

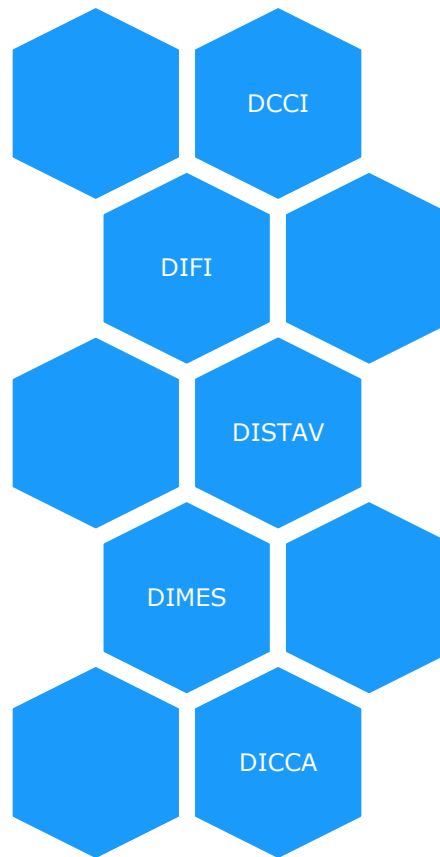
Progetto ELEMENTAL e Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata

ELEMENTAL - Microscopia elettronica avanzata per l'ambiente, la sicurezza e la qualità della vita

Antonio Comite

Infrastruttura di Microscopia Elettronica Università degli Studi di Genova

L'Università degli Studi di Genova ha una lunga tradizione nelle microscopie elettroniche





Progetto Elemental

Microscopia elettronica avanzata per l'ambiente, la sicurezza e la qualità della vita

Progetto Elemental



UNIONE EUROPEA



REPUBBLICA ITALIANA



REGIONE LIGURIA



Progetto di potenziamento dell'Infrastruttura di ricerca “Microscopia Elettronica” dell'Università degli Studi di Genova mediante l'acquisto di un microscopio elettronico a trasmissione (TEM) ad alta risoluzione e costituzione di un laboratorio di microscopia elettronica avanzata a disposizione del territorio.

L'intervento è cofinanziato dal Fondo Europeo di Sviluppo Regionale - POR Liguria FESR 2014-2020 - Asse 1 - Ricerca e Innovazione Azione 1.5.1 - Sostegno alle infrastrutture di ricerca considerate critiche/cruciali per i sistemi regionali.

Progetto Elemental

Inizio progetto: Agosto 2020

Termine del progetto: Settembre 2022

Obiettivo: **acquisizione di un nuovo TEM analitico a 200kV attrezzato con microanalisi EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometry) e rivelatore STEM (scanning transmission electron microscopy).**

Contributo cofinanziato lordo a fondo perduto: 403.168,15 Euro

Cofinanziamento dell'Università degli Studi di Genova: 403.168,15 Euro

L'azione è stata attivamente promossa e sostenuta dall'**Università degli Studi di Genova** e in particolare nasce dalla proposta e sinergia tra

Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale (DCCI),

Dipartimento di Fisica (DIFI)

Dipartimento di Dipartimento di Ingegneria Civile, Chimica e Ambientale (DICCA).

Progetto Elemental: TEM 200kV

- Completa caratterizzazione di un'ampia gamma di materiali (**metallici, ceramici, polimerici o compositi**) sia dal punto di vista morfologico che strutturale, sia nelle fasi di sintesi e/o produzione che nella fase di applicazione (ad esempio per valutare le usure o aspetti legati alla corrosione) che a fine vita.
- Studi su minerali e cristalli di origine sia naturale che sintetica.
- Studio e caratterizzazione di nuovi materiali e di nuovi compositi e materiali strutturati complessi (ad esempio materiali per batterie e celle a combustibile, nuovi sistemi di giunzione tra diversi materiali, compositi polimerici, celle solari fotovoltaiche a film sottili, etc.).
- Caratterizzazione di **materiali nanodispersi** anche di tipo 1D (e.g. nanorods e nanotubi), 2D (e.g. grafene) in varie matrici industriali (e.g. inchiostri, vernici) e naturali.
- Caratterizzazione fisica, chimica e morfologica completa di **catalizzatori** (valutazione della dispersione metallica, studio delle caratteristiche di cristallinità dei siti attivi e dei materiali di supporto, interazione tra diversi componenti del sito attivo, etc.).

Progetto Elemental: TEM 200kV

- Analisi ambientali legate alla **speciazione chimica, dimensionale e morfologica di nanoparticelle disperse in atmosfera** (inquinamento ambientale) e di valutazione del rischio di esposizione in ambienti di lavoro. Una delle applicazioni di estremo interesse sociale è la presenza di fibre di **amianto** sia nei materiali sia aerodisperso. Si stima siano responsabili di una elevata percentuale (> 60%) di molte patologie.
- Caratterizzazione di materiali vegetali, biologici e/o in generale di sistemi naturali.
- Valutazione della contaminazione di prodotti destinati all'uso e consumo umano.
- Studi legati agli aspetti medicali ed alla valutazione della presenza di nanomateriali nei tessuti ed in particolare nei prelievi istologici.
- Studi su nanomateriali quali ad esempio micro e nanoplastiche in matrici ambientali.
- Studi per la caratterizzazione e verifica di sistemi di drug-delivery.

