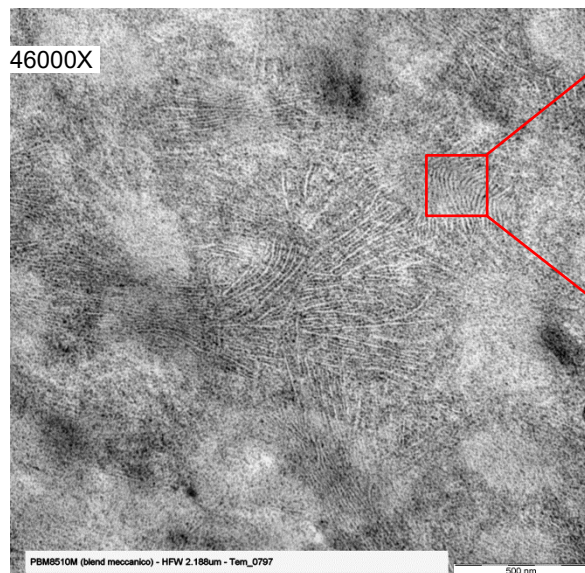
600Å

Immagini TEM



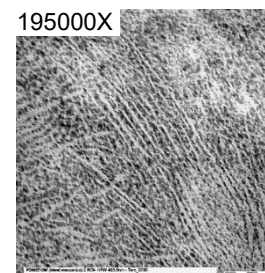
Copolimero di i-PB
(bimodale in
composizione)

Split 1: 40% con 1%C2
Split 2: 60% con 6.5%C2



lamelle
non accatstate
↓
non individuabili
tramite SAXS

lamelle
accatstate
↓
individuabili
tramite SAXS

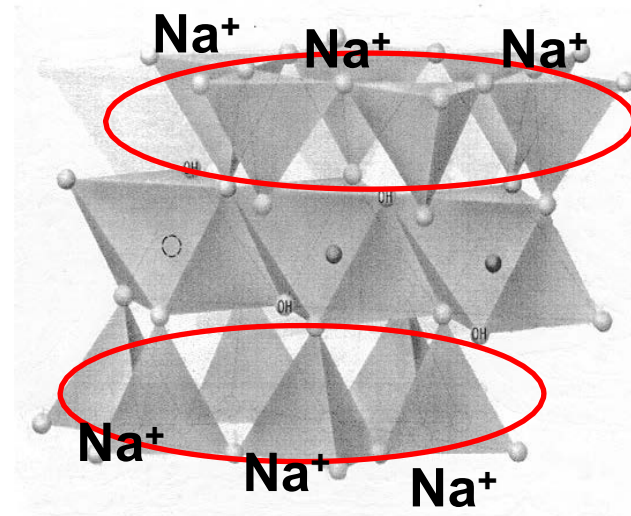


Blend di i-PB
(a partire dai due split
del copolimero)

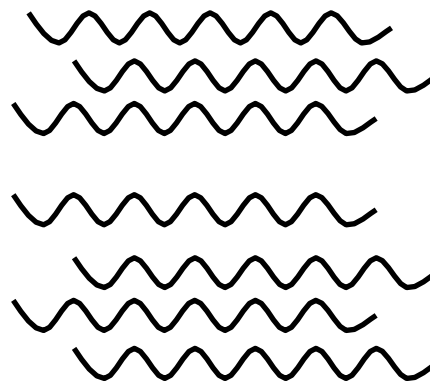
Nanocompositi lamellari

Le argille, filler a strati con spessore nanometrico

Struttura tipo 2:1...
...a due strati
tetraedrici...
...se ne interpone uno
ottaedrico

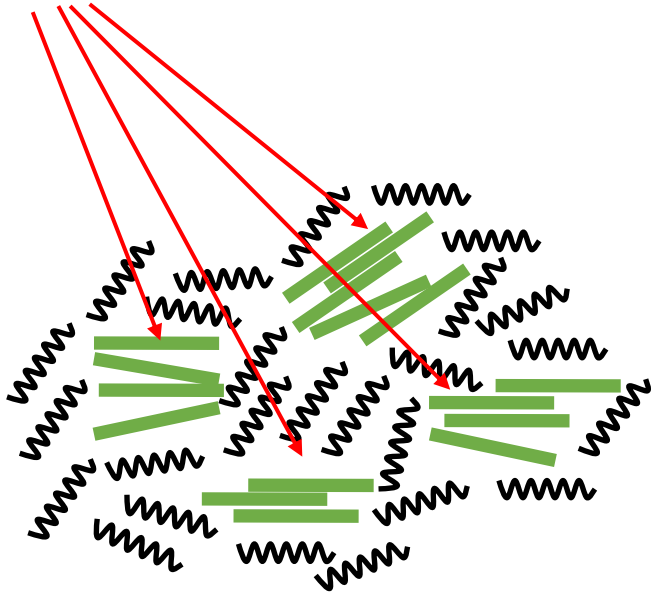


Quando si
formano i
nanocompositi...

