

# Precisione e dettaglio garantiti dalla Microscopia Elettronica a Scansione

Un Microscopio Elettronico a Scansione dotato di Spettroscopia a raggi X in dispersione di energia (SEM-EDS) rappresenta uno strumento potente e un'affidabile tecnica analitica che offre una vasta gamma di dati riguardanti gli attributi microstrutturali e composizionali di un variegato spettro di materiali. I laboratori ALS sono equipaggiati con un moderno microscopio elettronico a scansione Tescan VEGA 3 LMU con un sensore EDS Oxford X-Max 20. È una tecnica ideale per l'ispezione delle superfici, per l'identificazione della composizione elementare di particelle sconosciute in un campione, o per la determinazione avanzata della distribuzione della misura o del tipo delle particelle.



Immagine 1: Microscopio Elettronico a Scansione

## Principi e Applicazioni del SEM-EDS

Il SEM-EDS è caratterizzato dalla sua versatilità, dalle sue capacità di effettuare analisi rapide e non distruttive, rendendolo uno strumento insostituibile in vari settori come la geologia, la petrologia, la metallurgia, l'ingegneria elettrica, la farmaceutica e le scienze ambientali. La capacità di originare immagini in alta risoluzione unita all'analisi elementare consente indagini approfondite sulle proprietà dei materiali, permettendo una caratterizzazione dettagliata e agevolando le scoperte scientifiche.

I microscopi ottici tradizionali usano i raggi di luce per creare le immagini, con la lunghezza d'onda della luce che limita l'ingrandimento a 1500–2000 volte. Al contrario, un microscopio elettronico usa fasci di elettroni concentrati anziché la luce. Questi elettroni hanno una lunghezza d'onda molto più corta, consentendo ingrandimenti fino a un milione di volte in condizioni ideali.

La microscopia SEM si basa sul "bombardamento" della superficie del campione con un fascio concentrato dei cosiddetti elettroni primari. Sul punto d'impatto, avvengono una serie di interazioni tra gli elettroni primari e gli elettroni negli atomi del campione, risultanti nell'emissione di segnali rilevabili. Questo punto d'impatto è definito il "volume di eccitazione", e la sua misura dipende principalmente dall'energia degli elettroni e dalla composizione elementare del campione. Il fascio di elettroni solitamente non penetra a più di 1-2  $\mu\text{m}$ .

## I segnali più significativi:

- **Gli elettroni secondari** sono emessi dalla superficie del campione e hanno bassi valori di energia. Trasportano informazioni sulla topografia della superficie del campione e sono usati per creare immagini molto dettagliate che possono apparire come tridimensionali.
- **Gli elettroni retrodiffusi** sono riflessi dalla superficie del campione e hanno alti valori di energia. Sono sensibili alle differenze in numero atomico, fornendo quindi informazioni sulla composizione elementare del campione.
- **I raggi X** sono emessi quando gli elettroni si spostano tra i livelli energetici e sono rilevati usando un sensore EDS. L'emissione di questi raggi X è unica per ogni elemento, permettendo di individuare i singoli elementi all'interno del campione.

## Requisiti per i campioni analizzati

Il campione per l'analisi SEM dev'essere asciutto, stabile nel vuoto, conduttivo e deve poter stare dentro la camera del microscopio.

## Immagini dettagliate

La microscopia SEM è stata creata prevalentemente per l'osservazione delle superfici perché può fornire immagini dettagliate delle superfici dei materiali e delle particelle da pochi micron a diversi centimetri di grandezza. Eccelle nell'**identificazione dei difetti** come crepe, deterioramenti e corrosione, come anche nella **topografia superficiale**, comprendendo la misurazione di omogeneità, depositi, ruvidità, forma, **misura e dimensione** delle particelle.

Per esempio, i SEM possono produrre immagini di parti metalliche per determinare l'omogeneità della superficie di uno strato di fosfati anticorrosivo (Immagine 2A) o per trovare i primi stadi di corrosione su un cilindro (Immagine 2B, le frecce indicano la corrosione).