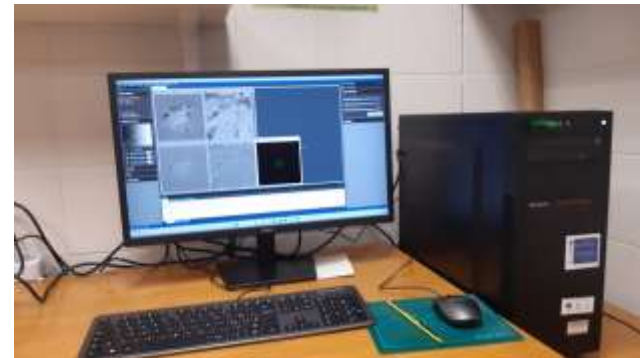
Progetto Elemental: articolazione del progetto

Definizione dei requisiti minimi del TEM analitico a 200kV

Verifica e aggiornamento della funzionalità del locale TEM

Pubblicazione del bando di gara, l'acquisizione ed installazione del TEM

Acquisizione delle postazioni informatiche per l'elaborazione dati



ELEMENTAL

Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata

*Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale
Via Dodecaneso 31, 16146 Genova
III Piano lato Nord*



Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata

Il Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata per l'Ambiente, la Sicurezza e la Qualità della Vita è dotato di un Microscopio Elettronico a Trasmissione (TEM) ad alta risoluzione attrezzato con microanalisi EDS e rivelatore STEM che consente di analizzare ed effettuare studi su una moltitudine di materiali permettendo di ottenere informazioni morfologiche, chimiche ed atomiche sulla loro struttura.

Il personale del laboratorio ha una lunga tradizione nell'uso delle microscopie elettroniche e nella preparazione di campioni.



Microscopio Elettronico a Trasmissione ad alta risoluzione a 200kV con sorgente LaB₆

Modello: JEM 2100 Plus realizzato dalla ditta JEOL Ltd (Giappone).

Sorgente: Cristallo di LaB₆ di tipo "Cool beam"

Risoluzione in modalità TEM: puntuale $\leq 0,23$ nm, reticolare $\leq 0,14$ nm

Pezzi polari tipo HR (High Resolution)

Tensione acceleratrice: min. 80KV, max. 200KV

Ingrandimenti in modalità TEM: min. x30, max. x1'500'000

Acquisizione dell'immagine: con telecamera CMOS Rio9 di Gatan ad alta risoluzione (9 μ m pixel, 3072 x 3072 pixels), ampio campo di visione (9 Mpixels) alta velocità (15 fps)

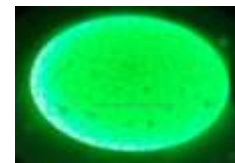
Unità STEM digitale a risoluzione atomica (ingrandimenti 100x-2.000.000x) comprensiva di rivelatori per campo chiaro (Bright Field, BF), campo scuro (Dark Field, DF) e campo scuro anulare ad alto angolo (high angle annular dark field, HAADF). Risoluzione BF 1 nm.

Sistema di microanalisi EDS Bruker Quantax 200-STEM, completo di rivelatore EDS X-Flash tipo SDD ad elevato numero di conteggi con area attiva da 100mm² e risoluzione di 129eV.