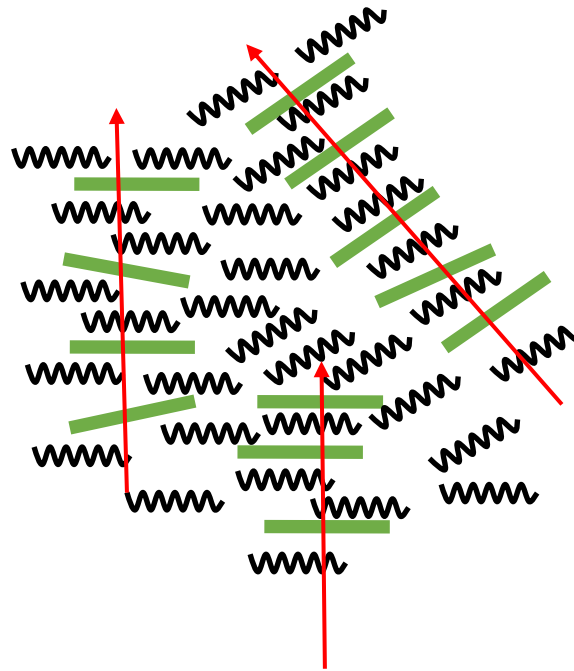


....si possono ottenere 3 fasi

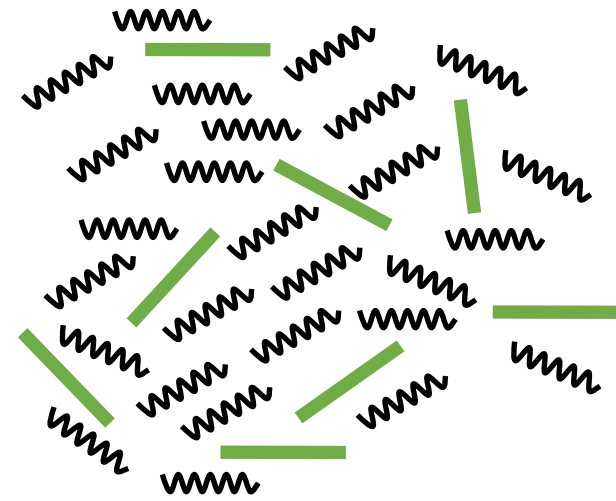
tattoidi



Immiscibile

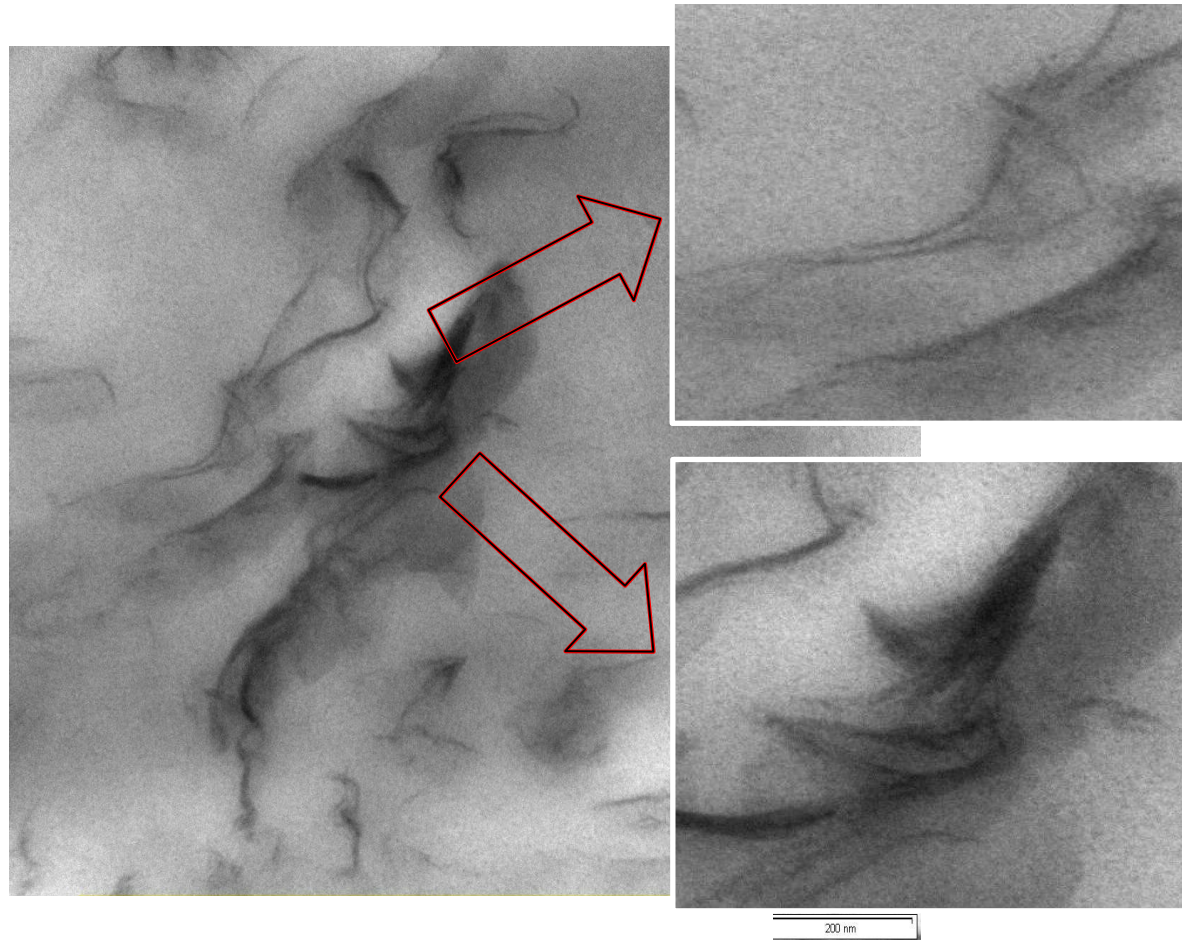


Intercalata



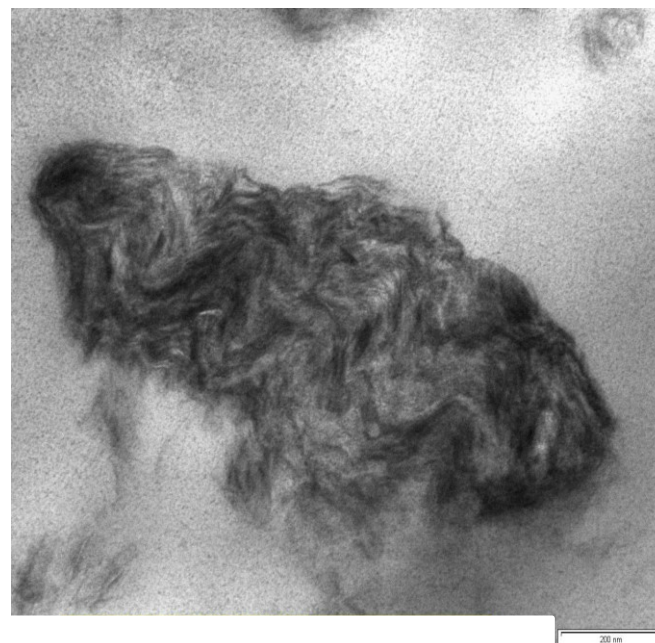
Esfoliata

Immagini TEM



Esfoliazione

Intercalazione

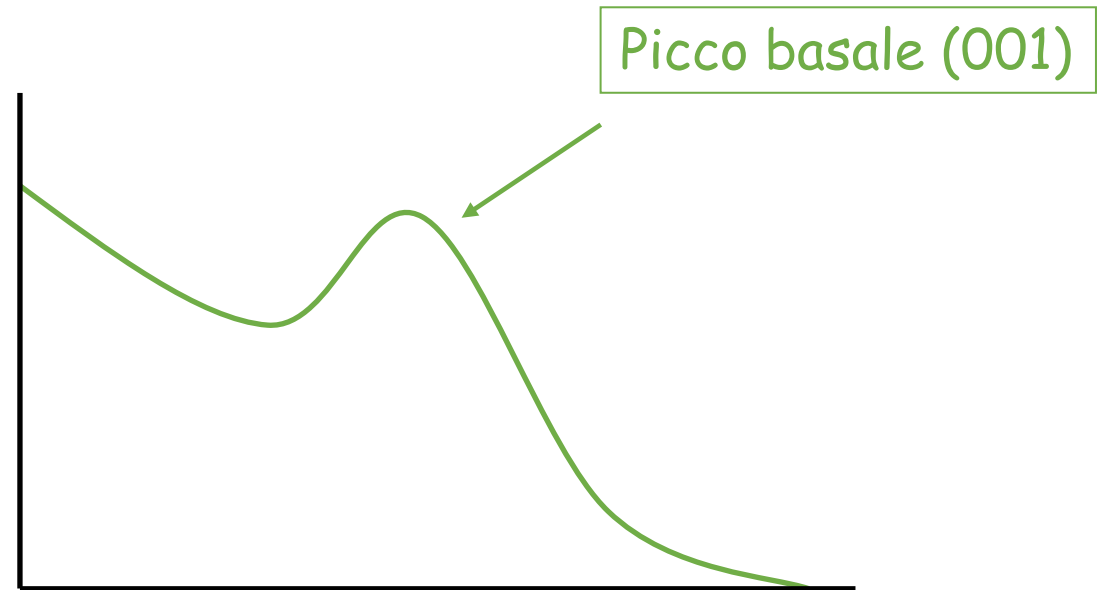


Immiscibilità

Diffrazione dei raggi X ad alto angolo



Accatamento
strati dell'argilla

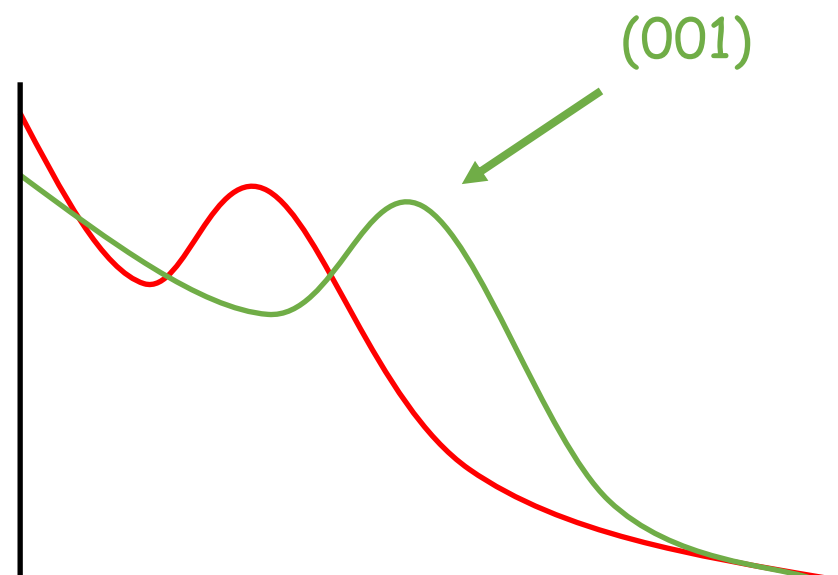
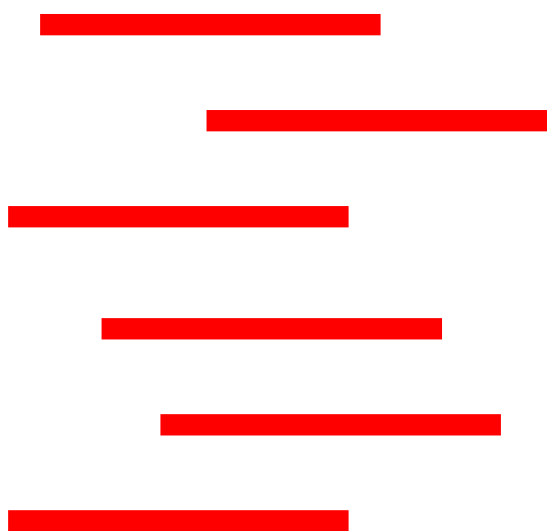