Immagine 2: (A) Strato anticorrosivo; (B) tracce di corrosione

## Analisi elementale

Un complemento efficace al microscopio stesso è il sopracitato sensore EDS, che può rilevare raggi X caratteristici e assegnarli a elementi specifici. I sistemi più recenti sono in grado di rilevare elementi più pesanti del Boro, ossia elementi con un numero atomico >5. Il sensore EDS Oxford AZtec X-Max 20 nei nostri laboratori può confermare o escludere molto velocemente la presenza di elementi più pesanti del Berillio (escludendo Idrogeno, Elio e Litio). Il risultato è uno spettro da cui si può determinare la composizione della particella esaminata. Questa capacità può essere usata, ad esempio, per confrontare il materiale campione con uno standard o per osservare i cambiamenti che si verificano nel campione quando è esposto a vari processi e condizioni.

**Le immagini 3 (A/B)** mostrano un'immagine dettagliata e uno spettro elementare di una particella sconosciuta in una soluzione, che sono state usate per identificare l'origine di quest'ultima. Studiando i bordi aguzzi e lo spettro, la particella è stata identificata come vetro dell'ampolla contenente la soluzione iniziale.

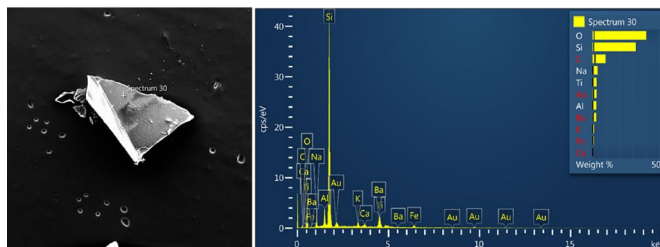


Immagine 3: (A) un pezzo di vetro; (B) spettro del vetro

## Analisi delle caratteristiche

Usando il modulo software "Feature Analysis," è possibile analizzare automaticamente un gran numero di particelle sotto il profilo morfologico, chimico o entrambi. Un vantaggio significativo sulle tecniche comuni come la diffrazione laser è la possibilità di avere direttamente un'immagine delle particelle analizzate. Le particelle possono essere classificate automaticamente, sia per morfologia, attraverso parametri come lunghezza, area, forma, ecc., sia per composizione chimica, per esempio, se contengano un elemento o meno. Gli output possono includere numerosi grafici e tabelle (vedi **Immagini 4 (A/B)**).

Usando il modulo "Feature Analysis", per esempio, possono essere analizzate l'efficienza del sistema di filtrazione, l'omogeneità del materiale o solo alcune particelle selezionate, (ad es. le fibre respirabili secondo la WHO, lcon lunghezza >5 um, larghezza <3 um, rapporto >3:1).

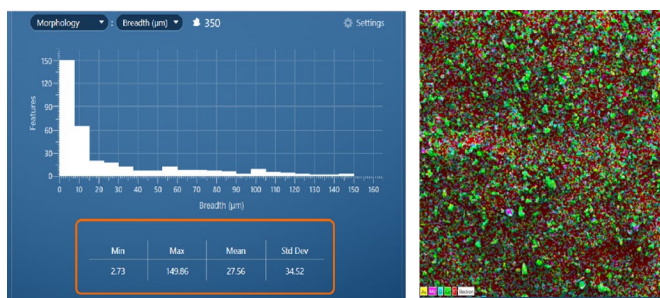


Immagine 4: (A) un diagramma di distribuzione delle particelle; (B) particelle di materiale evidenziate

Le analisi più comuni nei laboratori ALS includono: il rivestimento anticorrosivo delle parti delle automobili, la specificazione di particelle estranee, altre analisi molto frequenti sono l'identificazione dei depositi sui filtri, l'identificazione di sedimenti o macchie, i difetti sulla superficie di vari materiali e prodotti. L'analisi SEM-EDS è anche spesso una parte integrante dei processi di produzione, dove il controllo qualità degli intermedi e dei prodotti finali è cruciale.

**Ci sono numerose applicazioni possibili per questa tecnica.**

## MAGGIORI INFORMAZIONI

### Laboratori ALS Italia

Sede di Zoppola (PN), via Viatta 1, 33080 commerciale.zpp@alsglobal.com – 0434 638 201  
www.alsglobal.it / www.alsglobal.com