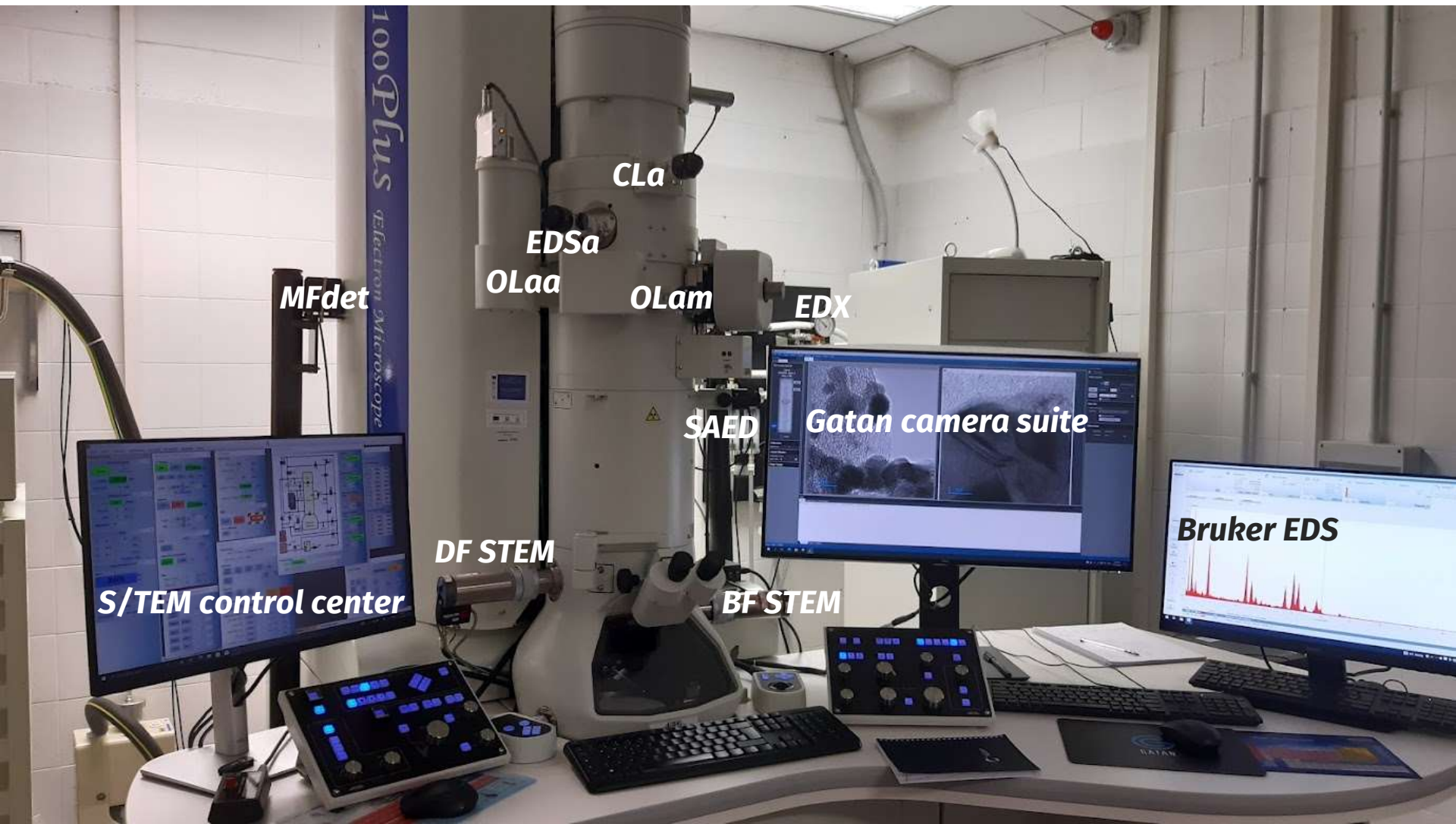
Dimensioni spot: TEM (20-200nm); EDS (1-25nm)

Convergent Beam Electron Diffraction: angolo di convergenza da 1.5 a 20 mrad o > con angolo di acceptance $\pm 10^\circ$

Lunghezza di camera (Selected Area Diffraction) da 80 a 2000mm



JEM 2100 Plus



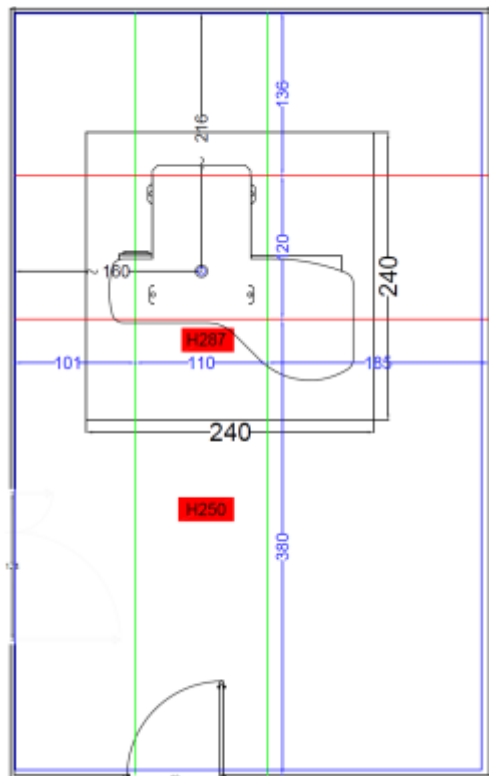
Ambiente

Allocazione in ambiente con basse vibrazioni e compensazione dei campi magnetici

Il TEM è stato installato in una stanza corredata di sistema di compensazione dei campi elettromagnetici (SC24 Magnetic Field Cancelling System, Spicer Consulting).