Picco basale (001)

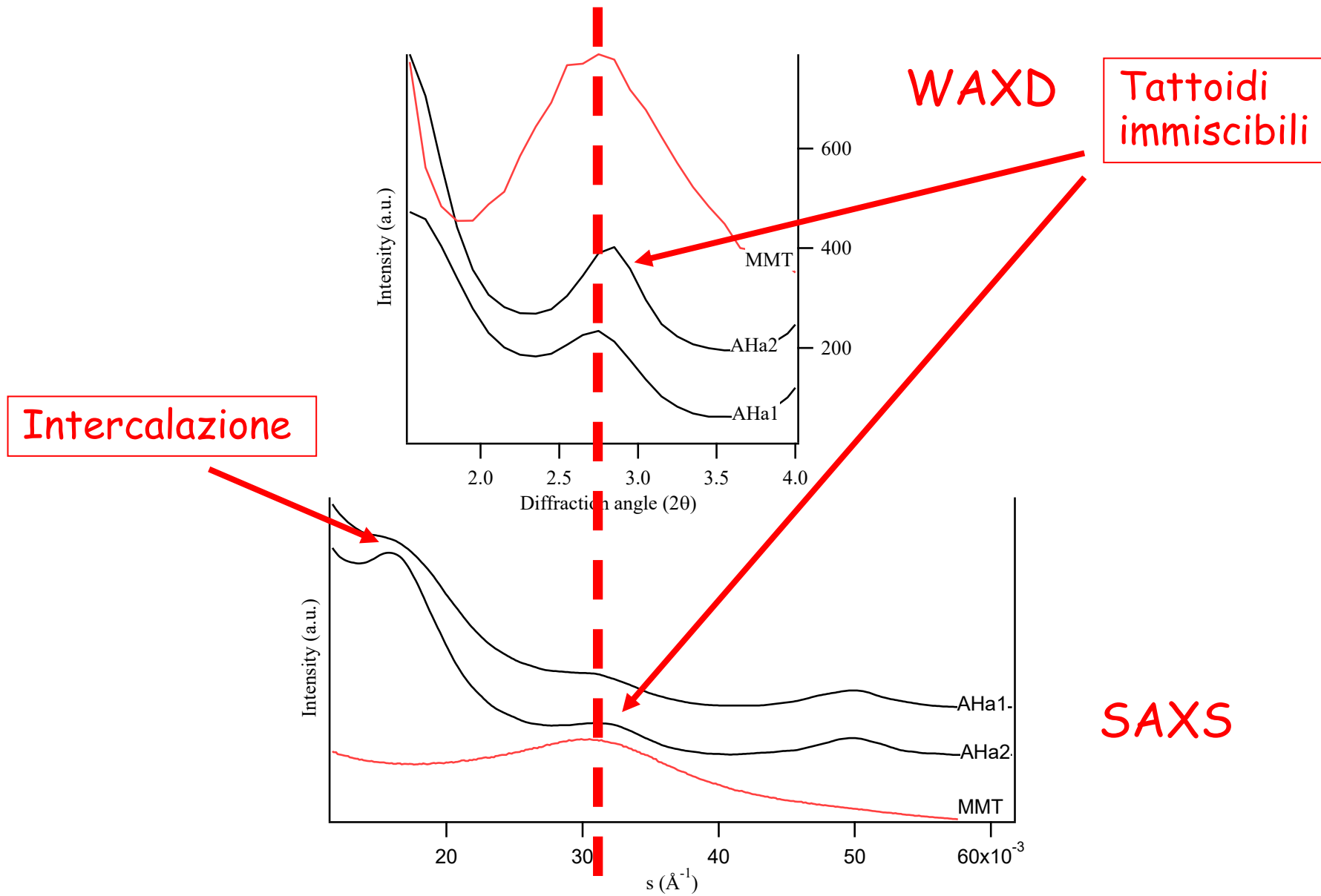
Diffrazione dei raggi X ad alto angolo



Intercalazione



Diffrazione ad alto e basso angolo



Microscopio Elettronico a Scansione :SEM

Microscopio Elettronico a Scansione: SEM

Il fascio elettronico viene accelerato e collimato nelle lenti condensatore

Lenti condensatore

Lenti obiettivo

Nelle lenti obiettivo il fascio viene focalizzato sul campione

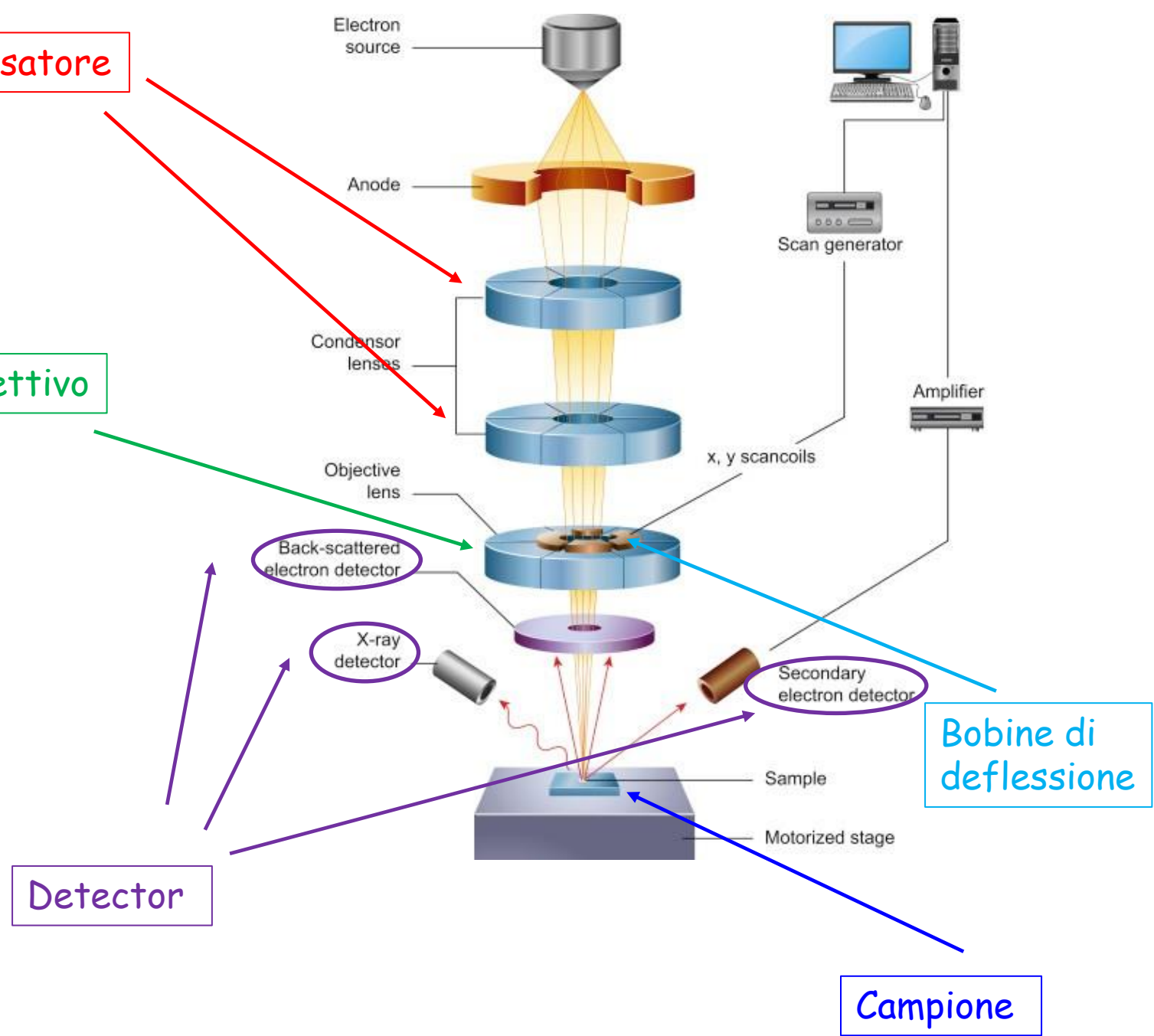
Tramite le bobine di deflessione si ha la scansione lungo la superficie del campione

