

“Aplicaciones de Microscopia Electrónica de Transmisión (TEM)”

Sebastián Collins

Breve historia de un TEM.....

PROYECTO 2015



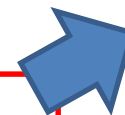
PROVINCIA DE SANTA FE
Secretaría de Estado de Ciencia, Tecnología e Innovación

SEGUNDA CONVOCATORIA 2015
AGENCIA SANTAFESINA DE CIENCIA, TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN.
INSTRUMENTO EQUIPAMIENTO DE ALTA COMPLEJIDAD - APOYO A LA
INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y TRANSFERENCIA DE TECNOLOGÍAS AL SISTEMA
SOCIO-PRODUCTIVO

PROYECTOS SELECCIONADOS PARA SU FINANCIAMIENTO

AC-2015-0006	Facultad de Ingeniería Química - UNIVERSIDAD NACIONAL DEL LITORAL (UNL)
AC-2015-0010	Centro de Estudios Fotosintéticos y Bioquímicos (CEFOBI). CONICET-UNR - CONICET Centro Científico Tecnológico - Rosario
AC-2015-0002	Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica Ing. José Miguel Parera• (INCAPE). CONICET-UNL - CONICET Centro Científico Tecnológico - Santa Fe
AC-2015-0007	Centro Regional Rafaela - INTI

“eran 550.000 dólares”



I N T E C



Breve historia de un TEM.....



INTEC



Breve historia de un TEM.....



Breve historia de un TEM.....

JEOL Modelo JEM-2100 plus

Características:

- Cañón de electrones con filamento de hexaboruro de lantano (LaB6)
- Voltaje de aceleración máxima de 200 kV, con control de paso y voltaje mínimo de 20 kV
- Unidad de barrido (STEM)
- Lente objetiva que permite ultra alta resolución (0,19 nm)
- Detectores incorporados para obtener imágenes en los siguientes modos: campo brillante (HREM), campo oscuro anular de alto ángulo (HAADF-TEM), campo oscuro (DF) y campo brillante (BF) con resolución de 0,5 nm.



Breve historia de un TEM.....

MINISTERIO DE
CIENCIA, TECNOLOGÍA E
INNOVACIÓN PRODUCTIVA

4 de Enero 3508 2º Piso
3000 - Santa Fe

Tel. 342 – 4815715
www.santafe.gob.ar



MINISTERIO DE CIENCIA, TECNOLOGÍA E INNOVACION PRODUCTIVA

AGENCIA SANTAFESINA DE CIENCIA, TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN

ANEXO – Proyectos adjudicados convocatoria “Mejora de Servicios Tecnológicos 2017”

MST- 2017-	Ampliación de las capacidades	\$ 2.700.000	CONICET Centro Científico	Instituto de Física del Litoral (IFIS	FUNDACION INNOVA-T
---------------	-------------------------------------	--------------	-----------------------------------	---	-----------------------



“eran 100.000 dólares”

I N T E C



Breve historia de un TEM.....

JEM-2100Plus

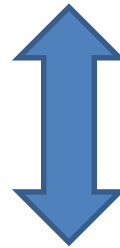


OXFORD AZTEC ENERGY TEM MICROANALYSIS SYSTEM

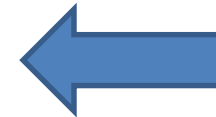


SERVICIO DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

El Servicio Centralizado de Grandes Instrumentos (**SeCeGrIn**)
CCT-CONICET Santa Fe



Sistema Nacional de Microscopia



Turnos

COMITE de SEGUIMIENTO ACADEMICO

- Dra. Alicia Boix (INCAPE) -Coordinadora
- Dr. Sebastián Collins (INTEC)- Director Plan de Gestión
- Dr. Ricardo Vidal (IFIS)
- Dra Romina Ghirardi (INALI)
- Dra. Virginia Parachu (ICIVET)

GRUPO DE OPERACIÓN, ADMINISTRACIÓN Y MANTENIMIENTO

Operación: Ing. Fabio Fontanarrosa
Administración. Lic. Diana Pedulli
Mantenimiento: Héctor Ortiz