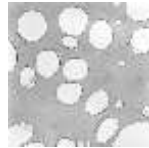
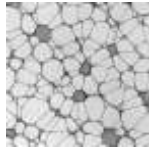
Migliore stabilità del fascio elettronico ed esperienza di visione



Accessori per inserimento campioni

Portacampioni disponibili

- 1 portacampione a singolo tilt
- 1 portacampione a doppio tilt con inserti in berillio per analisi EDS e per diffrazione
- 1 un portacampione ad alto tilt per le tomografie: inclinazione massima dello stage raggiungibile con portacampione ad alto angolo di tilt pari a 80°



Pretrattamento e condizionamento

- 1 stazione di pompaggio JEOL per il mantenimento in vuoto pulito fino a 5 portacampioni
- 1 Ion Cleaner per la pulizia dei campioni su portacampioni prima dell'inserimento nel microscopio



Preparazione di campioni: attrezzature

Il Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata per l'Ambiente, la Sicurezza e la Qualità della Vita accede a varie attrezzature per la preparazione dei campioni:

- Attrezzature per il taglio e l'assottigliamento meccanico



- Evaporatori sottovuoto di carbonio e oro

- Ultracriomicrotomo

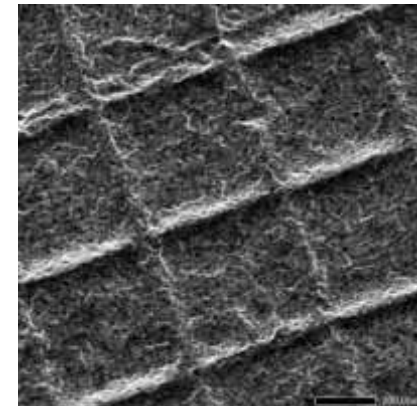
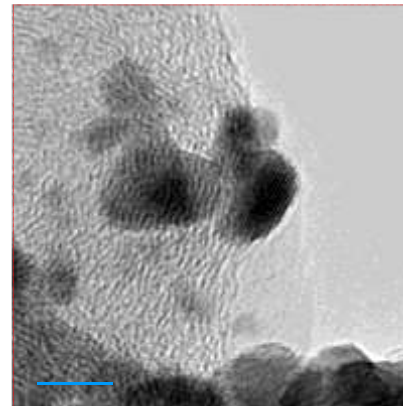
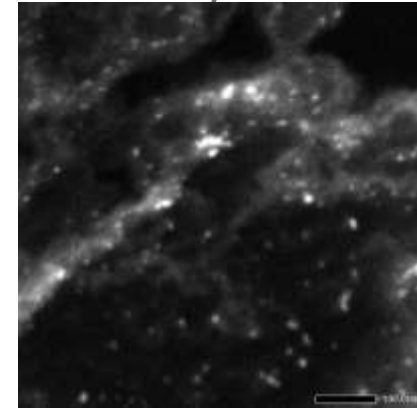


Preparazione di campioni: protocolli

Presso il Laboratorio di Microscopia Elettronica sono stati sviluppati diversi protocolli di analisi dei materiali in microscopia elettronica ad elevato ingrandimento (TEM e FE-SEM).

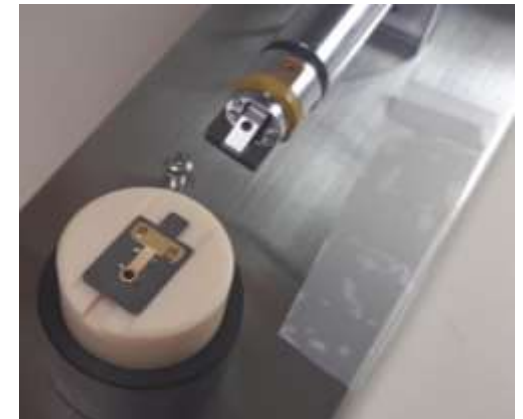
Si riportano alcune tipologie di campioni:

- **materiali nanoparticolati** (nanoparticelle ambientali o sintetiche, nanoforme, nanotubi, etc.)
 - Deposizione a secco o umido
- **materiali cristallini ed amorfi**
 - Macinazione diretta
 - Deposizione a secco o umido
 - Inglobamento
- **catalizzatori**
 - Macinazione diretta
 - Deposizione a secco o umido
 - Replica estrattiva



Preparazione di campioni: protocolli

- **materiali polimerici e campioni biologici**
 - Ultracriomicrotomia
 - Sono in corso accordi per eseguire tagli anche presso altri laboratori
- **materiali ceramici e compositi**
 - Assottigliamento manuale con Tripod
 - FIB con manipolatori: sono in corso accordi per l'esecuzione



Post-processing

Workstation & Software

- Workstation dedicata alla ricostruzione tomografica
- Workstations di post-processing

Sono installati vari applicativi che consentono all'utente l'elaborazione delle immagini e delle analisi acquisite.

- Image J (Pacchetto FIJI)



