

Microscopie

# Confronto tra microscopie

	MO	SEM	TEM
<b>Range di ingrandimento</b>	1-1000	10-10000	1000-1000000
<b>Risoluzione</b>			
<i>Ordinaria</i>	5 $\mu$ m	0.1 $\mu$ m	5nm
<i>Per osservazioni accurate</i>	0.2 $\mu$ m	20nm	1nm
<i>Limite</i>	0.1 $\mu$ m	1nm	0.2nm
<b>Profondità di campo</b>	0.1mm a 10x	10mm a 10x	limitata allo spessore del film
	1 $\mu$ m a 100x	1mm a 100x	limitata allo spessore del film
<b>Ambiente</b>	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.

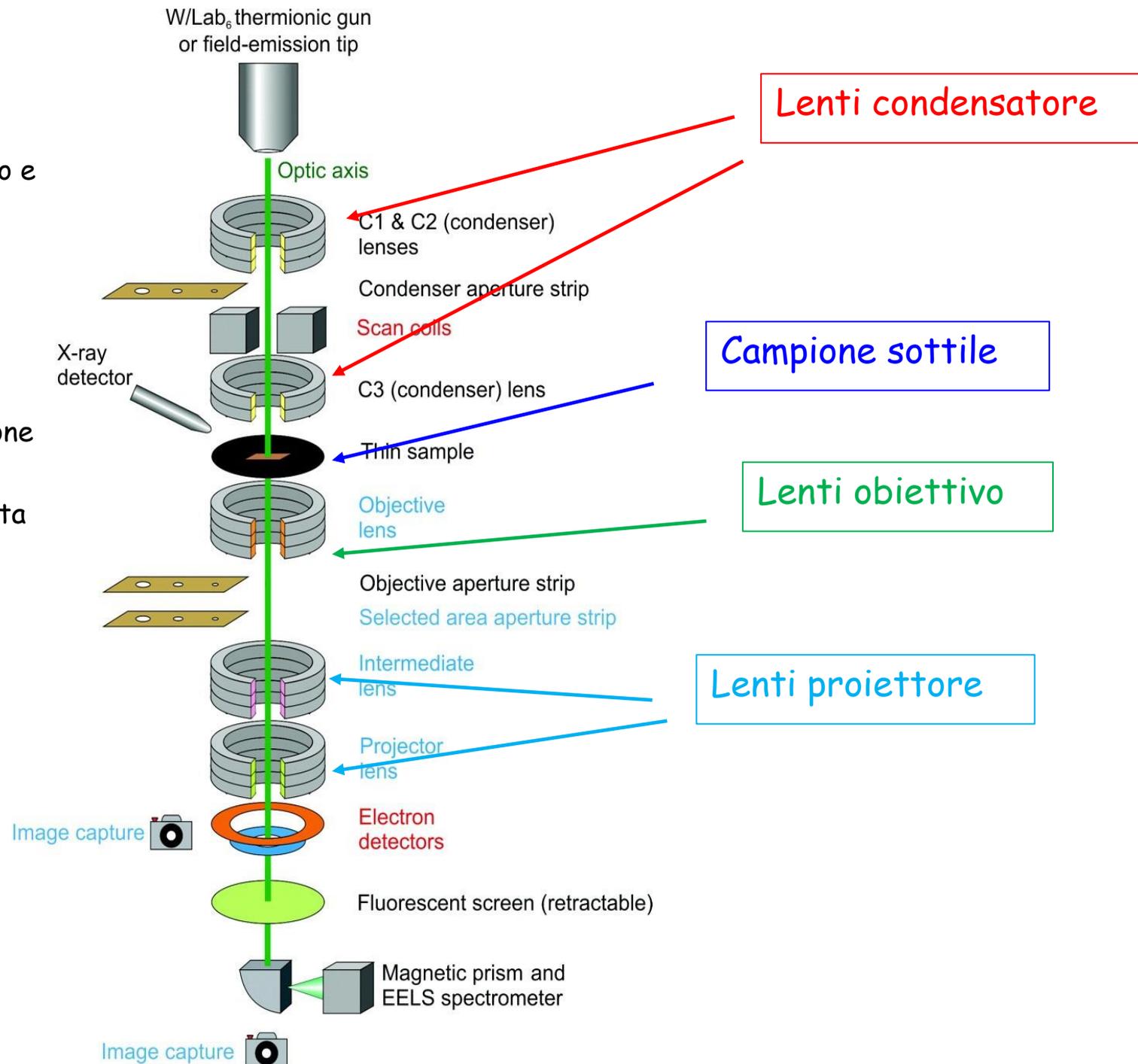
In microscopia ottica il limite di risoluzione è  $0.2 \mu\text{m}$  per via della lunghezza d'onda della luce visibile che varia tra  $0.4 \mu\text{m}$  e  $0.7 \mu\text{m}$

# 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

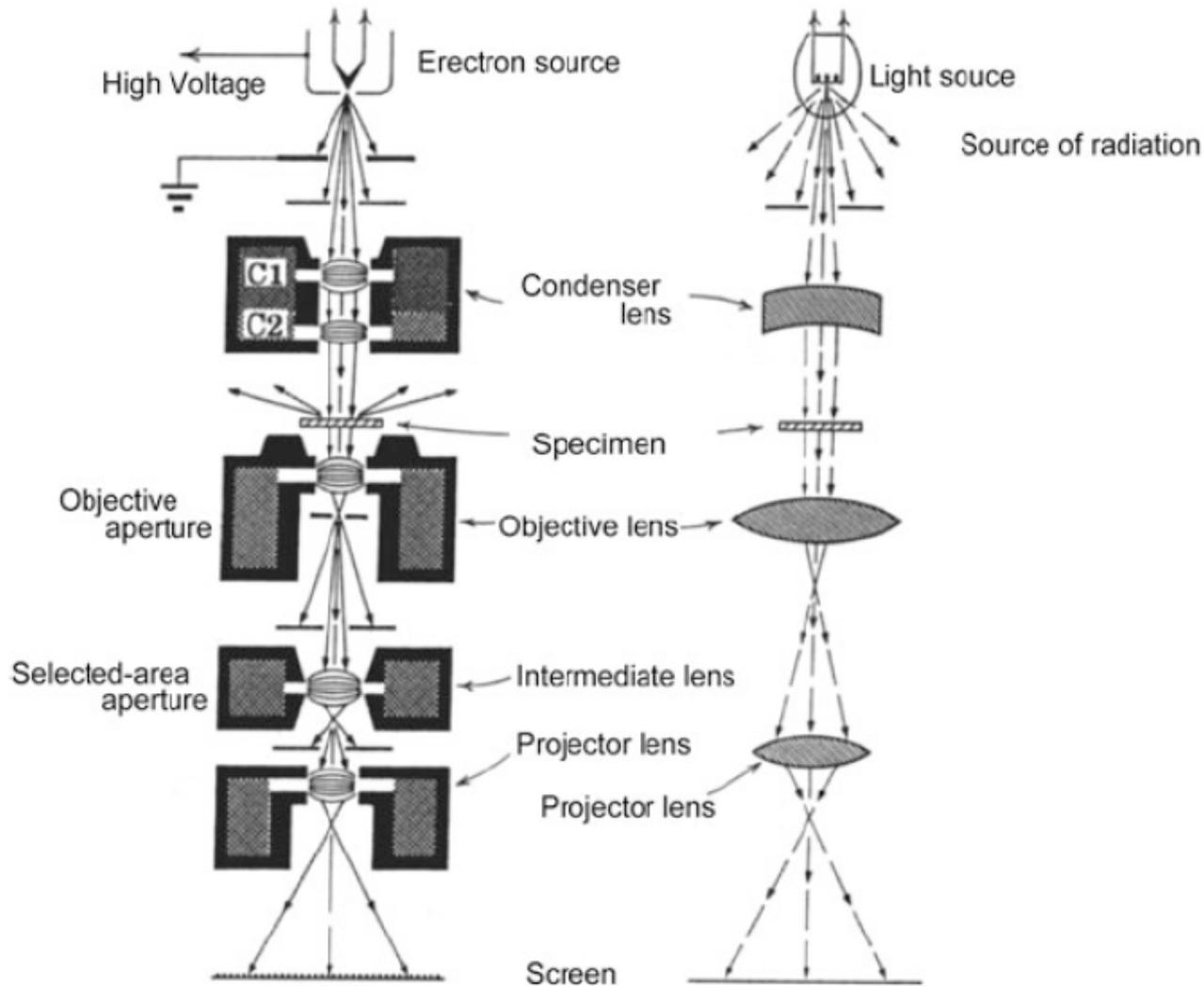
Il fascio attraversa il campione nelle lenti obiettivo si forma l'immagine che viene ingrandita nelle lenti proiettore



