

Esperienza di Laboratorio: SEM

Tommaso Raffaelli

2024-12-02

CONTENTS

1	Introduzione	2
2	Materiali e tecniche sperimentali	2
3	Dati ottenuti	3
3.1	Conposizione generale	3
3.2	Struttura delle fasi	4
4	Conclusioni	6

LIST OF FIGURES

1 INTRODUZIONE

Il presente report descrive l'analisi condotta su un campione ignoto mediante l'uso del microscopio elettronico a scansione (SEM, Scanning Electron Microscope). Questo strumento, grazie alla sua capacità di produrre immagini ad alta risoluzione e di effettuare analisi elementari tramite spettroscopia a dispersione di energia (EDS, Energy Dispersive Spectroscopy), si è rivelato fondamentale per determinare la morfologia superficiale e la composizione chimica del campione.

Lo studio è stato finalizzato all'identificazione delle caratteristiche strutturali e chimiche del materiale, con l'obiettivo di comprendere la sua natura e le sue potenziali applicazioni. Durante l'esperimento, il campione è stato preparato adeguatamente per garantire un'osservazione ottimale, rispettando le condizioni necessarie per il funzionamento del SEM (ad esempio, la conduzione elettrica della superficie). Sono stati acquisiti dati relativi sia alla topografia che alla distribuzione degli elementi chimici presenti nel materiale analizzato.

L'uso del SEM e dell'EDS rappresenta una metodologia consolidata per questo tipo di indagini, grazie alla combinazione di elevata capacità di ingrandimento e sensibilità chimica. I risultati ottenuti sono stati interpretati per caratterizzare il campione in termini di composizione, individuando eventuali impurità, fasi o particelle estranee, e fornire indicazioni sulle sue proprietà funzionali.

2 MATERIALI E TECNICHE SPERIMENTALI

Il microscopio elettronico a scansione (SEM) utilizza un fascio di elettroni focalizzato per scandire la superficie di un campione e ottenere immagini dettagliate della sua morfologia e composizione. Gli elettroni vengono emessi da una sorgente (come un filamento di tungsteno o una sorgente a emissione di campo), accelerati da un campo elettrico e focalizzati mediante una serie di lenti elettromagnetiche. Durante l'interazione con il campione, il fascio genera diversi segnali, tra cui elettroni secondari (SE), elettroni retro-diffusi (backscattered, BSE).

Gli elettroni backscattered (BSE) sono particolarmente utili per ottenere informazioni sulla composizione chimica e sulle variazioni di densità del campione. Questi elettroni derivano dalla riflessione elastica del fascio incidente sul campione e la loro intensità dipende fortemente dal numero atomico (Z) degli elementi presenti.

Rivedere con le slide In particolare: * Gli atomi con numero atomico più elevato riflettono una maggiore quantità di elettroni backscattered, apparendo più brillanti nell'immagine. * Gli atomi con numero atomico più basso riflettono meno elettroni, risultando quindi più scuri.

Questa dipendenza consente di creare un'immagine a contrasto compositivo, utile per identificare la distribuzione di elementi pesanti e leggeri all'interno del campione. Inoltre, combinando i dati BSE con quelli ottenuti dalla spettroscopia EDS, è possibile correlare il contrasto compositivo alle concentrazioni elementari specifiche.

Gli elettroni BSE forniscono dunque un'informazione complementare a quella degli elettroni secondari, che invece evidenziano la topografia superficiale, rendendo il SEM uno strumento versatile per lo studio di materiali eterogenei.

3 DATI OTTENUTI

Usando un un softwer di matching otteniamo dai rivelatori del microscopio otteniamo sottoforma di spettrogramma le quantità di elementi chimici presenti nel campione

3.1 Conposizione generale

Come prima misura ci convine prende la composizione generale del campione in modo da poterla confrontare con i dati che verranno ottenuti in seguito

Per evitare di misurare un' area che non rappresenta bene l'intero campione sono state prese tre misure su tre aree diverse del campione una di queste è l'immagine sotto rappresentata **Fig1**