- Gatan Microscopy Suite



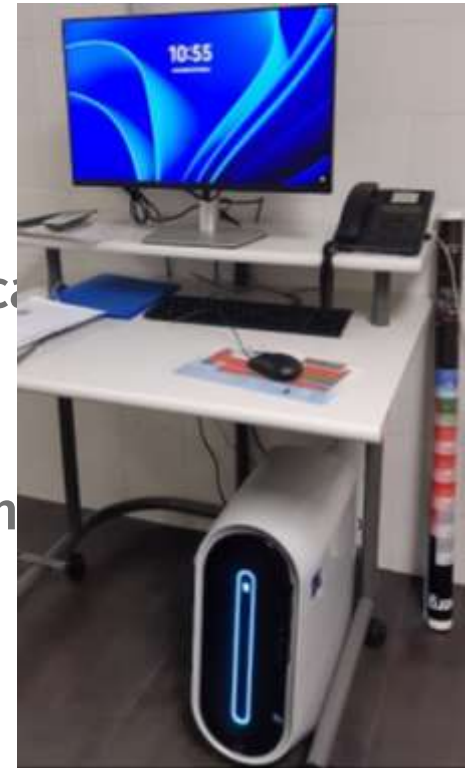
- Software EDS Bruker



- NIST DTSA-II



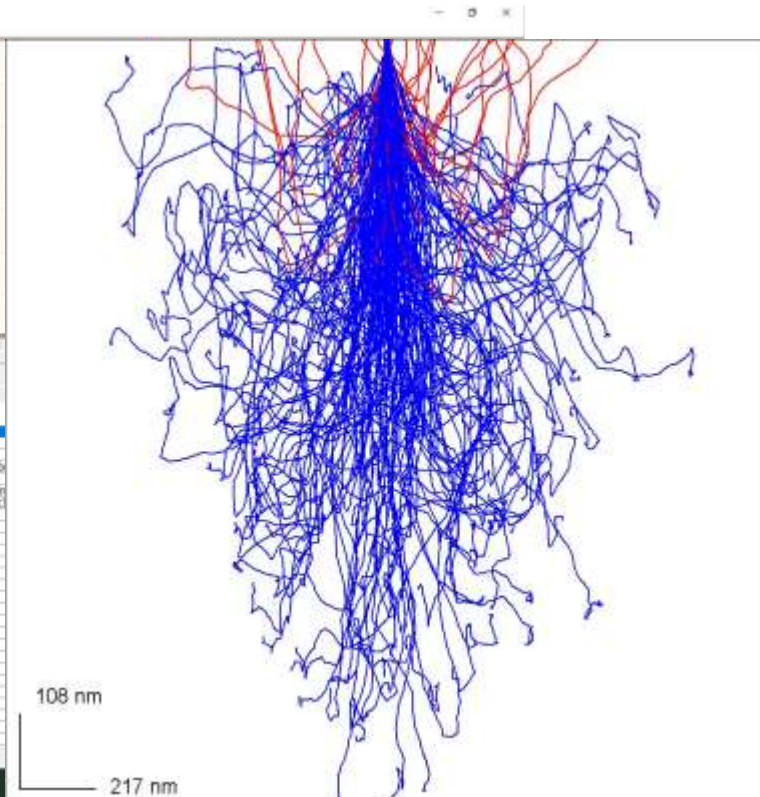
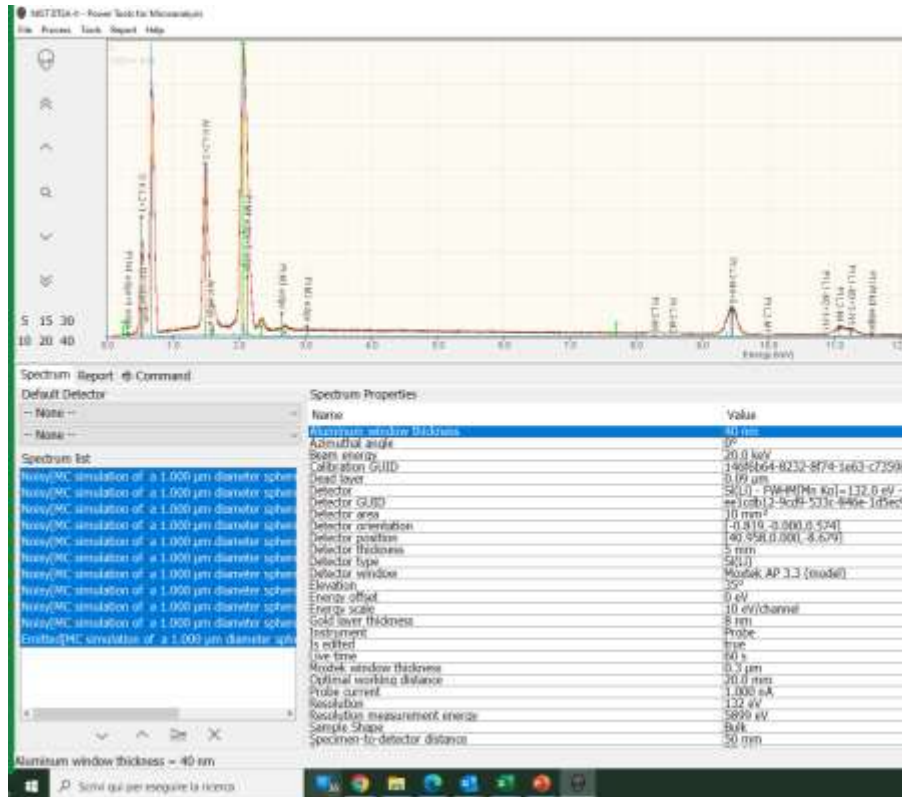
- GIMP