# Confronto TEM e microscopio ottico

## TEM

## MO

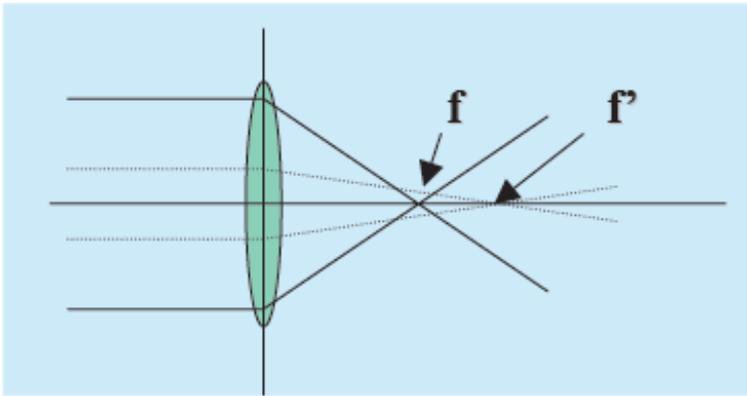


# Confronto tra filamenti

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

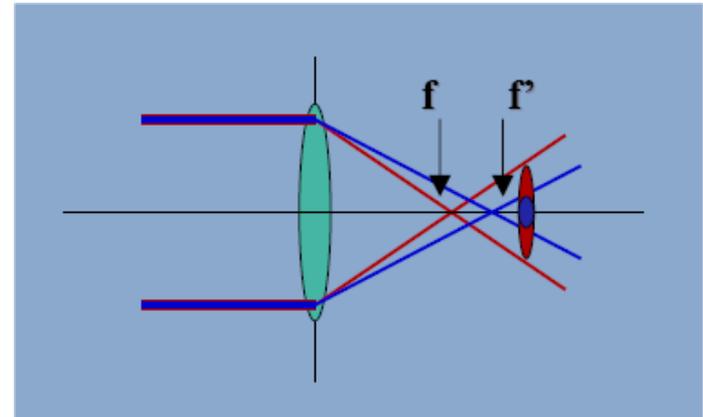
# Le aberrazioni

Aberrazione sferica



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

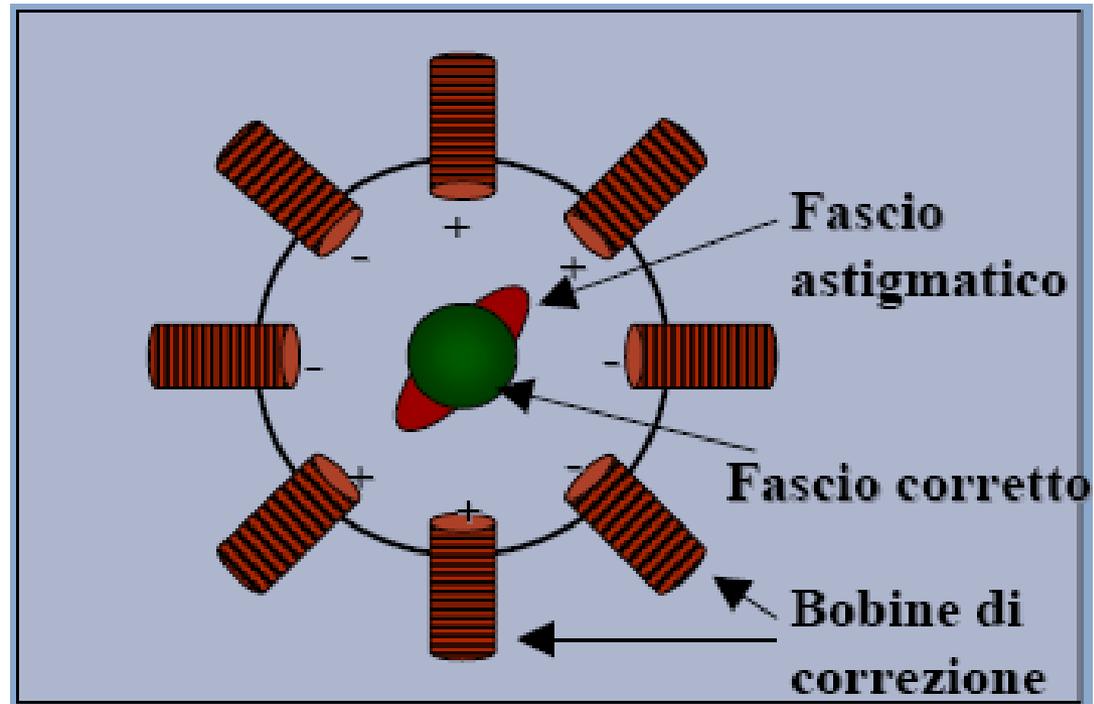
Aberrazione cromatica



Elettroni con diversa energia vengono focalizzati in punti diversi

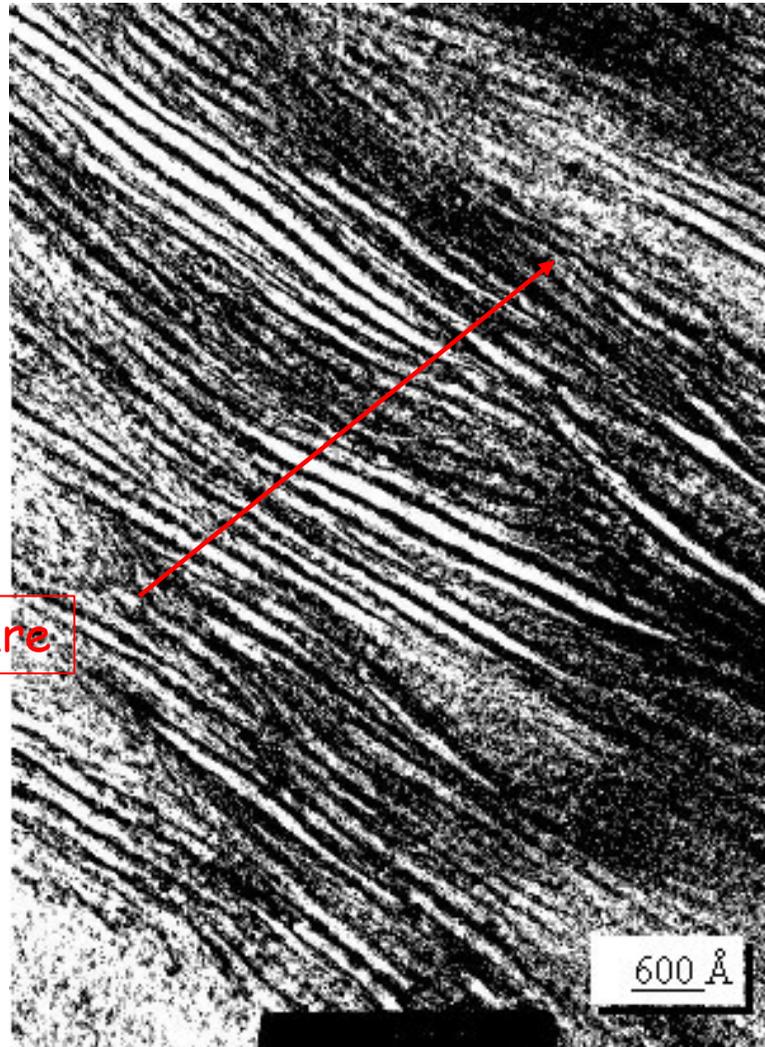
# Astigmatismo

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

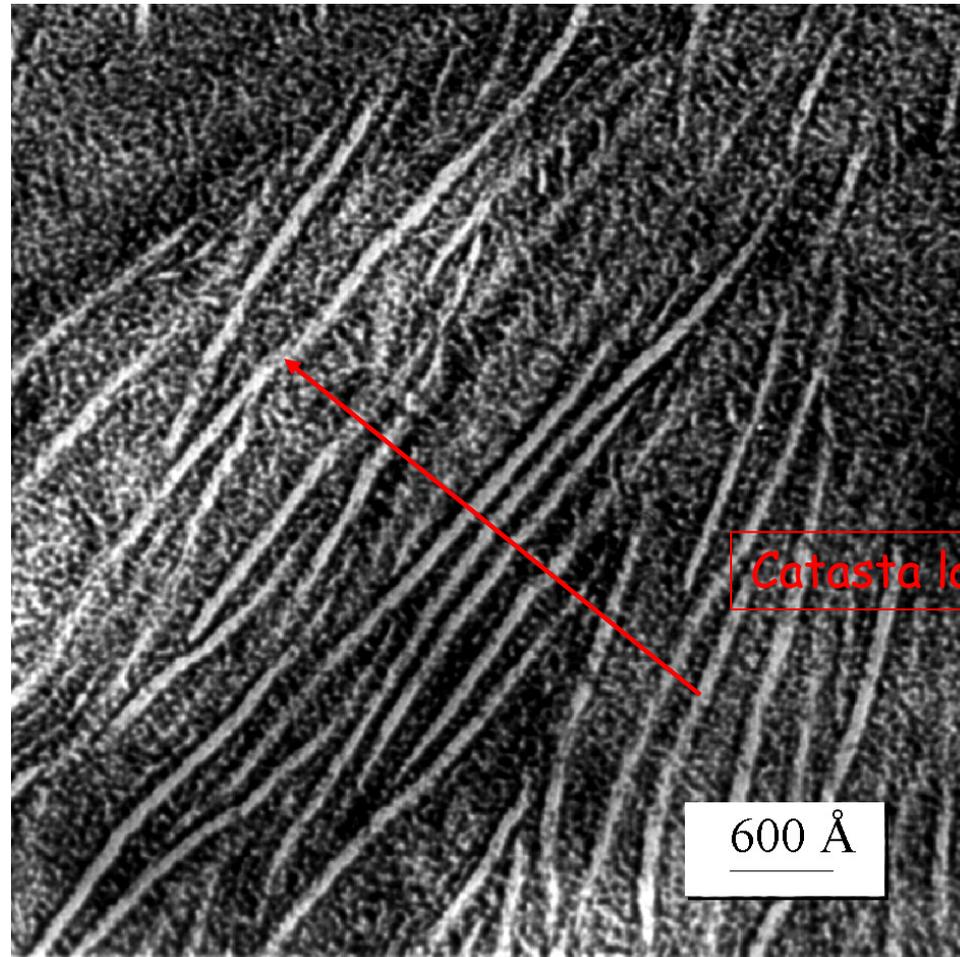


## Immagine TEM di HDPE

Catasta lamellare



# Immagine TEM di LLDPE (comonomero 1-Esene)



Catasta lamellare

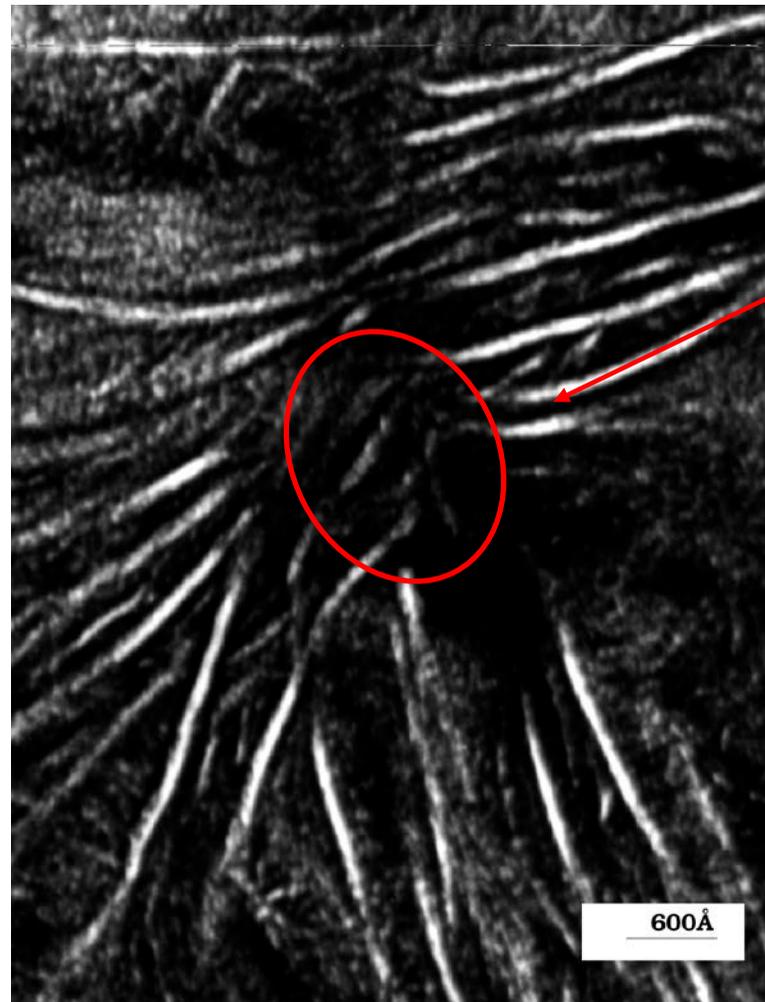
600 Å

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

Zone amorphe  
