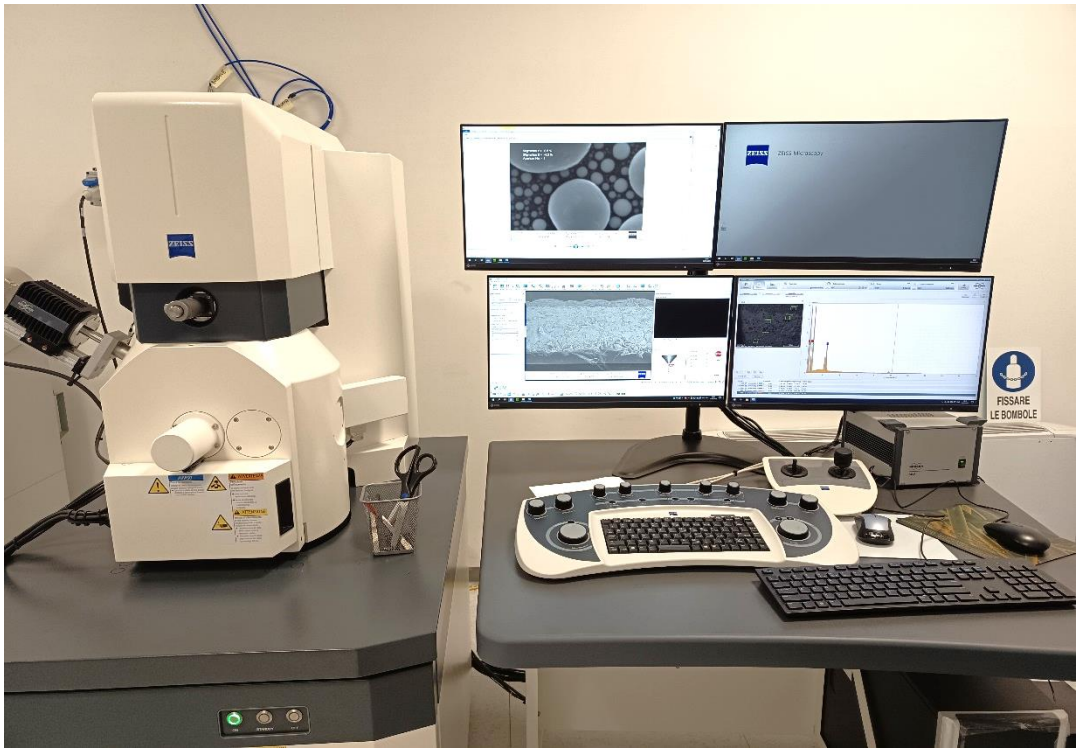
Il nuovo microscopio elettronico a scansione (SEM) della SSIP: innovazioni e applicazioni recenti

R. Aveta

La stazione sperimentale pelli è stata recentemente dotata di un nuovo microscopio elettronico a scansione (SEM).



Lo strumento attuale ha come sorgente un cristallo di esaboruro di lantanio LaB6, che oltre ad essere più performante è anche molto stabile.

La nuova configurazione del sistema di vuoto prevede una pompa ionica in più che consente alla parte di vuoto che interessa la sorgente di arrivare a livelli di vuoto molto spinti (10e-07 mbar). In ogni caso, lo strumento attuale ha anche la possibilità di lavorare con i filamenti in tungsteno, quindi si tratta di un SEM a doppia sorgente.

È dotato un sistema elettronico avanzato di comunicazione tra sem e pc oltre a quello che gestisce i segnali detector-immagini.

- È collegato ad un gruppo di continuità UPS.
- La microanalisi è Bruker con una sonda EDX Xflash7 di 129eV su Mn di risoluzione.
- 4 monitor per la completa gestione del flusso di lavoro tra sem ed analisi edx.
- Detector HDBSD a 5 quadranti per rilevare gli elettroni retrodiffusi
- Tensione di lavoro da 0,2KV a 30KV
- CCD (telecamera con dispositivo ad accoppiamento di carica) per vedere all'interno della camera il portacampioni in modalità live durante l'uso (fig.1)

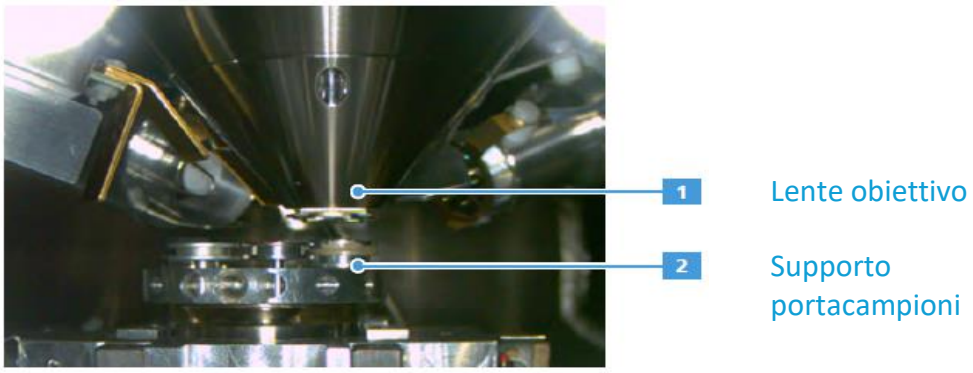


Fig. 1 immagine della telecamera

- Control panel e nuovo joystick (5-assi) per il controllo del sem diretto con manopole dedicate senza l'uso della tastiera e del mouse
- Possibilità di Upgrade- VP System per far lavorare il sem a "Variable Pressure" per poter osservare campioni non conduttivi senza metallizzazione.