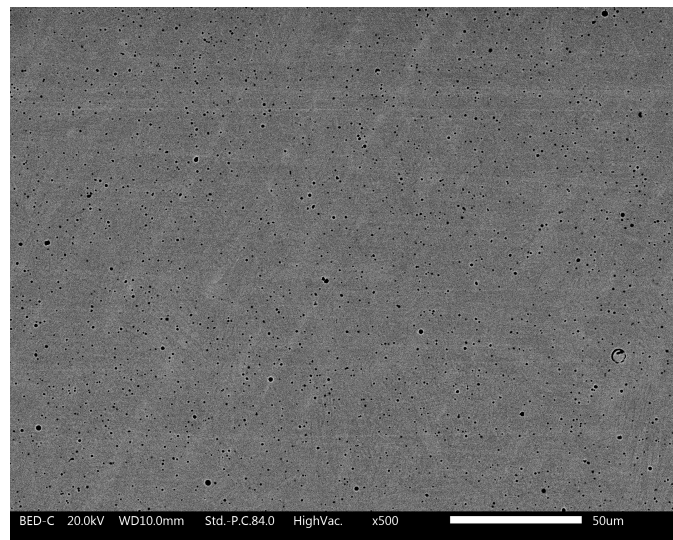


Table 3.1. Campionamento generale

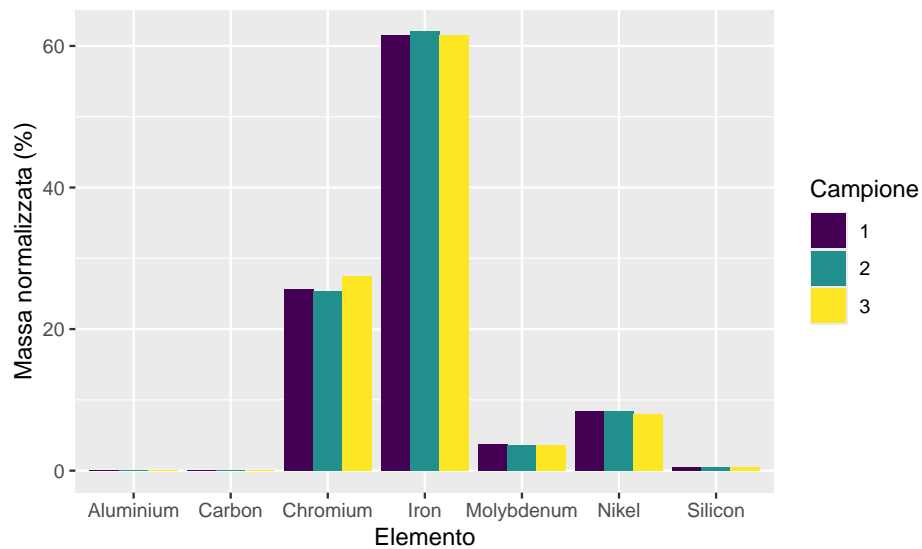
Element	Atomic_number	Netto	Mass	Mass_Norm	Atom	Campione
Carbon	6	1553	0.00	0.00	0.00	1
Aluminium	13	695	0.00	0.00	0.00	1
Silicon	14	3255	0.46	0.47	0.94	1
Chromium	24	136889	24.79	25.62	27.41	1
Iron	26	218015	59.71	61.46	61.46	1
Nikel	28	21269	8.20	8.47	8.03	1
Molybdenum	42	18145	3.62	3.74	2.17	1

All'interno della tabella possiamo trovare i dati ricavati in particolare ci concentriamo su le colonne: **Element**, **Mass_Norm** e **Campione**. Facendo un grafico a barre possiamo visualizzare come sono distribuite le quantità degli elementi all'interno delle tre aree