esterne alla catasta



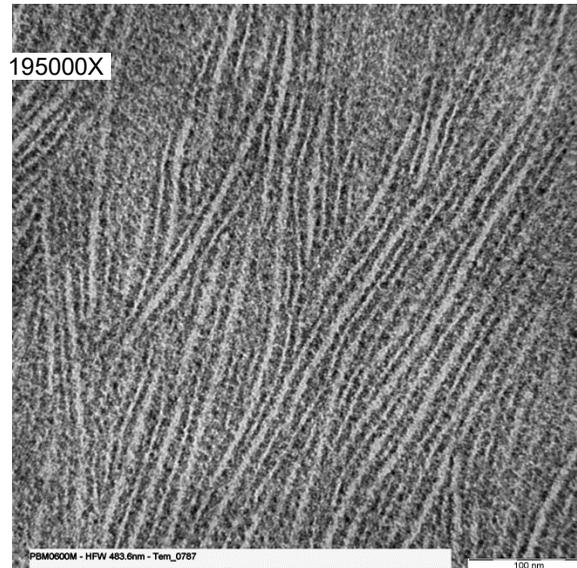
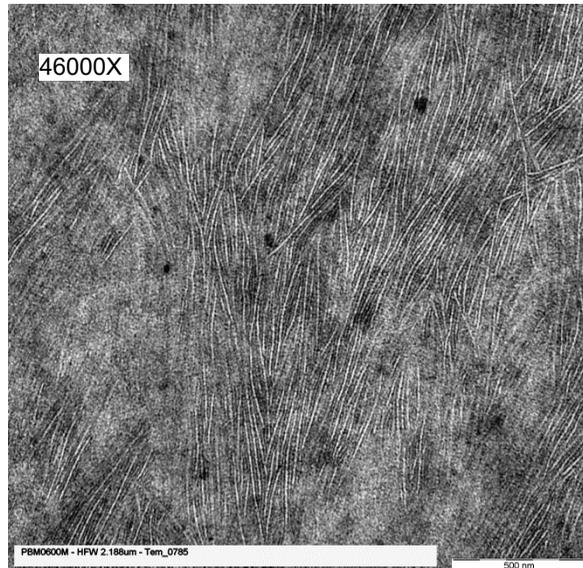
# Immagine TEM di LLDPE (comonomero 1-Butene)



Nucleo

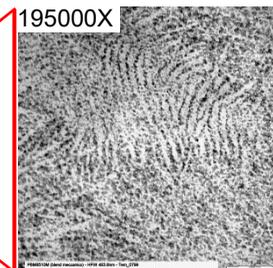
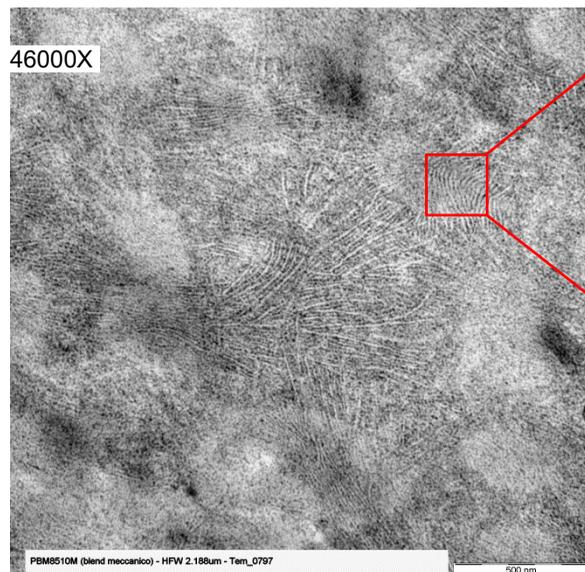
600Å

# Immagini TEM



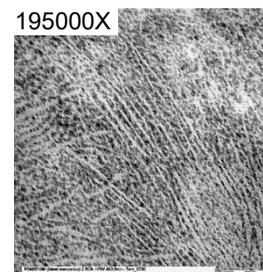
Copolimero di i-PB  
(bimodale in  
composizione)

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

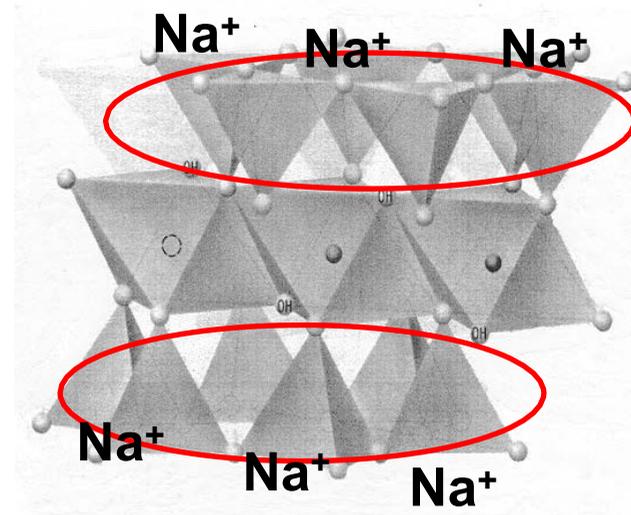
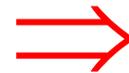


Blend di i-PB  
(a partire dai due split  
del copolimero)

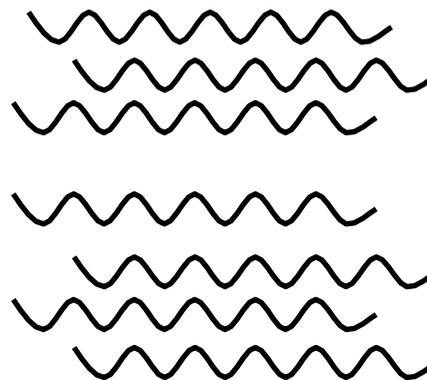
# Nanocompositi lamellari

Le argille, filler a strati con spessore nanometrico

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

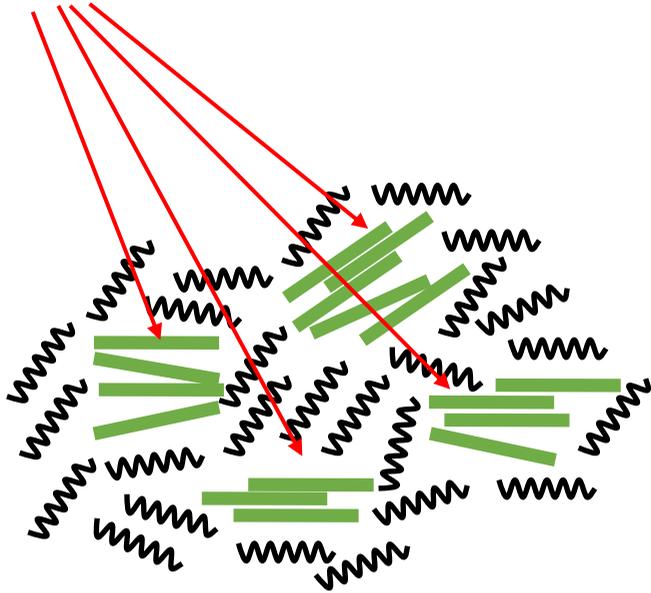


Quando si  
formano i  
nanocompositi...