La microscopia elettronica a scansione (SEM) è basata sull'interazione elettroni-campione e consente una conoscenza della struttura della pelle dettagliata dovuta non solo alla possibilità di ottenere risoluzioni ed ingrandimenti notevolmente superiori rispetto alla microscopia ottica, ma anche perché consente una visione tridimensionale del campione non ottenibile a elevato ingrandimento con altre tecniche.

Il SEM è combinato con la spettroscopia a raggi X a dispersione di energia (EDXS) che consente di effettuare la microanalisi di numerose sostanze.

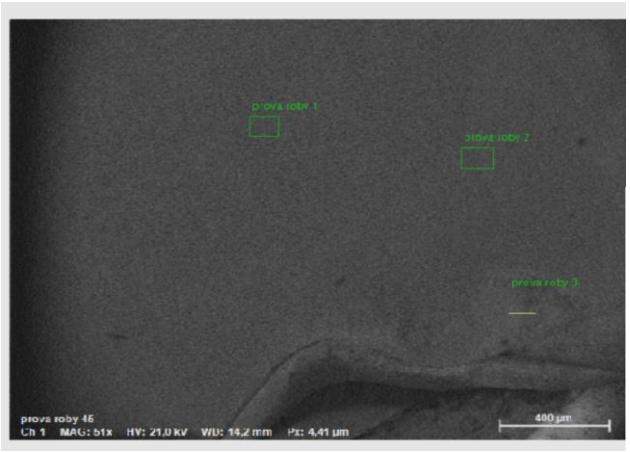
Durante tali indagini, vengono registrati gli spettri di energia dell'emissione di raggi X dopo l'esposizione del campione al fascio di elettroni o a raggi X. Ogni atomo ha una configurazione unica

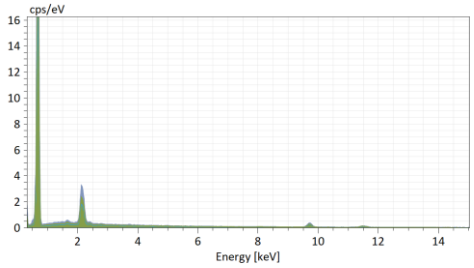
di elettroni e, quindi, ha uno spettro specifico di emissione di raggi X. Pertanto, l'accoppiamento SEM-EDXS consente di eseguire analisi elementari quantitative e qualitative di numerosi composti inorganici, come ad esempio solfuri combinati con metalli o quando si tratta di zolfo elementare, solfati di calcio sodio e/o magnesio ma anche di analizzare una superficie polimerica contenete ad esempio siliconi.

Con l'utilizzo del nuovo SEM è stato dimostrato che è possibile determinare **la concentrazione superficiale di composti contenenti gli elementi carbonio C e fluoro F** e quindi di poter fare uno screening che permette di distinguere il fluoro inorganico da quello organico.

Si riportano gli spettri ottenuti in seguito dall'analisi di un pezzo di teflon tetrafluoroetene (-C2F4-)n e di uno standard di PFOS acido perfluoroottansolfonico

Teflon (tetrafluoroetene)

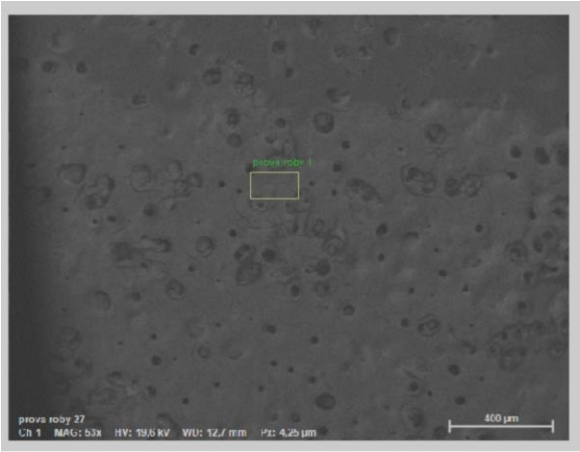


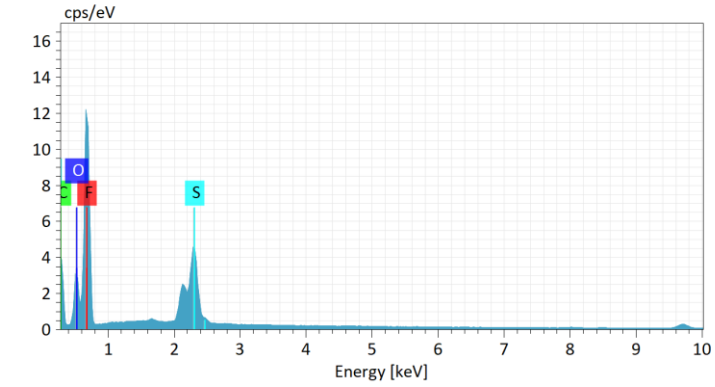


Normalized mass concentration %

Spectrum	**C**	**F**
Prova 1	30,12	69,88
Prova 2	28,70	71,30
Prova 3	31,98	68,02
Mean	**30,27**	**69,73**

PFOS (acido perfluoroottansolfonico)





Normalized mass concentration %

Spectrum	C	O	F	S
Prova 1	38,44	15,14	42,16	4,26

Ulteriori applicazioni di tale strumentazione sono legate alle numerose attività di ricerca per le quali è coinvolta la SSIP con particolare riferimento allo studio della composizione degli idrolizzati proteici derivanti dai trattamenti sugli scarti di pelle nei vari stati di lavorazione oltre alle indagini già da diversi anni effettuate finalizzate alla caratterizzazione dei difetti e all'identificazione del vero cuoio e/o vera pelle.