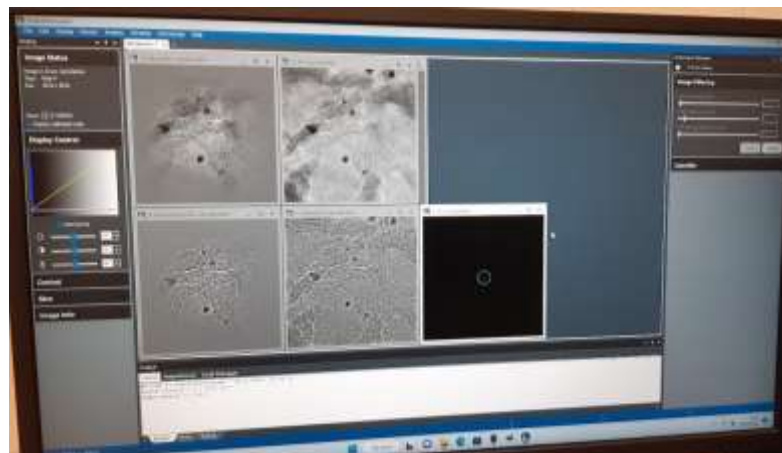
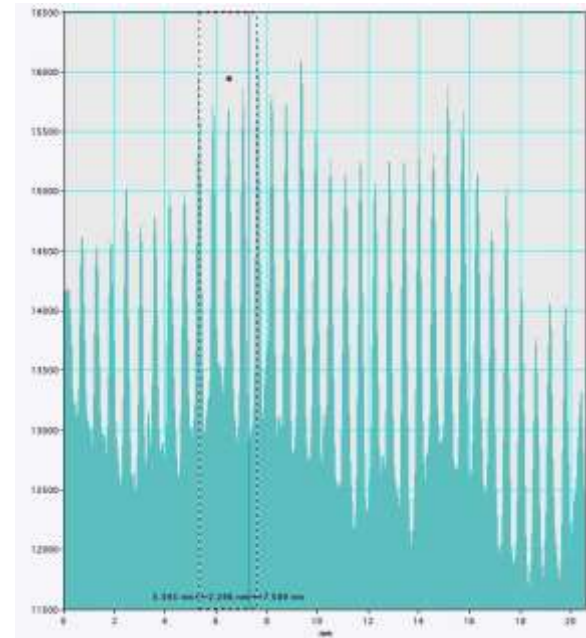
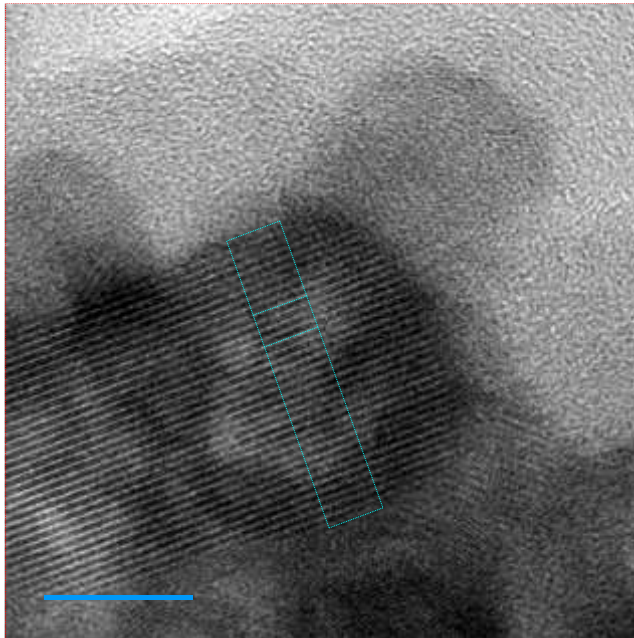
Post-processing: esempio di analisi EDS e simulazione su materiali