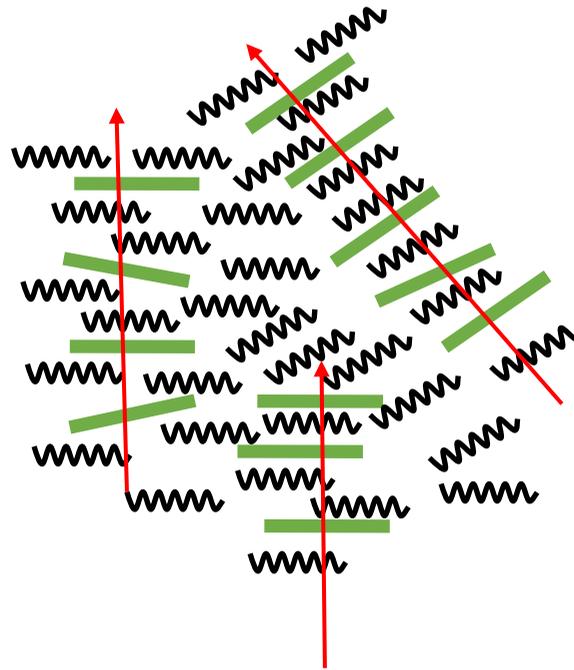


....si possono ottenere 3 fasi

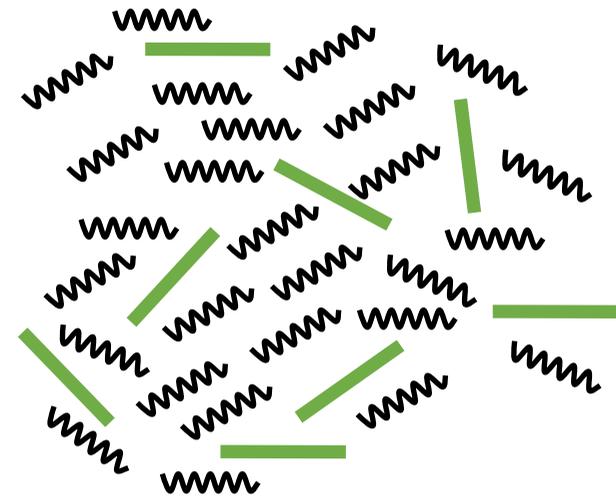
tattoidi



Immiscibile

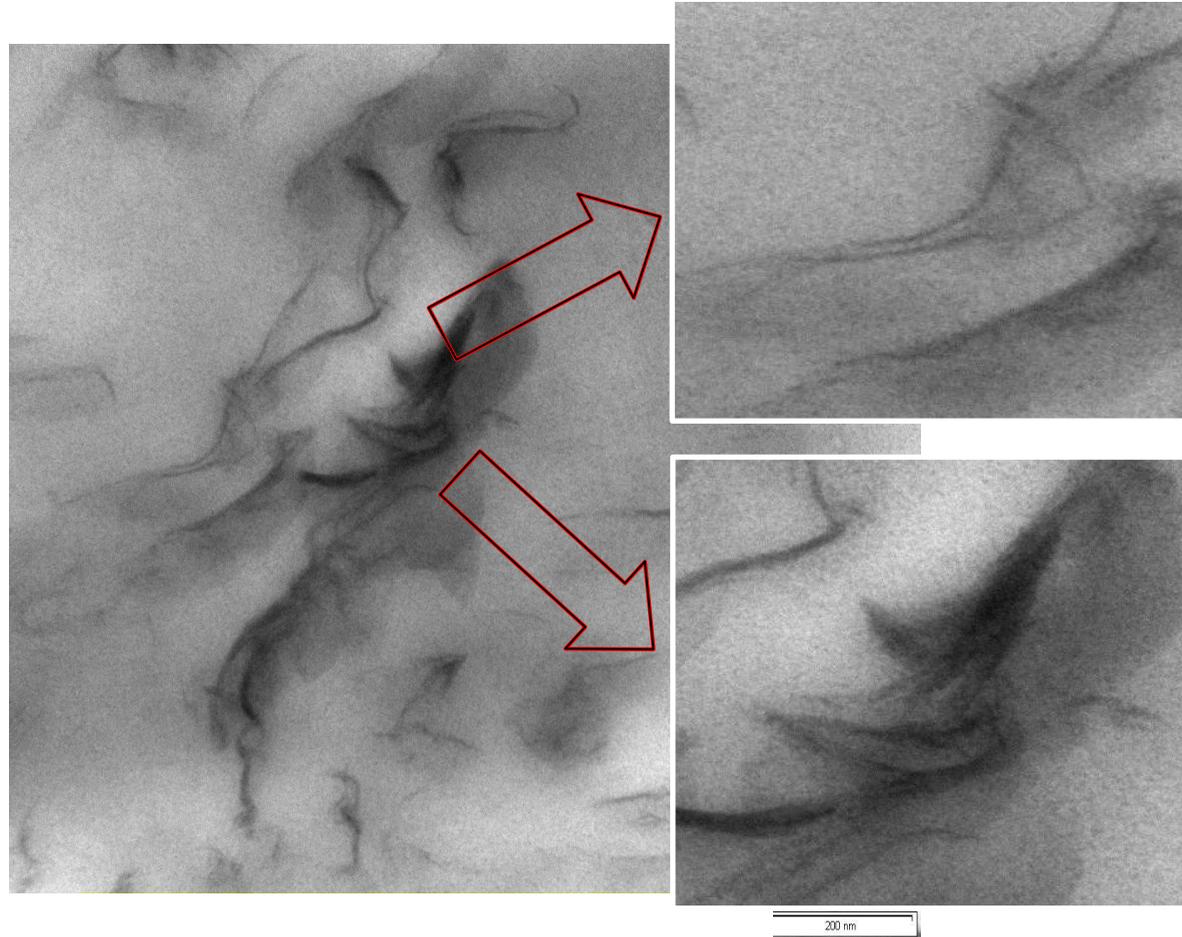


Intercalata



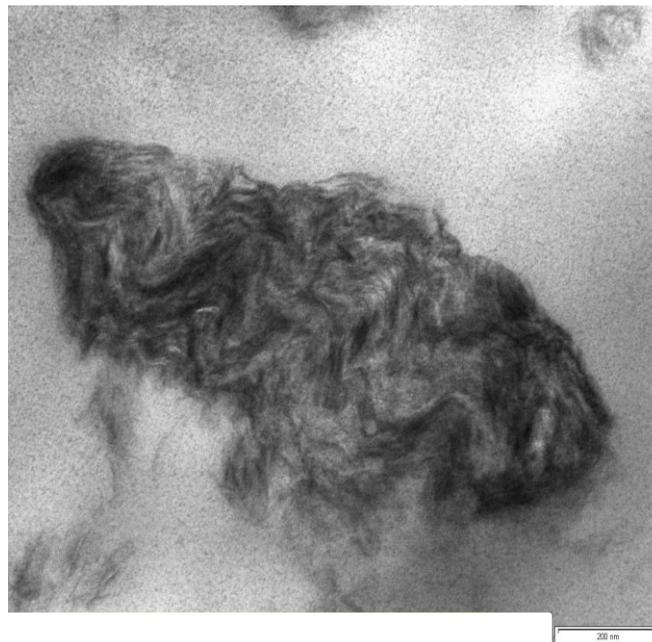
Esfoliata

# Immagini TEM



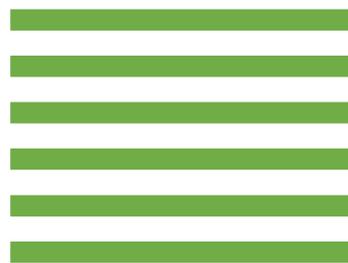
Esfoliazione

Intercalazione

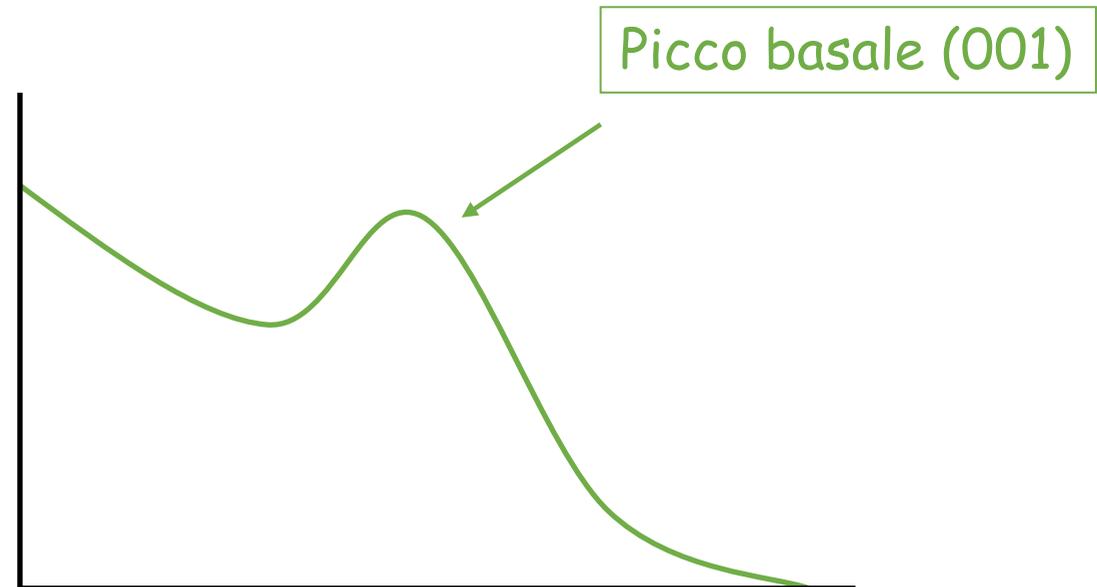


Immiscibilità

# Diffrazione dei raggi X ad alto angolo



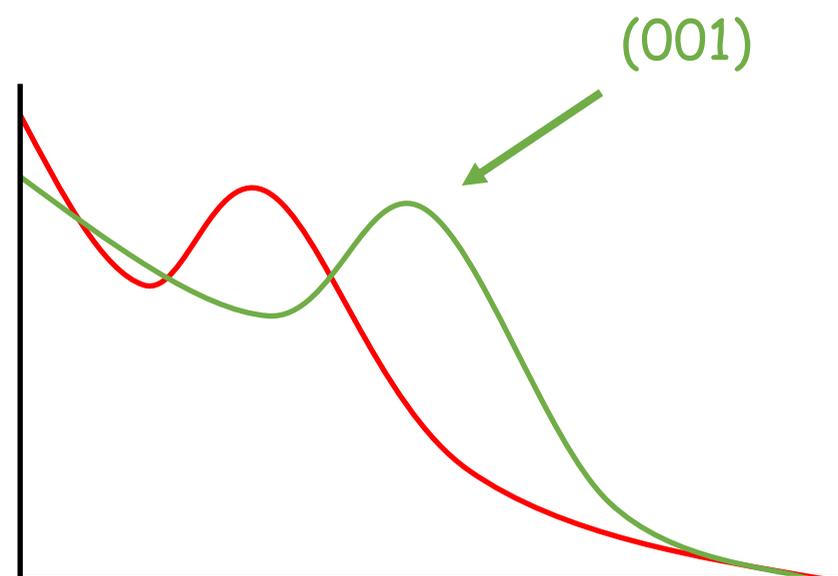
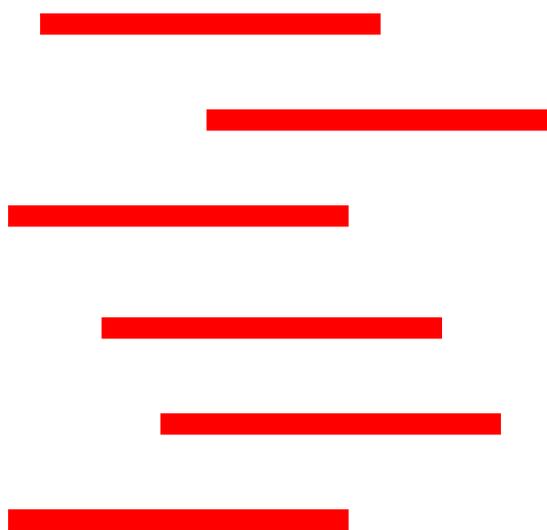
Accatamento  
strati dell'argilla



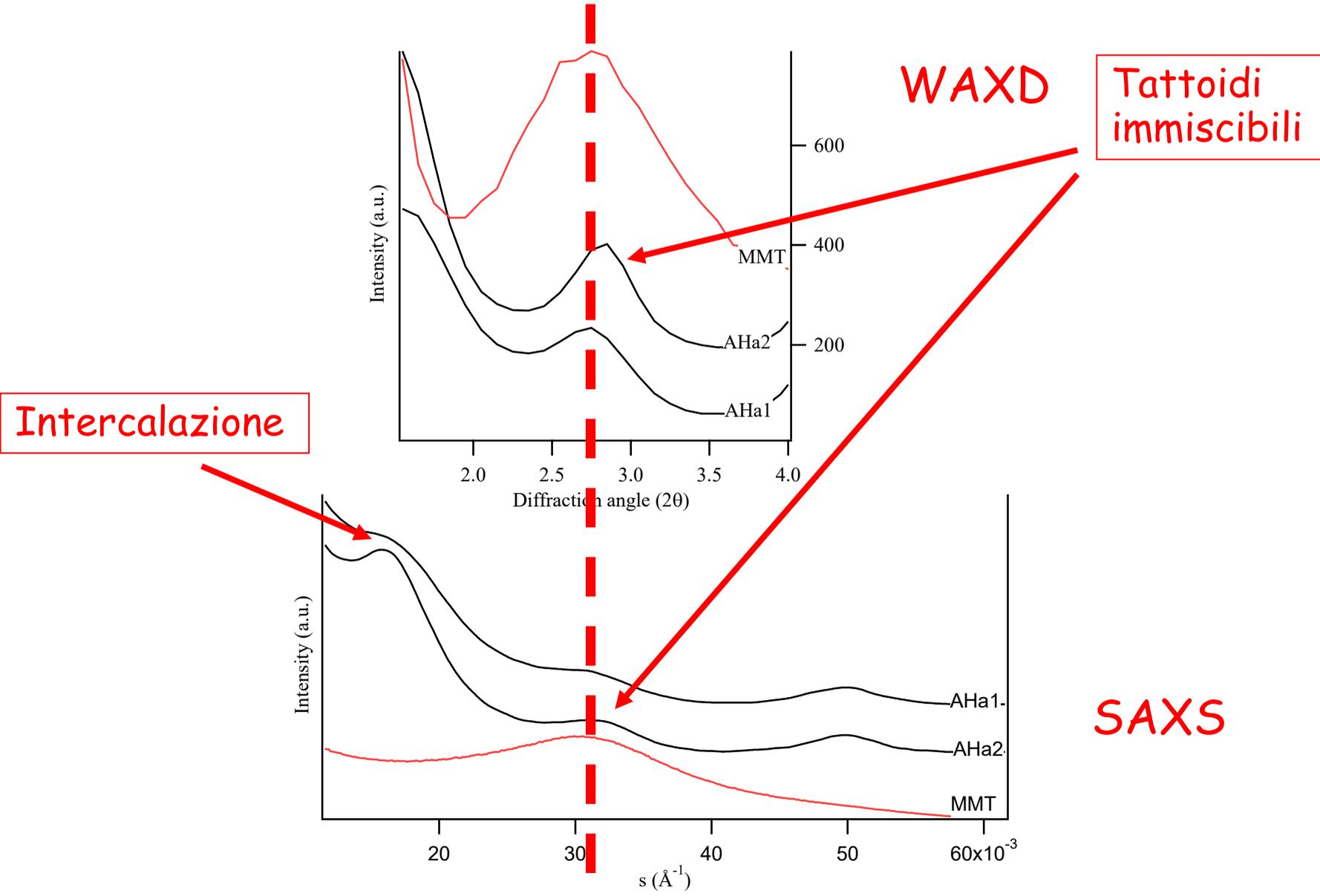
# Diffrazione dei raggi X ad alto angolo