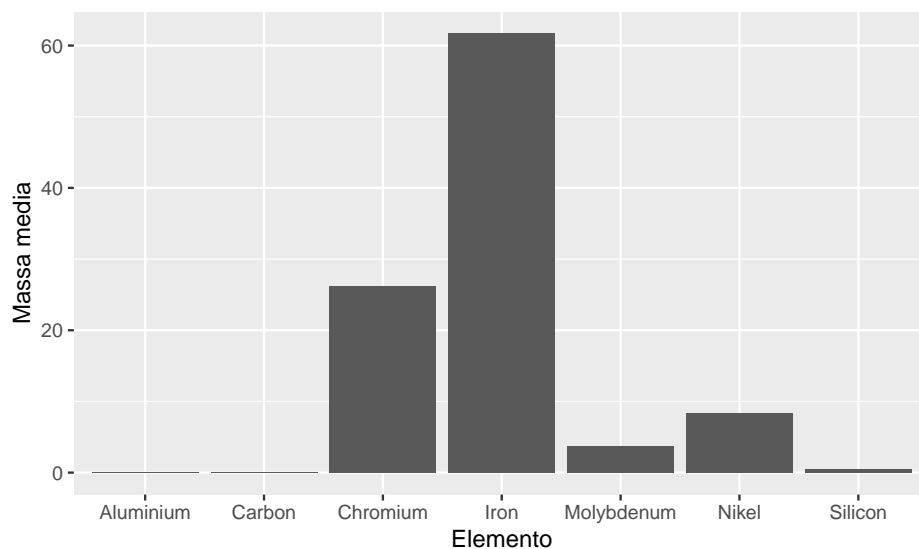
Table 3.2. Campionamento generale

Element	Mean
Carbon	0.00

Aluminium	0.00
Silicon	0.45
Chromium	26.15
Iron	61.69
Nikel	8.31
Molybdenum	3.68



E' dal grafico a colonne sopra che possiamo notare che la **Massa normalizzata** tra le tre aree campionata non sono esattamente uguali quindi per arrivare ad avere dati usabili possiamo fare la media fra i tre campionamenti.



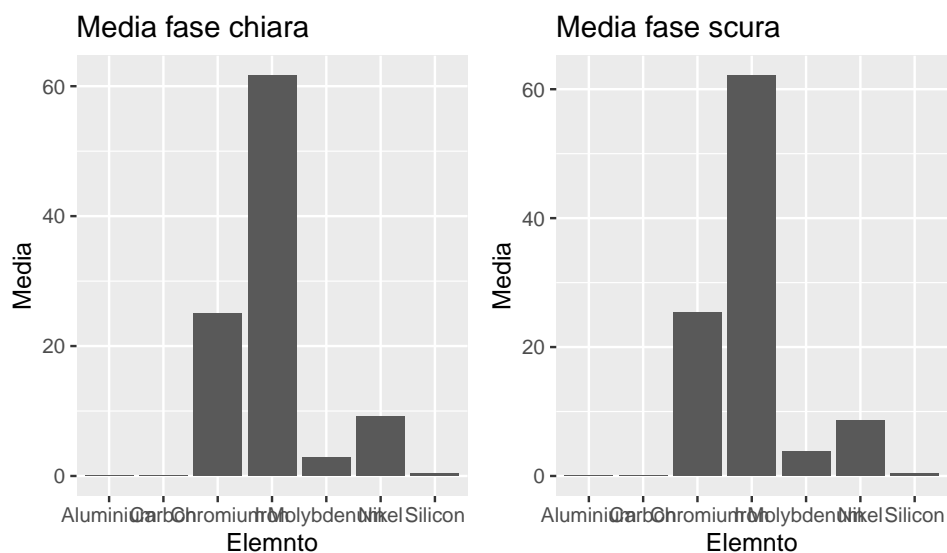
3.2 Struttura delle fasi

A grandi ingrandimenti si può vedere che il campione non presenta solo una fase omogenea ma invece si possono vedere due fasi distinte.

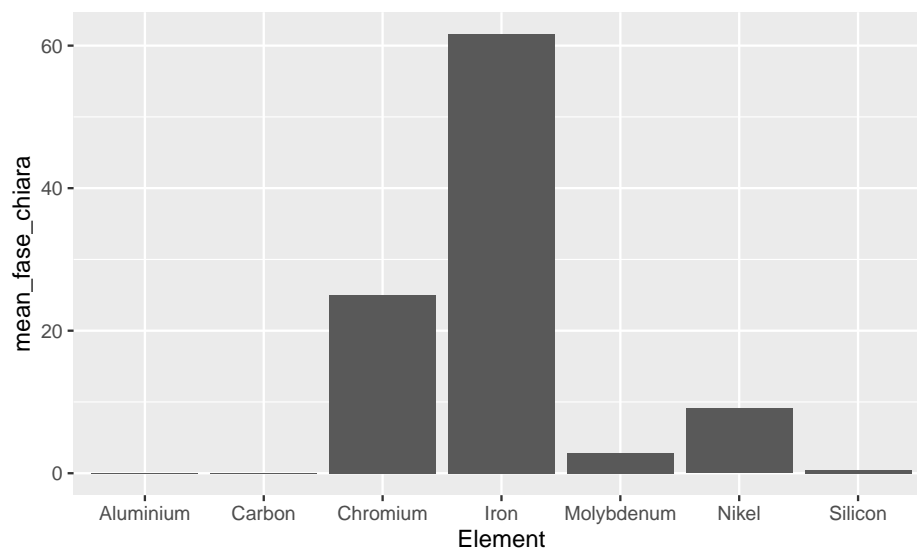
Quindi per poter identificare queste fasi distinte possiamo analizzare la composizione, come è stato fatto per la composizione generale, così da poter notare delle differenze all'interno della composizione chimica in modo da poter indentificare le singole fasi.