NIST DTSA -II

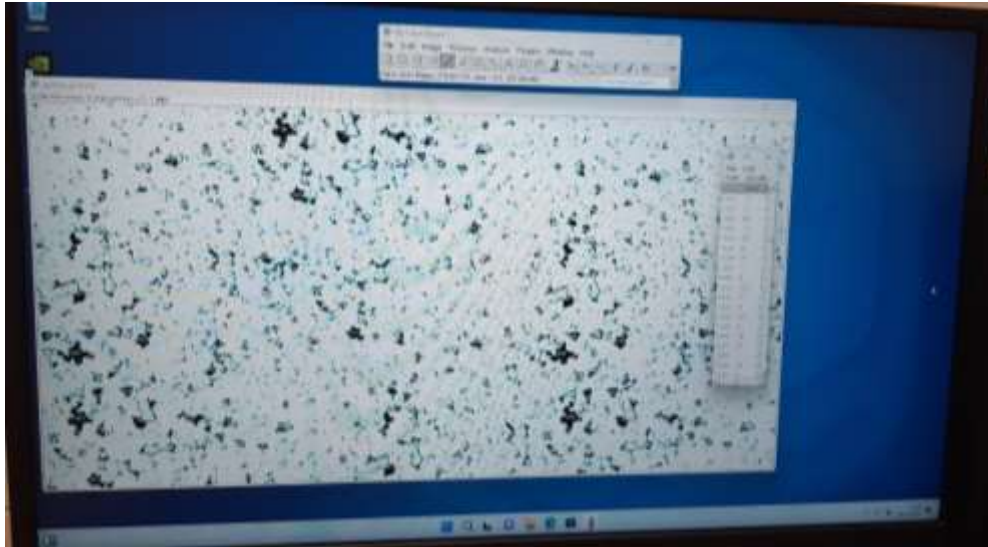
Win X-ray



Post-processing: esempio determinazione delle distanze con profilo di grigio



Post-processing: particle size, counting, 3D rendering



Altre strumentazioni locali a supporto

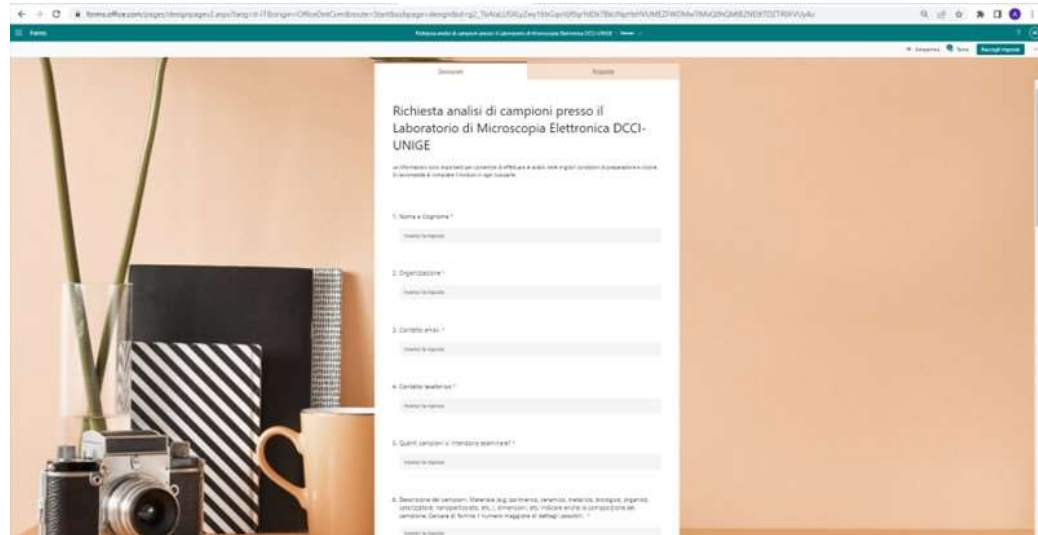
Microscopio elettronico a scansione ad emissione di campo



Modalità di accesso

Le richieste di analisi dovranno pervenire al Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata Elemental tramite **modulo online dedicato** (in fase di attivazione) o email al Responsabile Scientifico ed ai Tecnici.

- E' fondamentale acquisire informazioni sulla natura del campione per identificare le tecniche preparative e di osservazione più adatte.
- L'uso delle apparecchiature è riservato al Personale addetto. Durante l'osservazione il ricercatore affiancherà il microscopista.



The image shows a web browser window displaying a form titled "Richiesta analisi di campioni presso il Laboratorio di Microscopia Elettronica DCCI-UNIGE". The form is set against a background image of a desk with a camera, a mug, and a notebook. The form contains the following fields:

1. Nome e Cognome *
2. Organizzazione *
3. Contatto email *
4. Contatto telefonico *
5. Quanti campioni e in che formato sono? *
6. Descrizione dei campioni: Spessore foglio, materiale, formato, natura, dimensioni, numero di strati, dimensioni, etc. Indicare anche la sorgente del campione. Contare il numero di strati e il numero di strati di supporto. *

I campioni per le prove dovranno pervenire presso la sede in contenitori opportuni, ben chiusi, facilmente identificabili e franco di ogni spesa.

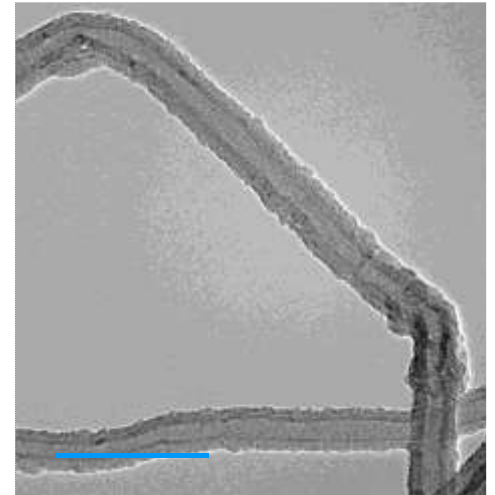
Il tempo necessario per l'esecuzione delle prove e delle analisi è funzione della tipologia e del numero di campioni da analizzare e verrà comunicato successivamente alla ricezione dei campioni.