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

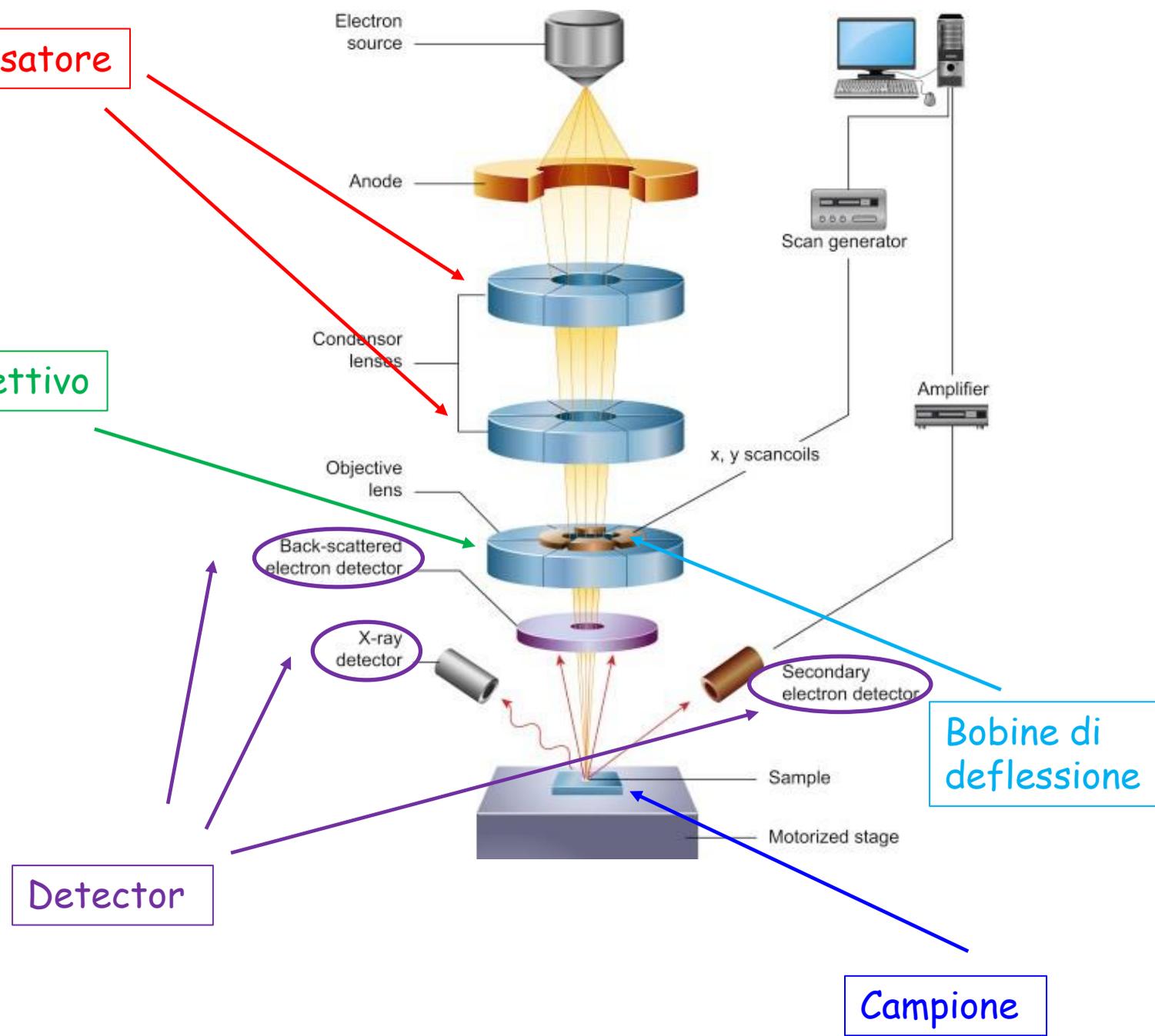
Tramite le bobine di deflessione si ha la scansione lungo la superficie del campione

Il fascio, interagendo con il campione, genera vari segnali

Detector

Bobine di deflessione

Campione

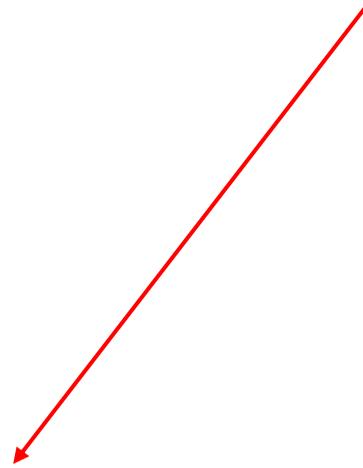


# Risoluzione nel SEM

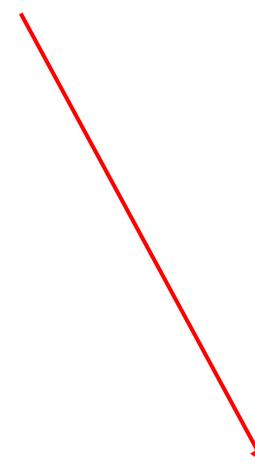
In microscopia a scansione "la fonte di illuminazione" è data dagli elettroni e la risoluzione dipende da molteplici fattori legati alla generazione del segnale:

- 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

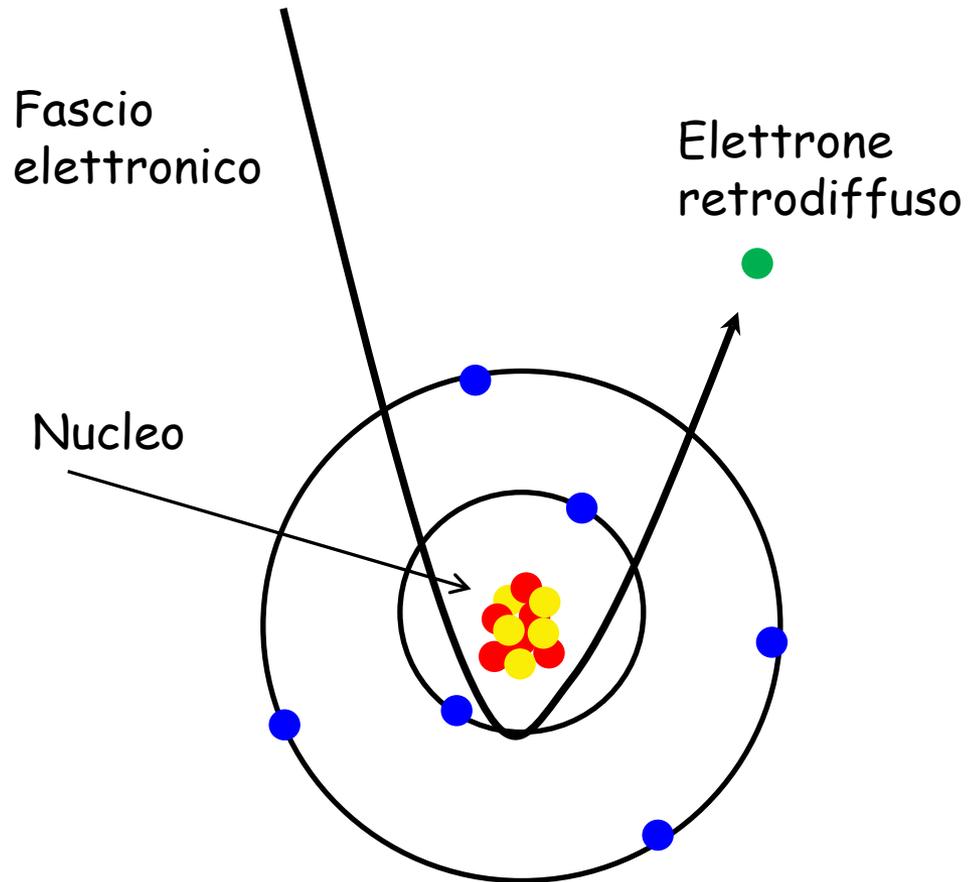
# Diffusione degli elettroni nei solidi

## Diffusione elastica

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

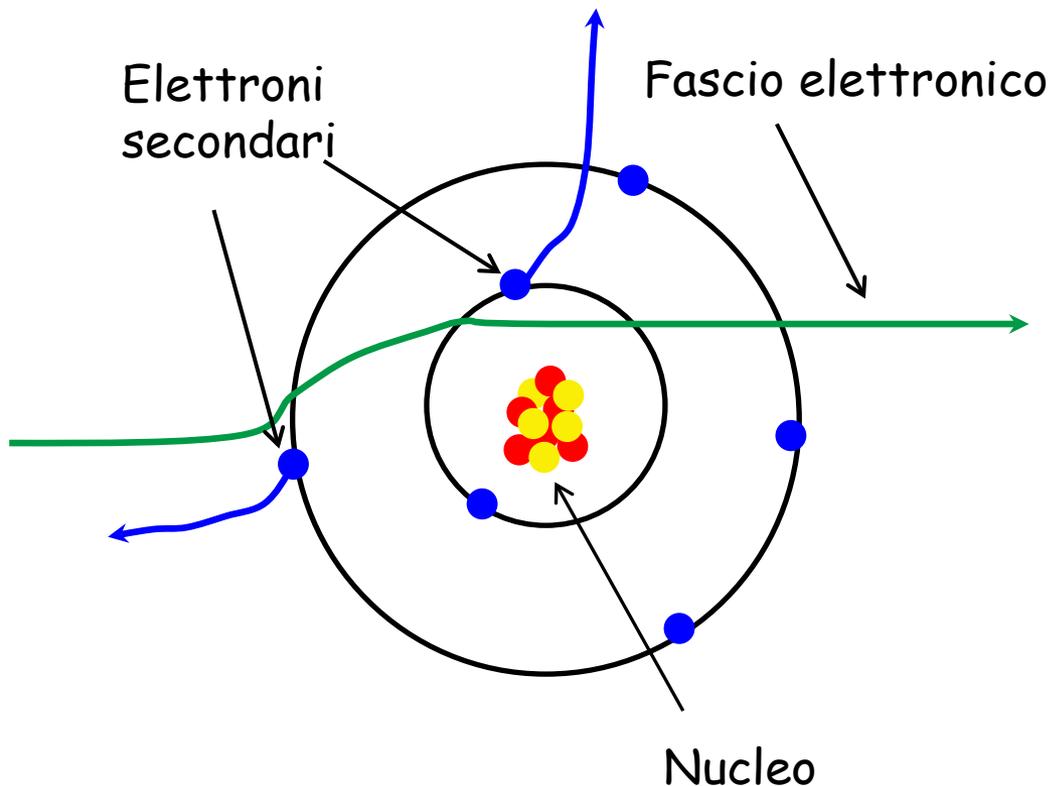
Consiste in una variazione della direzione senza perdita di energia, l'elettrone del fascio urta contro il nucleo dell'atomo