Il fascio, interagendo con il campione, genera vari segnali

Detector

Bobine di deflessione

Campione

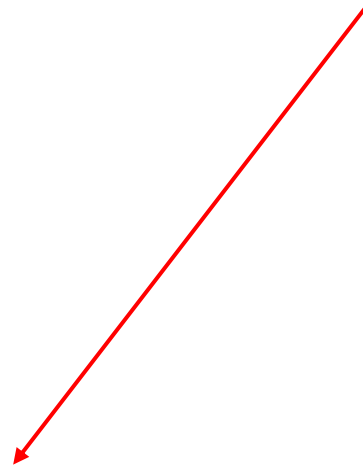


Risoluzione nel SEM

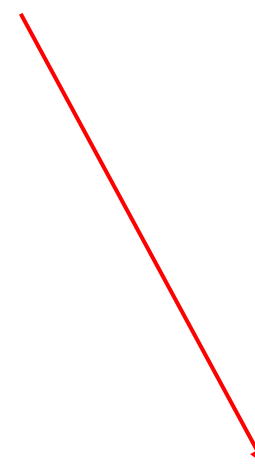
In microscopia a scansione "la fonte di illuminazione" è data dagli elettroni e la risoluzione dipende da molteplici fattori legati alla generazione del segnale:

- Intensità e larghezza del fascio primario
- Aberrazioni delle lenti elettroniche
- Tipologia del segnale generato
- Composizione del campione che si studia

Interazione fascio-materiale: diffusione degli elettroni nei solidi



Diffusione elastica



Diffusione anelastica

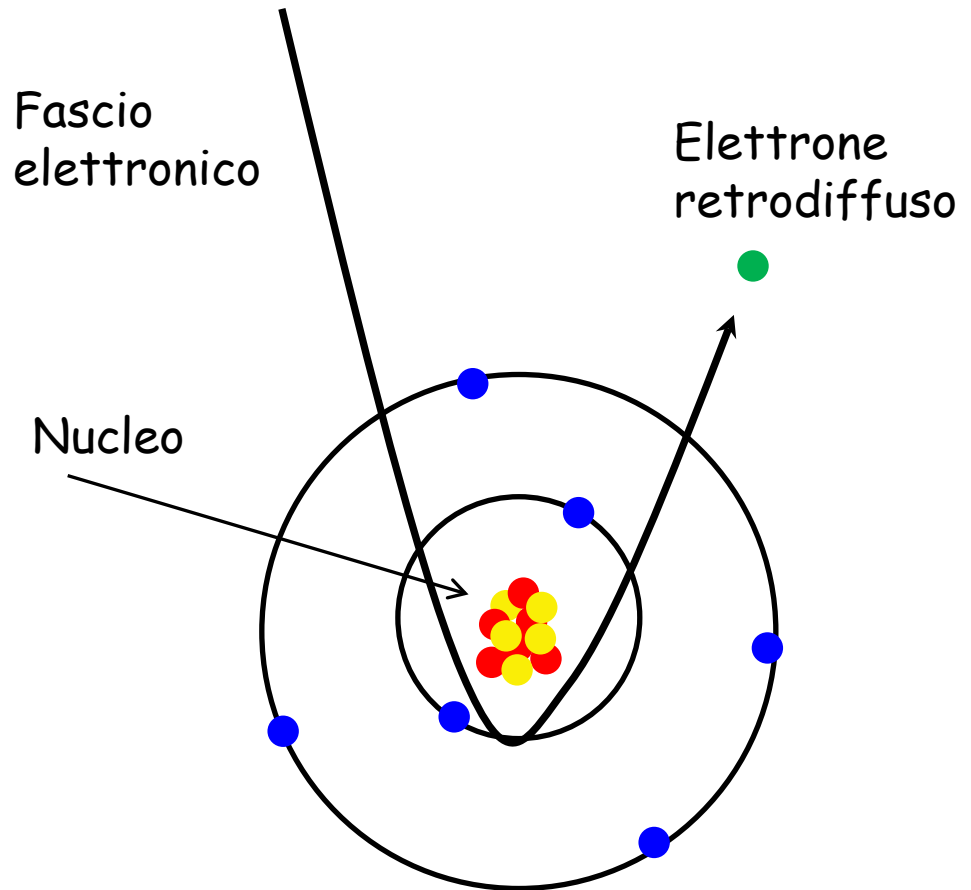
Diffusione degli elettroni nei solidi

Diffusione elastica

Dovuta ad un urto elastico con il nucleo degli atomi del campione

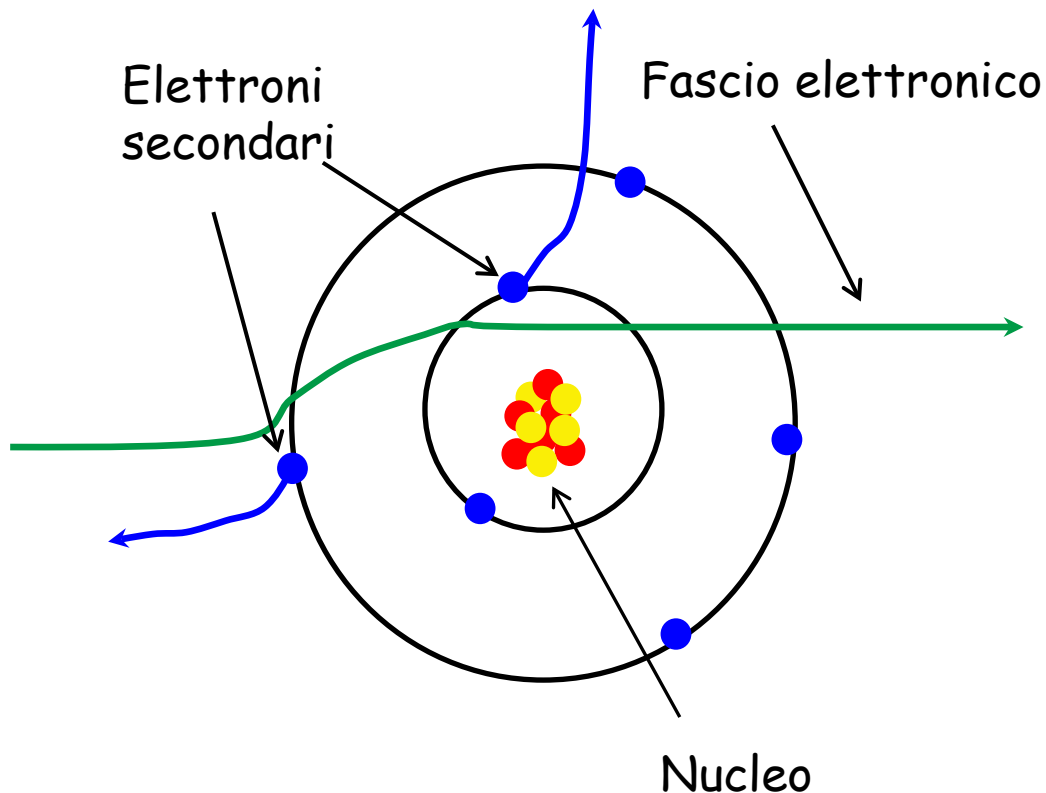
Consiste in una variazione della direzione senza perdita di energia, l'elettrone del fascio urta contro il nucleo dell'atomo

Quando l'angolo è $>90^\circ$ si ha retrodiffusione



Diffusione degli elettroni nei solidi

Diffusione anelastica



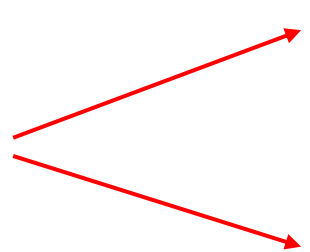
Dovuta ad urto anelastico con gli elettroni legati dell'atomo del campione

Consiste in una diminuzione dell'energia senza apprezzabile variazione della direzione di propagazione:

Vengono prodotti

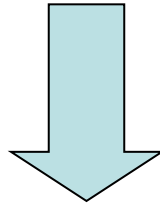
- elettroni secondari
- raggi X

⇒ Elettroni retrodiffusi

⇒ Raggi X  Spettrometria a dispersione di energia
Spettrometria a dispersione di lunghezza d'onda

⇒ Elettroni secondari

Una volta che il segnale è stato generato dal fascio, dobbiamo "raccolgerlo" e trasformarlo in un segnale elettrico



Ogni segnale ha il suo detector dedicato

Elettroni secondari: come si formano le ombre

La quantità di elettroni che raggiungono il rivelatore dipende dalla morfologia della superficie e le zone del materiale possono risultare più scure o più chiare nell'immagine finale

Gli elettroni generati in cavità hanno una bassa probabilità di uscire dal materiale e quindi daranno un segnale debole (aree scure), quelli generati sulle sporgenze hanno una più alta probabilità di arrivare al rivelatore e il loro segnale sarà più intenso (zone chiare)

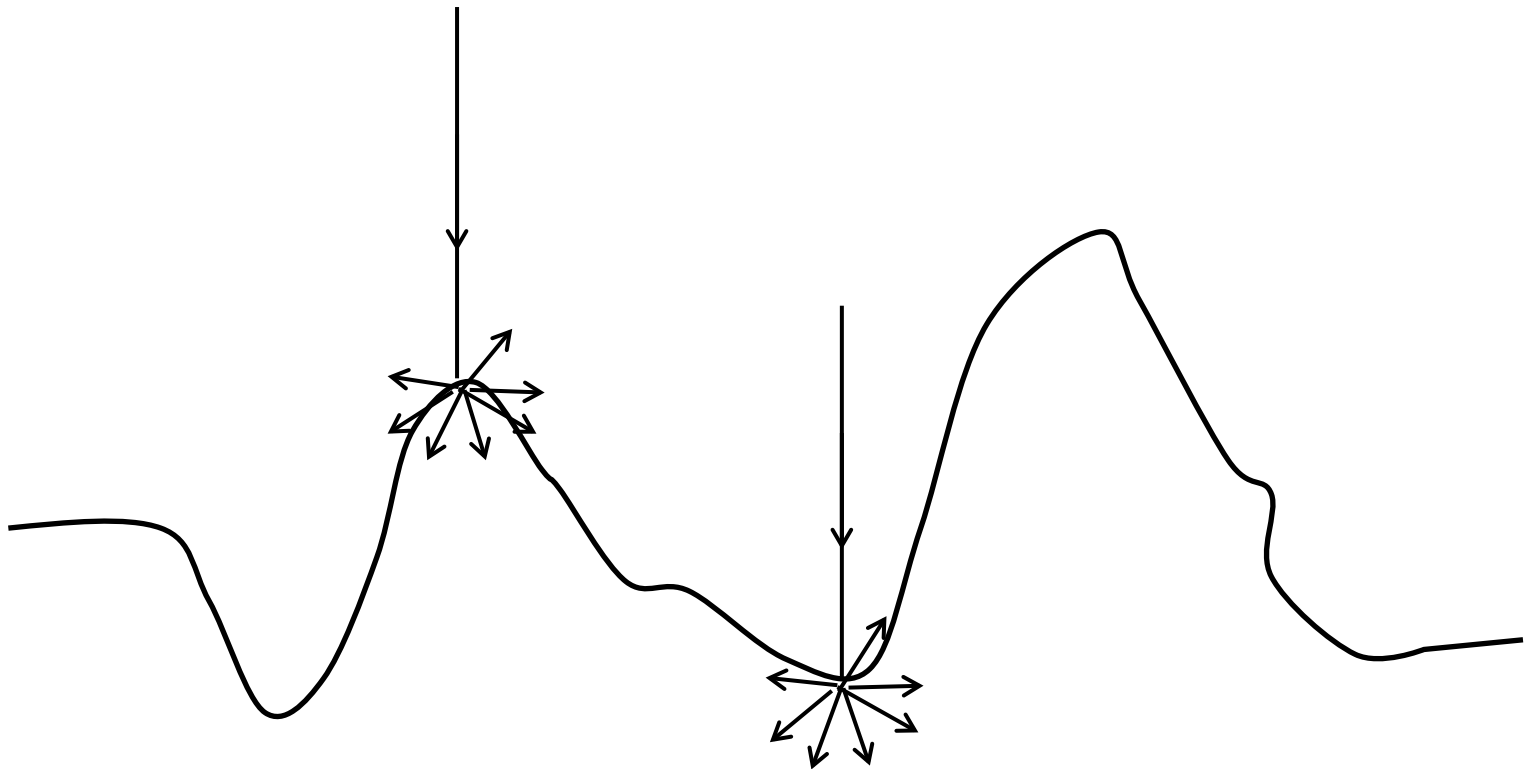


Immagine SEM della superficie di frattura di PP isotattico

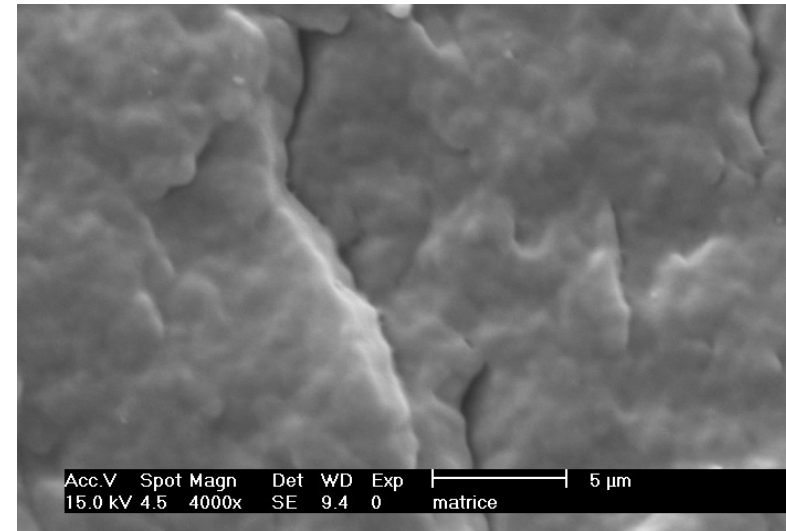
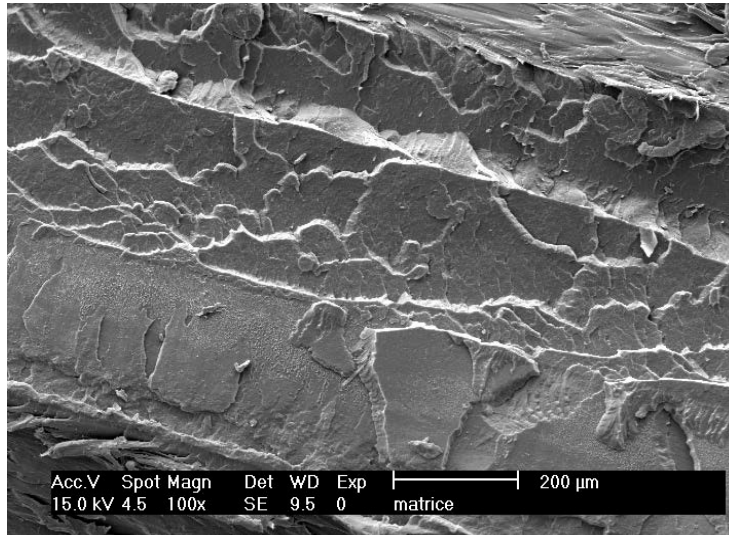
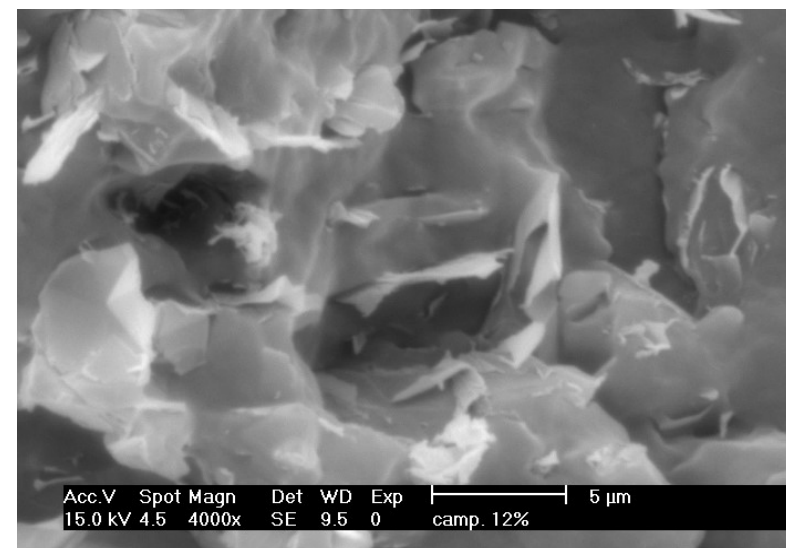
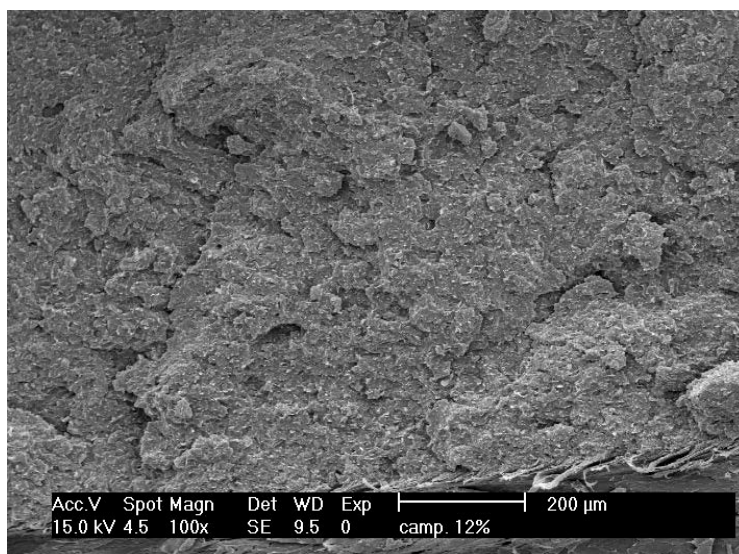
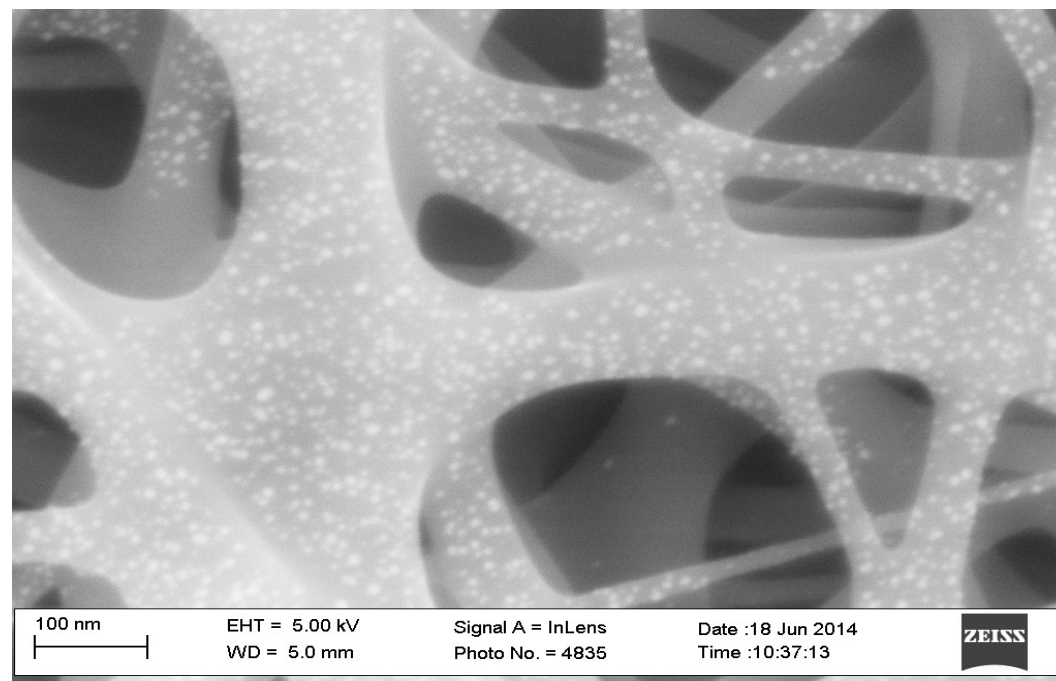
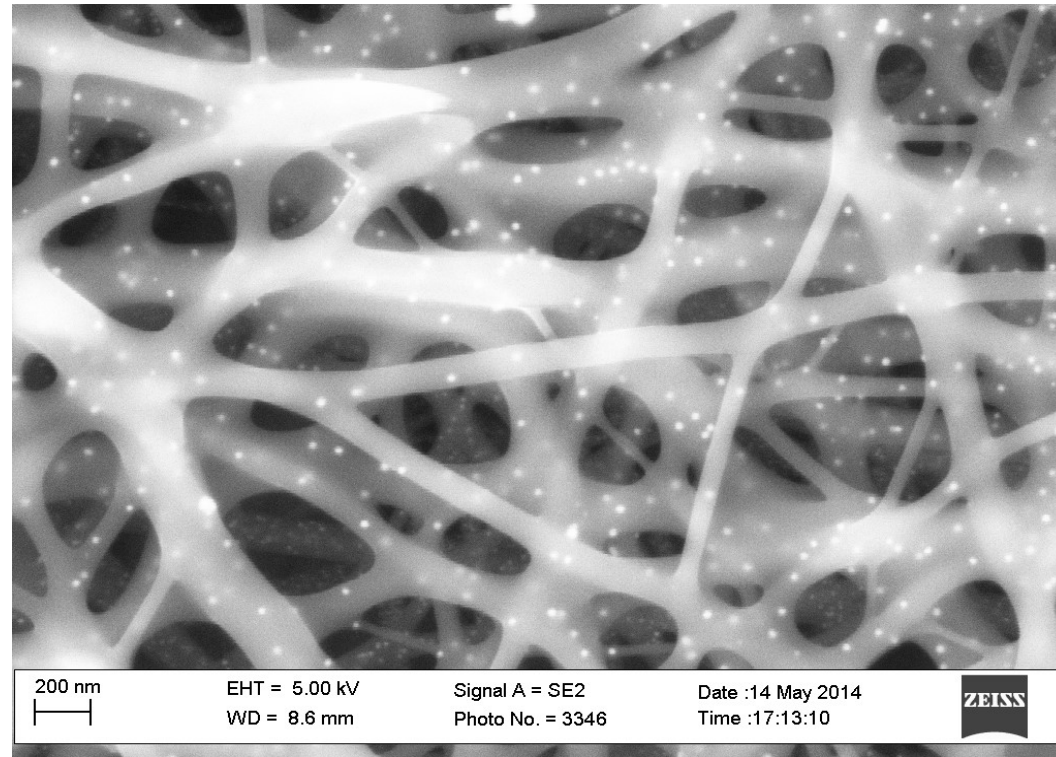