Table 3.3. Composizione delle fasi

Element	mean_fase_chiara	mean_fase_scura
Carbon	0.00	0.00
Aluminium	0.00	0.00
Silicon	0.43	0.46
Chromium	24.99	25.44
Iron	61.61	62.09
Nikel	9.12	8.57
Molybdenum	2.86	3.75



```
mean_fase %>%
  ggplot(aes(x = Element)) + geom_col(aes(y = mean_fase_chiara),
    position = "dodge")
```



4 CONCLUSIONI

Table 4.1. Campionamento a tutto campo tabella completa

Element	Atomic_number	Netto	Mass	Mass_Norm	Atom	Campione
Carbon	6	1553	0.00	0.00	0.00	1
Aluminium	13	695	0.00	0.00	0.00	1
Silicon	14	3255	0.46	0.47	0.94	1
Chromium	24	136889	24.79	25.62	27.41	1
Iron	26	218015	59.71	61.46	61.46	1
Nikel	28	21269	8.20	8.47	8.03	1
Molybdenum	42	18145	3.62	3.74	2.17	1
Carbon	6	1553	0.00	0.00	0.00	2
Aluminium	13	695	0.00	0.00	0.00	2
Silicon	14	3255	0.42	0.44	0.87	2
Chromium	24	136889	24.49	25.39	27.17	2
Iron	26	218015	59.85	62.03	61.81	2
Nikel	28	21269	8.47	8.47	8.03	2
Molybdenum	42	18145	3.54	3.67	2.13	2
Carbon	6	1553	0.00	0.00	0.00	3
Aluminium	13	695	0.00	0.00	0.00	3
Silicon	14	3255	0.44	0.44	0.86	3
Chromium	24	136889	24.81	27.45	27.45	3
Iron	26	218015	59.80	61.58	61.58	3
Nikel	28	21269	8.16	7.99	7.99	3
Molybdenum	42	18145	3.52	3.64	2.11	3

Table 4.2. Campionamento fase chiara tabella completa

Element	Atomic_number	Mass	Mass_Norm	Atom	Mean	Campione
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	1
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	1
Silicon	14	0.42	0.44	0.87	0.43	1
Chromium	24	23.98	25.00	26.76	24.99	1
Iron	26	59.09	61.60	61.39	61.61	1
Nikel	28	9.05	8.95	8.95	9.12	1
Molybdenum	42	3.38	2.04	2.04	2.86	1
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	2
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	2
Silicon	14	0.42	0.44	0.87	0.43	2
Chromium	24	24.08	25.07	26.80	24.99	2
Iron	26	59.64	62.07	61.80	61.61	2
Nikel	28	8.71	9.07	8.59	9.12	2

Molybdenum	42	3.22	3.35	1.94	2.86	2
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	3
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	3
Silicon	14	0.38	0.40	0.79	0.43	3
Chromium	24	23.72	24.91	26.64	24.99	3
Iron	26	59.19	61.16	61.88	61.61	3
Nikel	28	8.90	9.35	8.85	9.12	3
Molybdenum	42	3.02	3.18	1.84	2.86	3

Table 4.3. Campionamento fase scura tabella completa

Element	Atomic_number	Mass	Mass_Norm	Atom	Mean	Campione
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	1
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	1
Silicon	14	0.47	0.49	0.97	0.46	1
Chromium	24	24.52	25.46	27.25	25.44	1
Iron	26	59.17	61.42	61.21	62.09	1
Nikel	28	8.49	8.81	8.35	8.57	1
Molybdenum	42	3.67	3.81	2.21	3.75	1
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	2
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	2
Silicon	14	0.43	0.45	0.90	0.46	2
Chromium	24	24.45	25.49	27.28	25.44	2
Iron	26	59.34	62.86	61.63	62.09	2
Nikel	28	8.13	8.47	8.03	8.57	2
Molybdenum	42	3.57	3.72	2.13	3.75	2
Carbon	6	0.00	0.00	0.00	0.00	3
Aluminium	13	0.00	0.00	0.00	0.00	3
Silicon	14	0.43	0.45	0.89	0.46	3
Chromium	24	24.27	25.38	27.16	25.44	3
Iron	26	59.29	62.00	61.78	62.09	3
Nikel	28	8.07	8.44	8.00	8.57	3
Molybdenum	42	3.57	3.73	2.16	3.75	3