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



# Diffusione degli elettroni nei solidi

## Diffusione anelastica



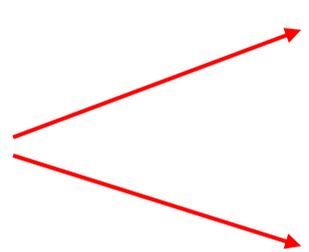
Dovuta ad urto anelastico con gli elettroni legati dell'atomo del campione

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

Vengono prodotti

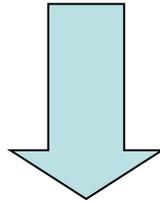
- elettroni secondari
- raggi X

⇒ 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

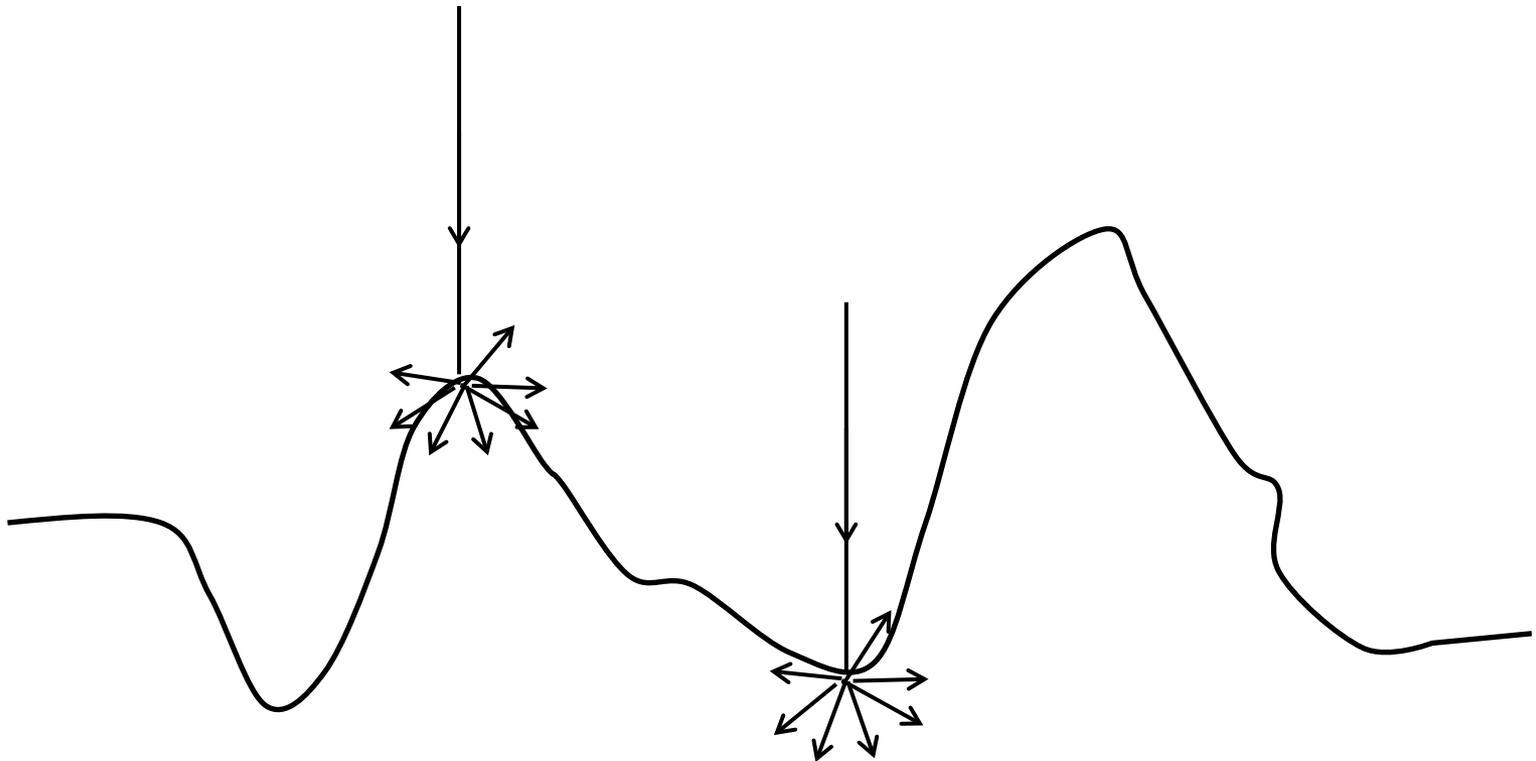


Ogni segnale ha il suo detector dedicato

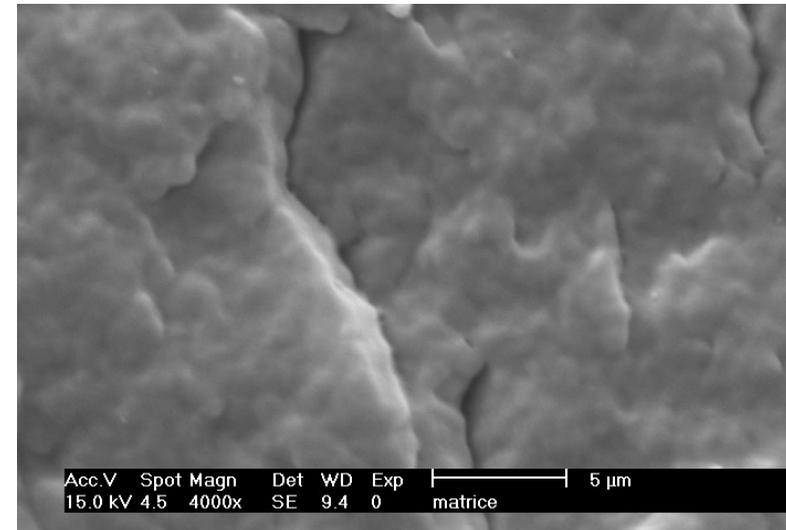
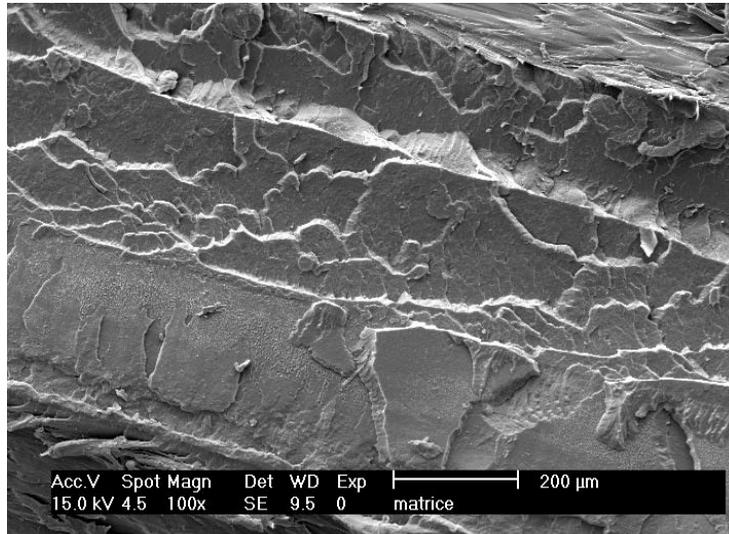
## Elettroni secondari: come si formano le ombre

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

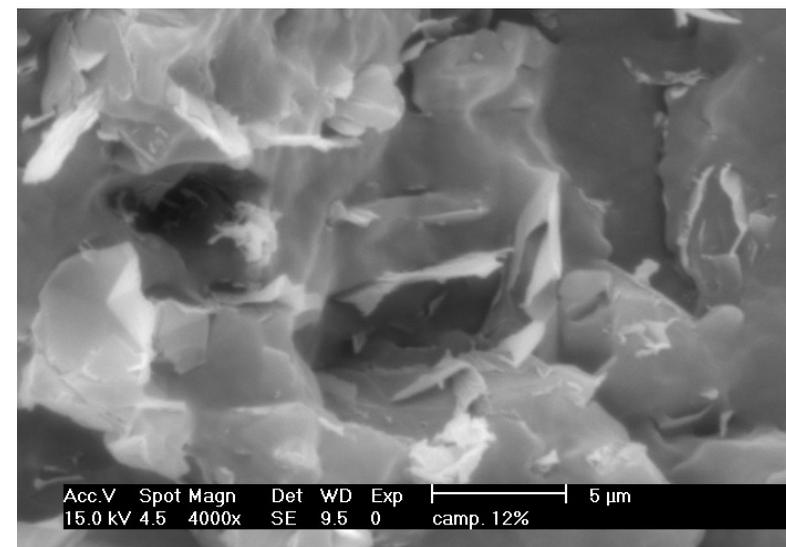
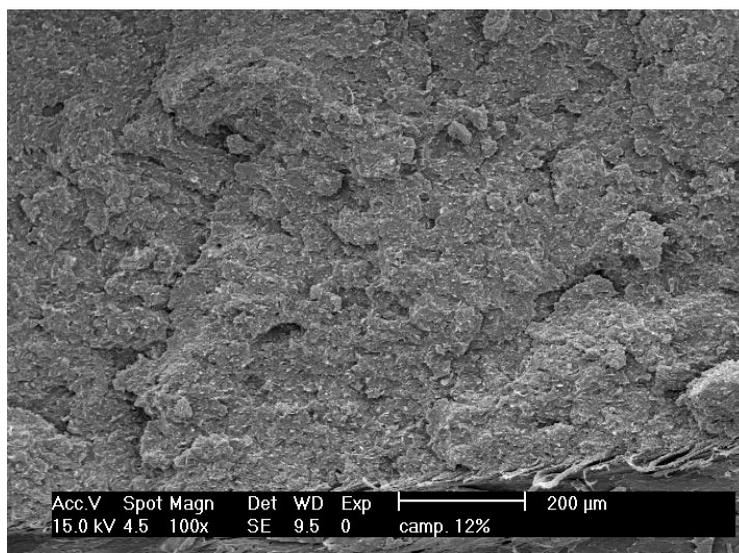
Gli elettroni generati in cavità hanno una bassa probabilità di uscire dal materiale e quindi daranno un segnale debole (aree scure), quelli generati sulle sporgenze hanno una più alta probabilità di arrivare al rivelatore e il loro segnale sarà più intenso (zone chiare)