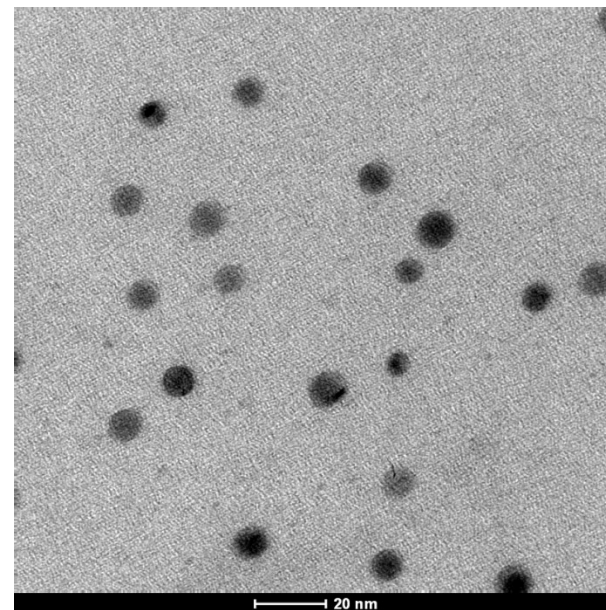
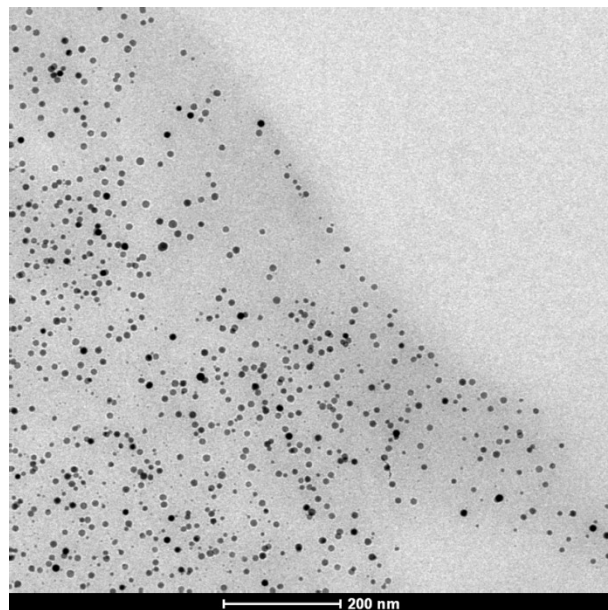
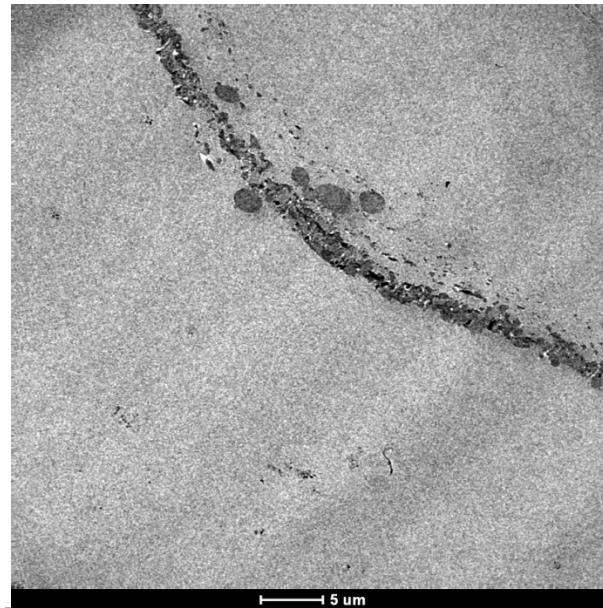
Immagine SEM della superficie di frattura del composito PP isotattico con il 12% di grafite



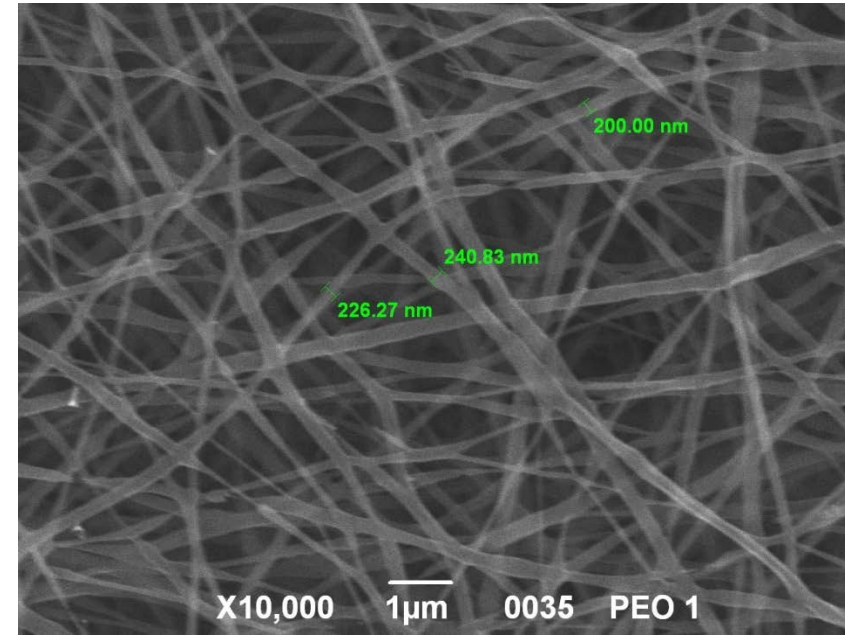
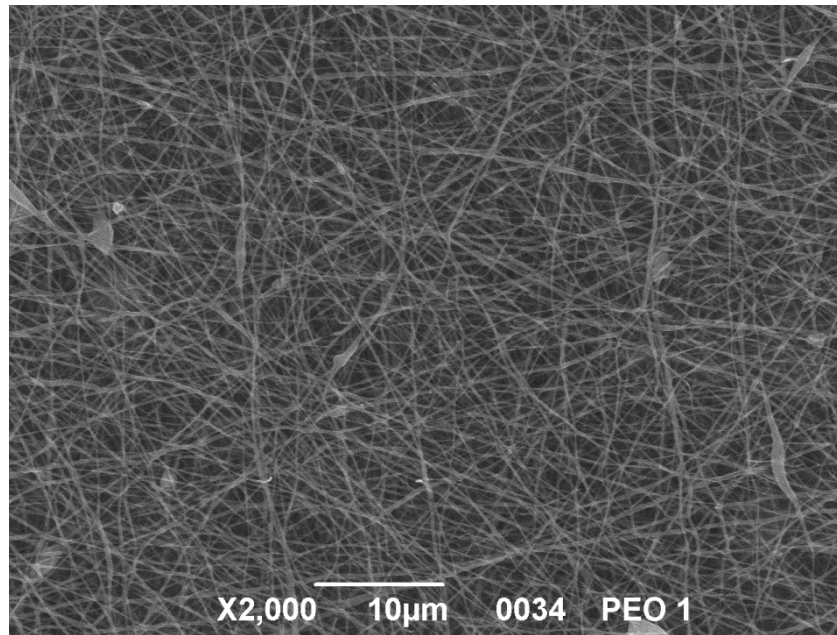
Immagini SEM di fibre da electrospinning di PVA con particelle di Ag



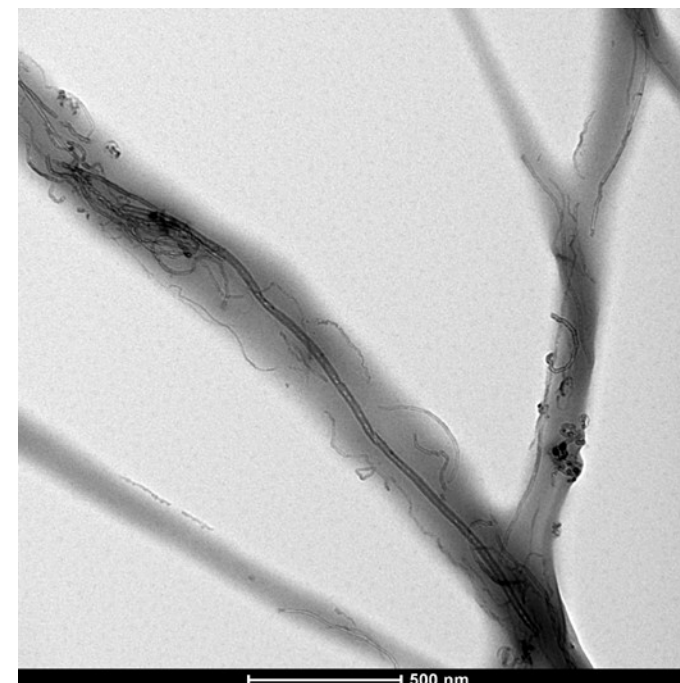
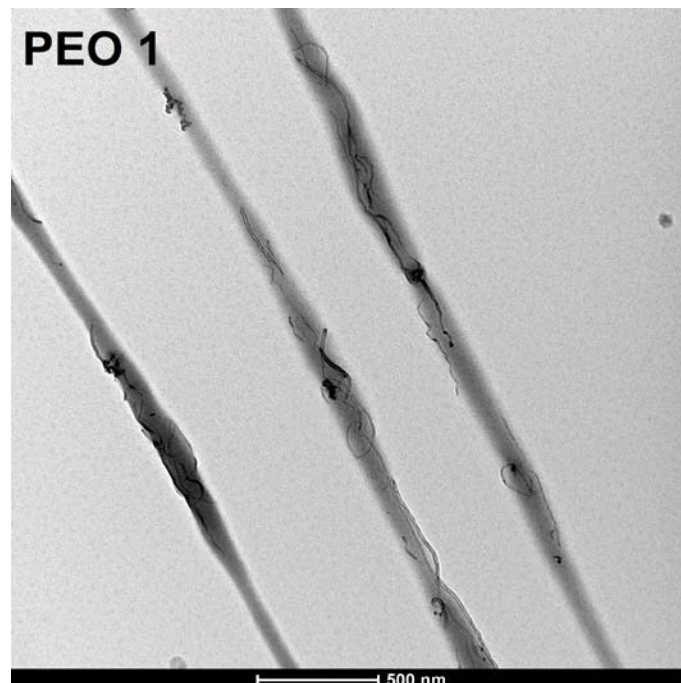
Immagini TEM di fibre da electrospinning di PVA con particelle di Ag