Gli utenti che usufruiscono del Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata Elemental sono tenuti a citare l'utilizzo della strumentazione riconoscendo il supporto da parte del progetto POR FESR Elemental nelle eventuali pubblicazioni o documenti di pubblica divulgazione.

Utenza

Il Laboratorio di Microscopia Elettronica Avanzata – Elemental si pone a supporto delle attività tecnico scientifiche degli operatori accademici ed economici sul territorio ligure e nazionale.

- Ricercatori universitari dell'Ateneo Genovese
- Ricercatori universitari di altri Atenei
- Ricercatori di altri enti pubblici di ricerca e consorzi
- Utenti e ricercatori di Enti Pubblici
- Utenti e ricercatori di Imprese a società private



Il laboratorio Elemental di microscopia elettronica avanzata supporta le [attività didattiche](#) dell'Università di Genova e promuove la formazione nell'ambito della microscopia elettronica

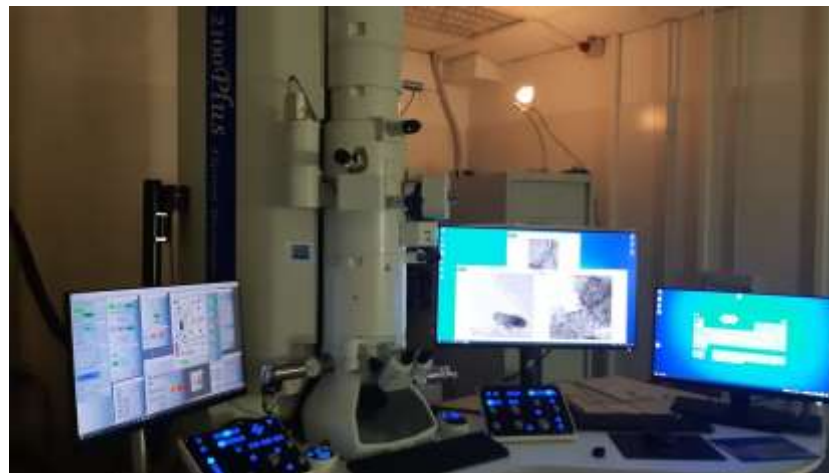
Operatività

- Programmazione & upgrade
- Progetti di ricerca
- Tariffario

Familiarizzazione
e acquisizione
delle metodologie
di gestione del
TEM

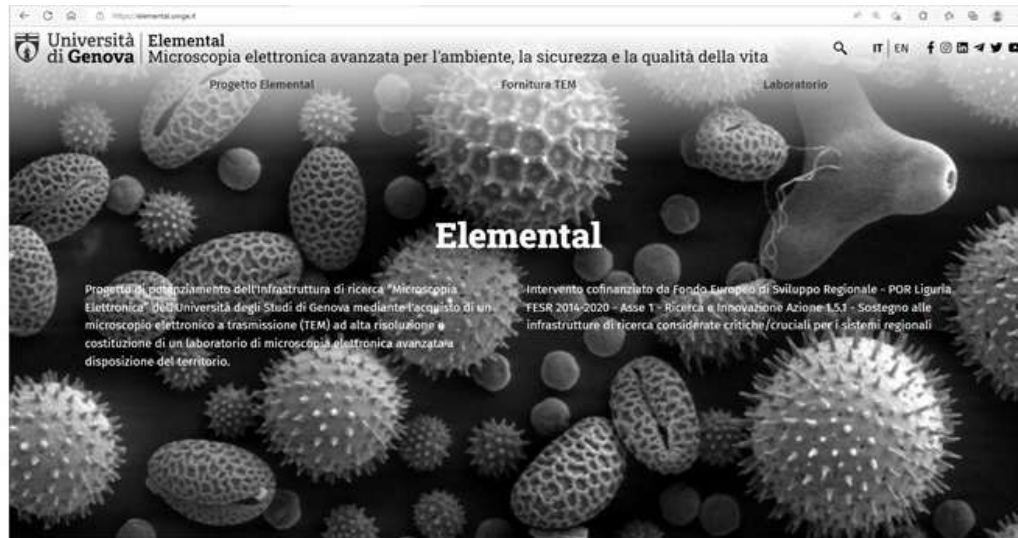
Verifica di
protocolli di
preparazione

Evento di
apertura
inaugurale e
accettazione
campioni



Sito web e news

<https://elemental.unige.it/>



Contatti & informazioni



Per informazioni sui servizi del
Laboratorio di Microscopia Elettronica

Antonio Comite

Tel: 010-353 6197

Email: antonio.comite@unige.it

Laura Negretti & Omar Soda

Tel: +39 010 353 8755/8716



UNIONE EUROPEA



REPUBBLICA ITALIANA



REGIONE LIGURIA



FESR

POR Liguria FESR 2014-2020

Asse 1 - Ricerca e Innovazione Azione 1.5.1

- Sostegno alle infrastrutture di ricerca considerate critiche/cruciali per i sistemi regionali.

Grazie



**Università
di Genova**