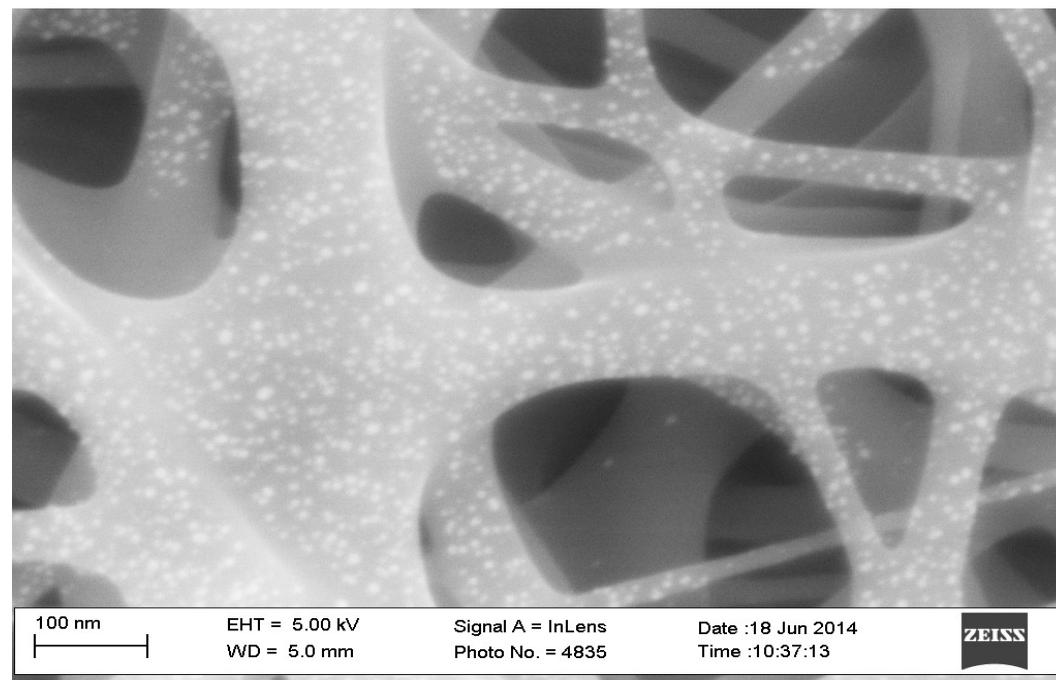
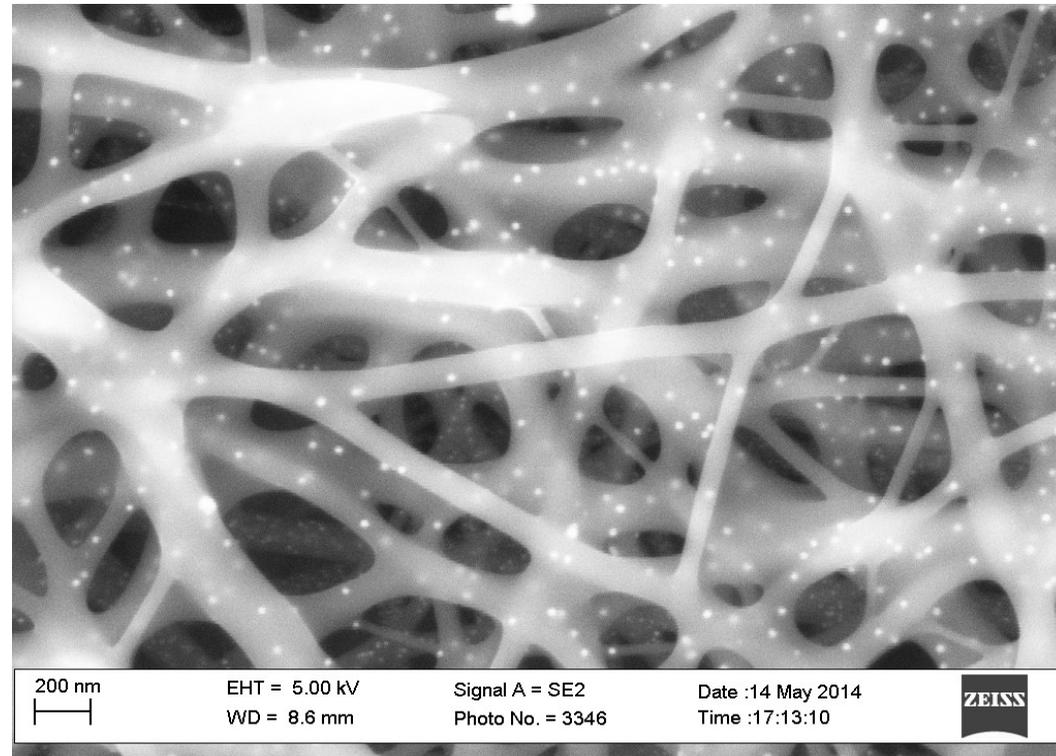
## Immagine SEM della superficie di frattura di PP isotattico



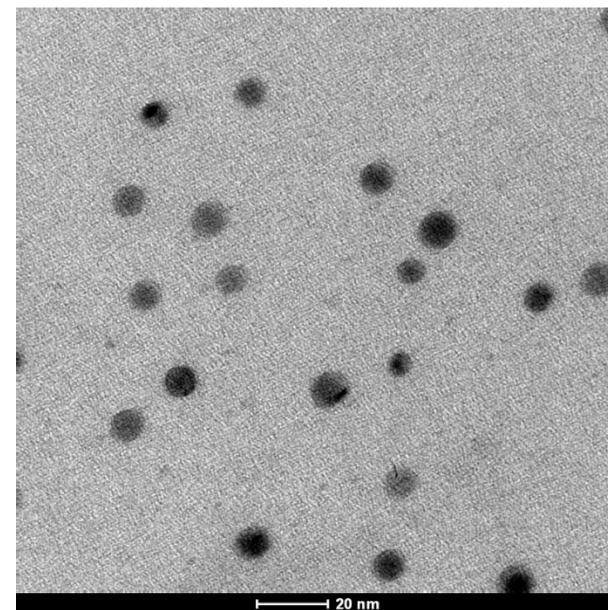
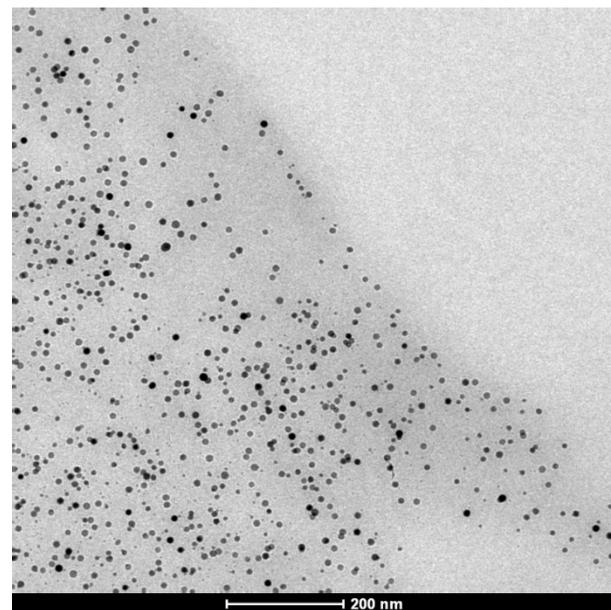
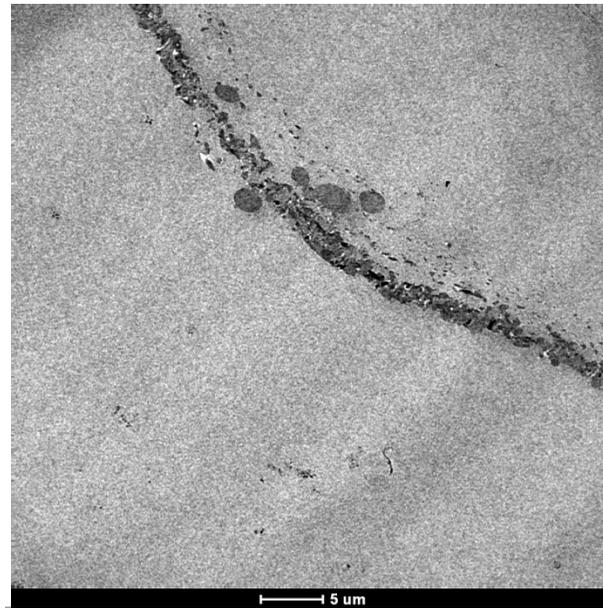
## Immagine SEM della superficie di frattura del composito PP isotattico con il 12% di grafite



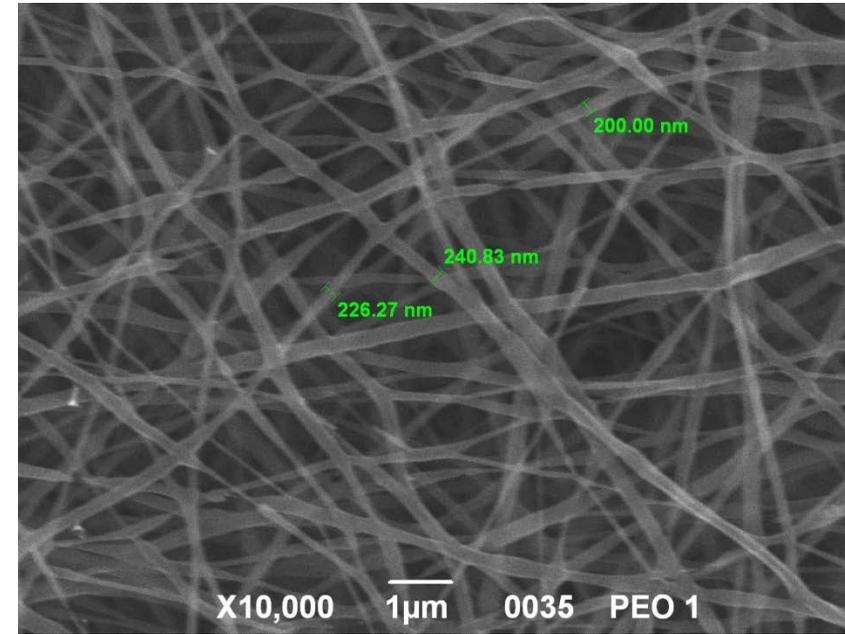
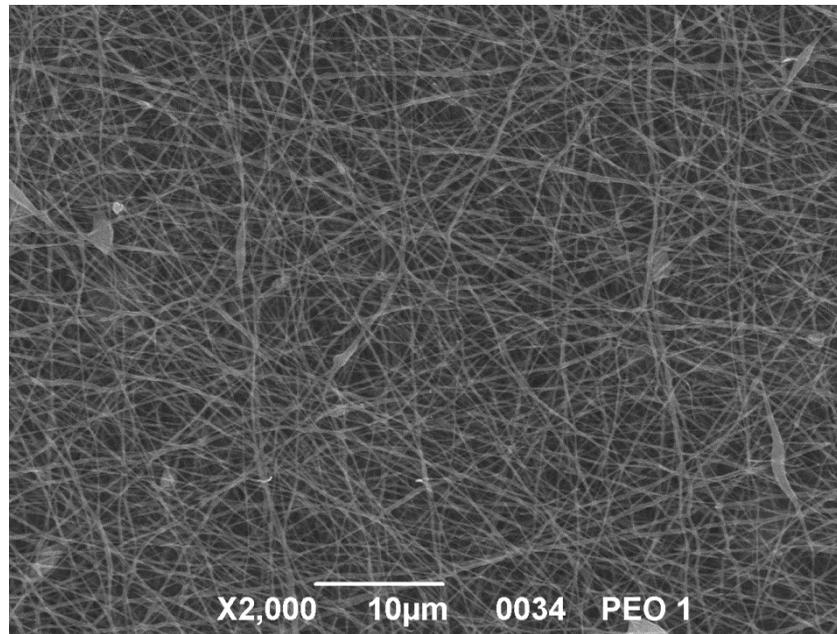
# Immagini SEM di fibre da electrospinning di PVA con particelle di Ag