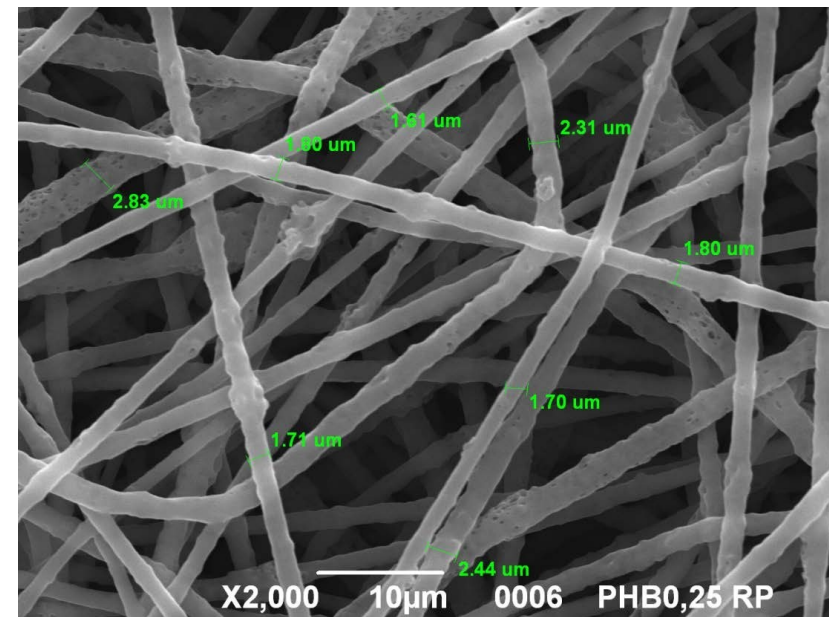
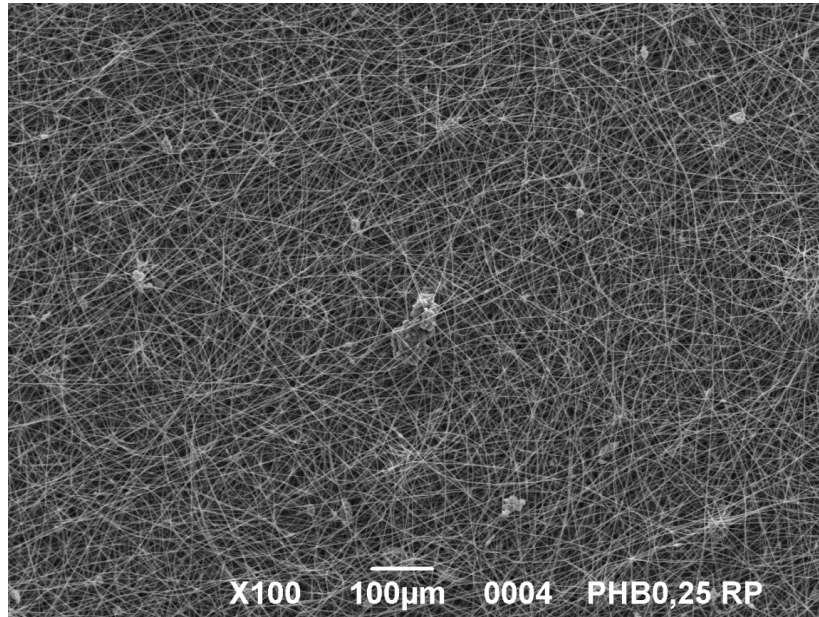
Immagini SEM di fibre da electrospinning di PEO con 1% di CNTs



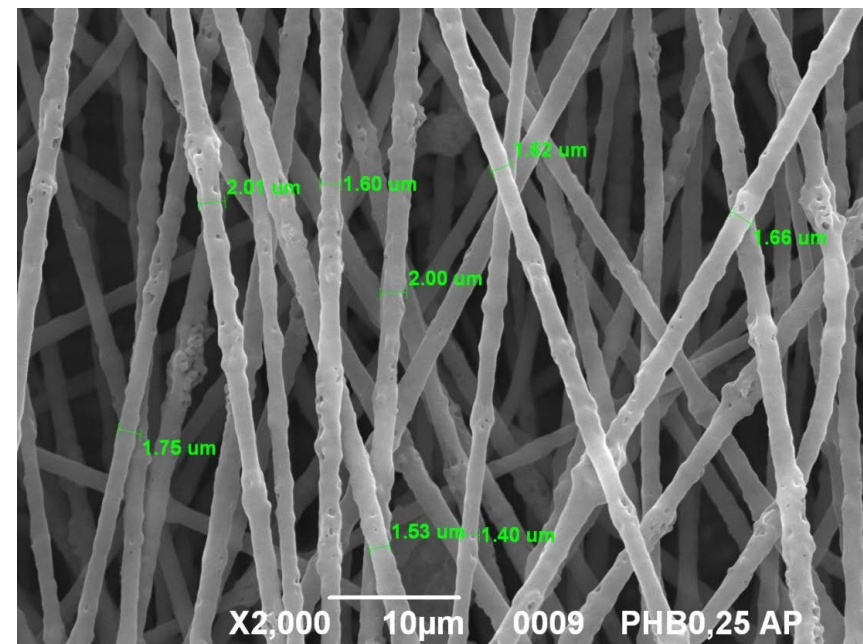
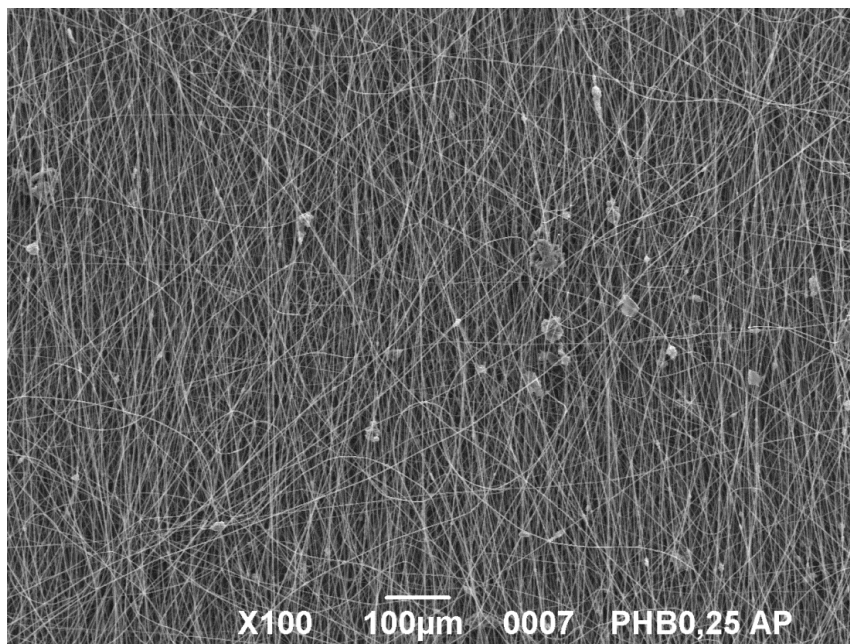
Immagini TEM di fibre da electrospinning di PEO con 1% di CNTs



Immagini SEM di PHB con 0.25% di CNTs
Fibre da electrospinning su collettore piano



Immagini SEM di PHB con 0.25% di CNTs
Fibre da electrospinning su rotore



Immagini TEM di fibre da electrospinning PHB con 0.25% di CNTs