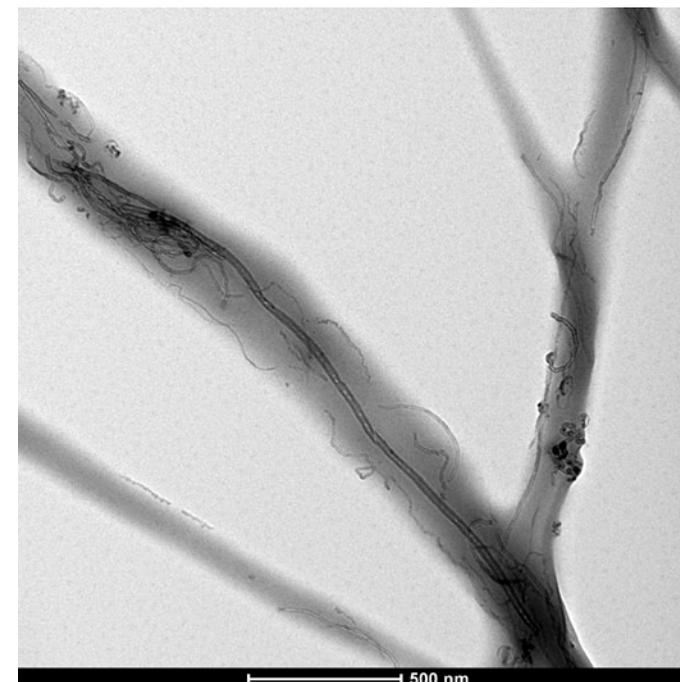
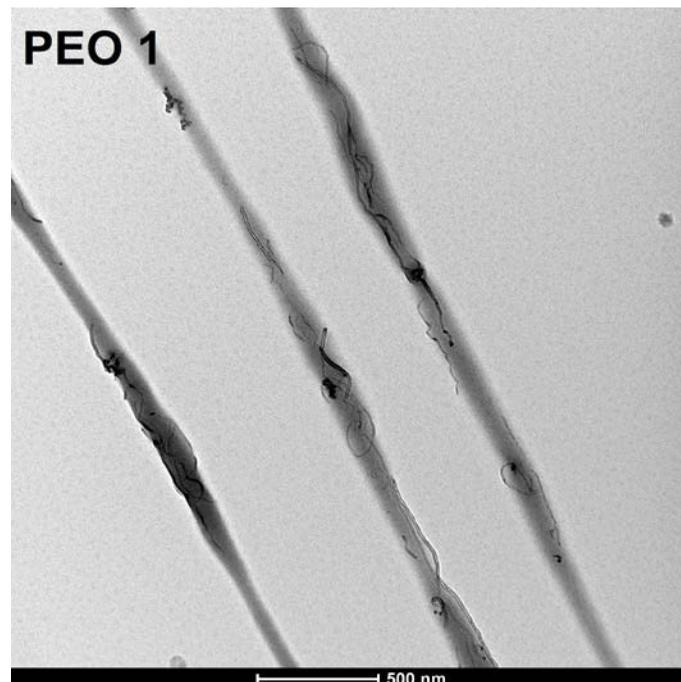
# Immagini TEM di fibre da electrospinning di PVA con particelle di Ag



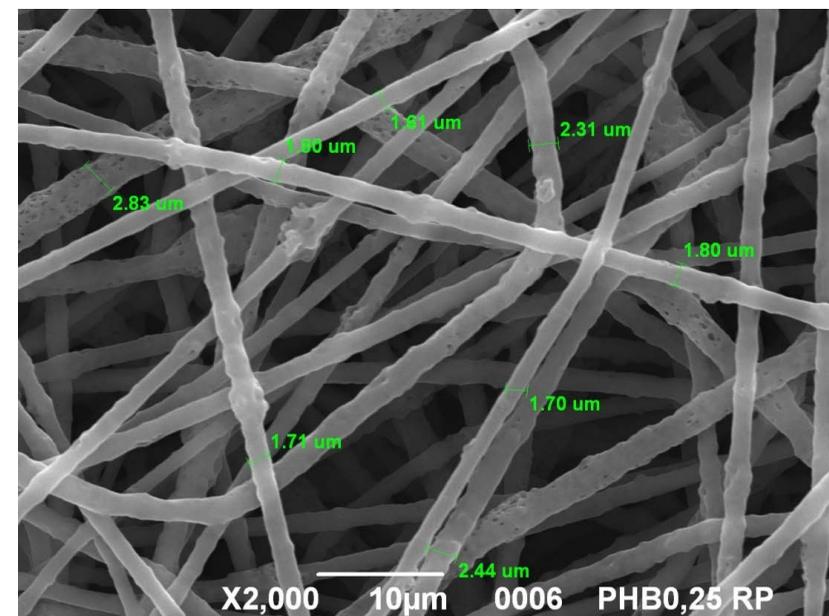
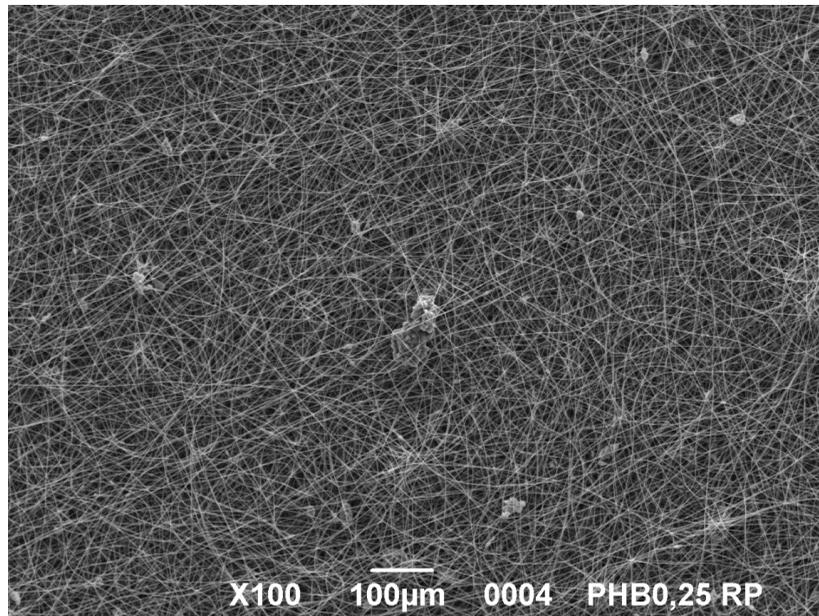
## Immagini SEM di fibre da electrospinning di PEO con 1% di CNTs



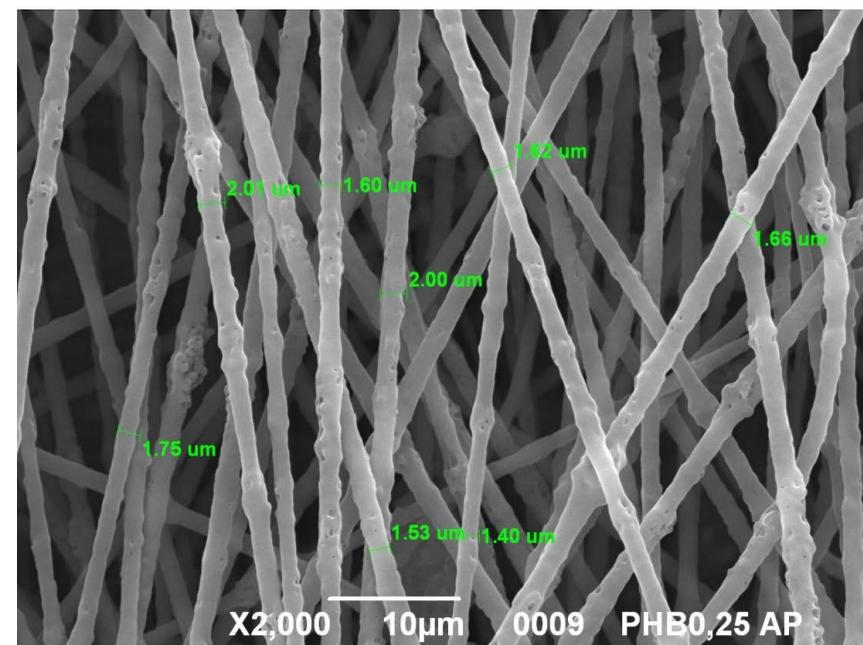
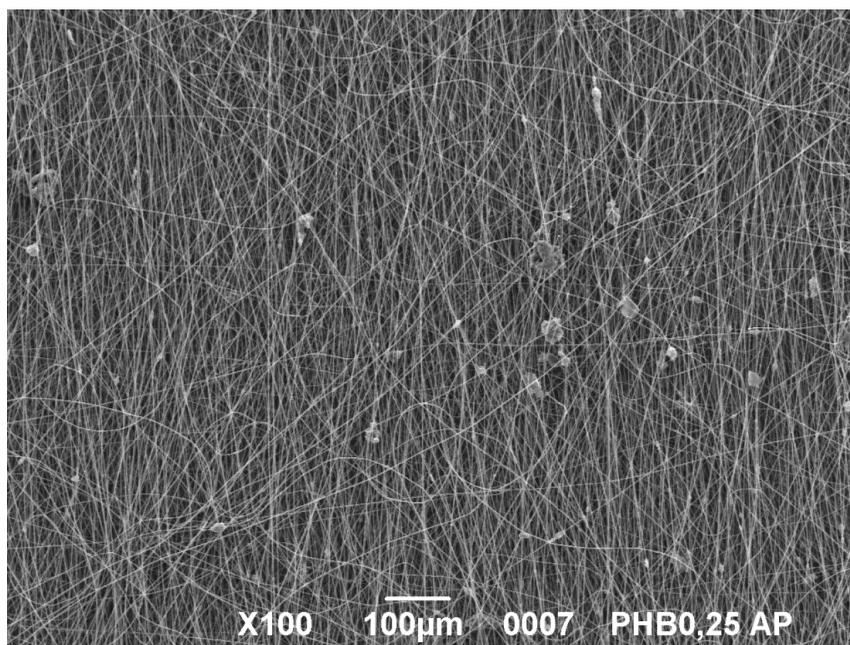
## Immagini TEM di fibre da electrospinning di PEO con 1% di CNTs



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