JEOL 2100 Plus

Specifications

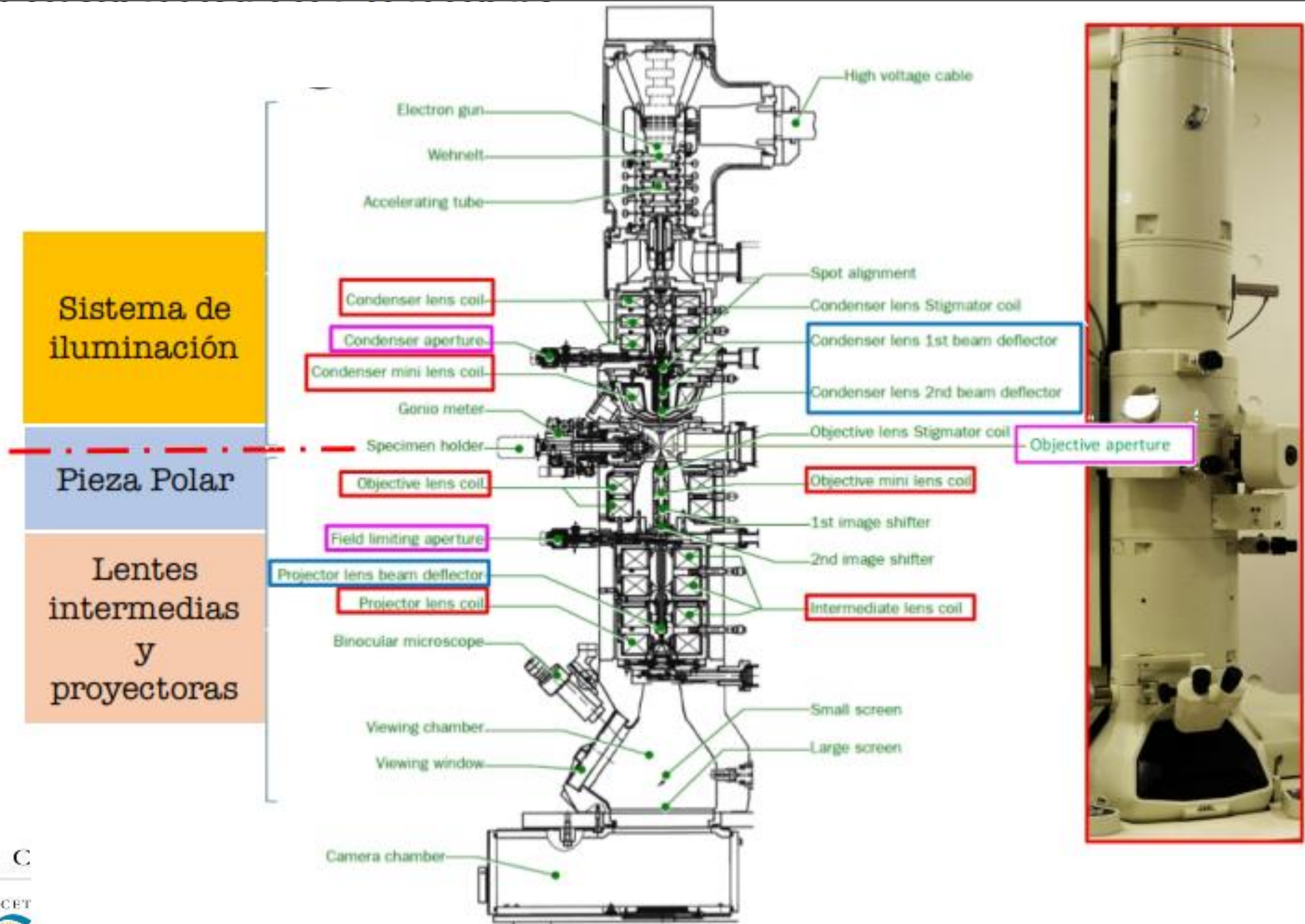
Configuration	Ultrahigh resolution* ¹ (UHR)	High resolution* ¹ (HR)	High specimen tilt* ¹ (HT)	Cryo* ¹ (CR)	High contrast* ¹ (HC)
Resolution(nm)					
Point	0.194 nm	0.23	0.25	0.27	0.31
Lattice	0.14 nm	0.14	0.14	0.14	0.14

*1 : Specify either configuration (UHR, HR, HT, CR or HC) when ordering the JEM-2100Plus.

- **MODULO STEM**
- **Detectores BF, DF, HAADF**
- **2 Portamuestras: single tilt y doble-tilt (Be para EDS)**
- **EDS Oxford**



JEOL 2100 Plus



Por qué electrones?

Resolución: La distancia más pequeña que se puede resolver

Microscopia de Luz Visible

Criterio de Rayleigh

$$r = \frac{0.61\lambda}{\mu \sin \beta} = \frac{0.61\lambda}{NA \sim 1} = 0.61\lambda$$

r : resolución

λ : longitud de onda

μ : índice de refracción del medio

β : semi-ángulo de colección de las lentes

NA : Apertura numérica

Luz visible : $\lambda = 550 \text{ nm}$ (verde)
 $r \approx 300 \text{ nm}$

$300 \text{ nm} \simeq 1000$ 

¿Cómo podemos mejorar la resolución?

Reduciendo λ

Por qué electrones?

IMPORTANTE:

No podemos construir un microscopio electrónico “perfecto”:

La resolución es peor que la longitud de onda

- Efectos de la Fuente de electrones
- +
• Imperfecciones de las Lentes (Aberraciones)
- +
• Inestabilidades mecánicas

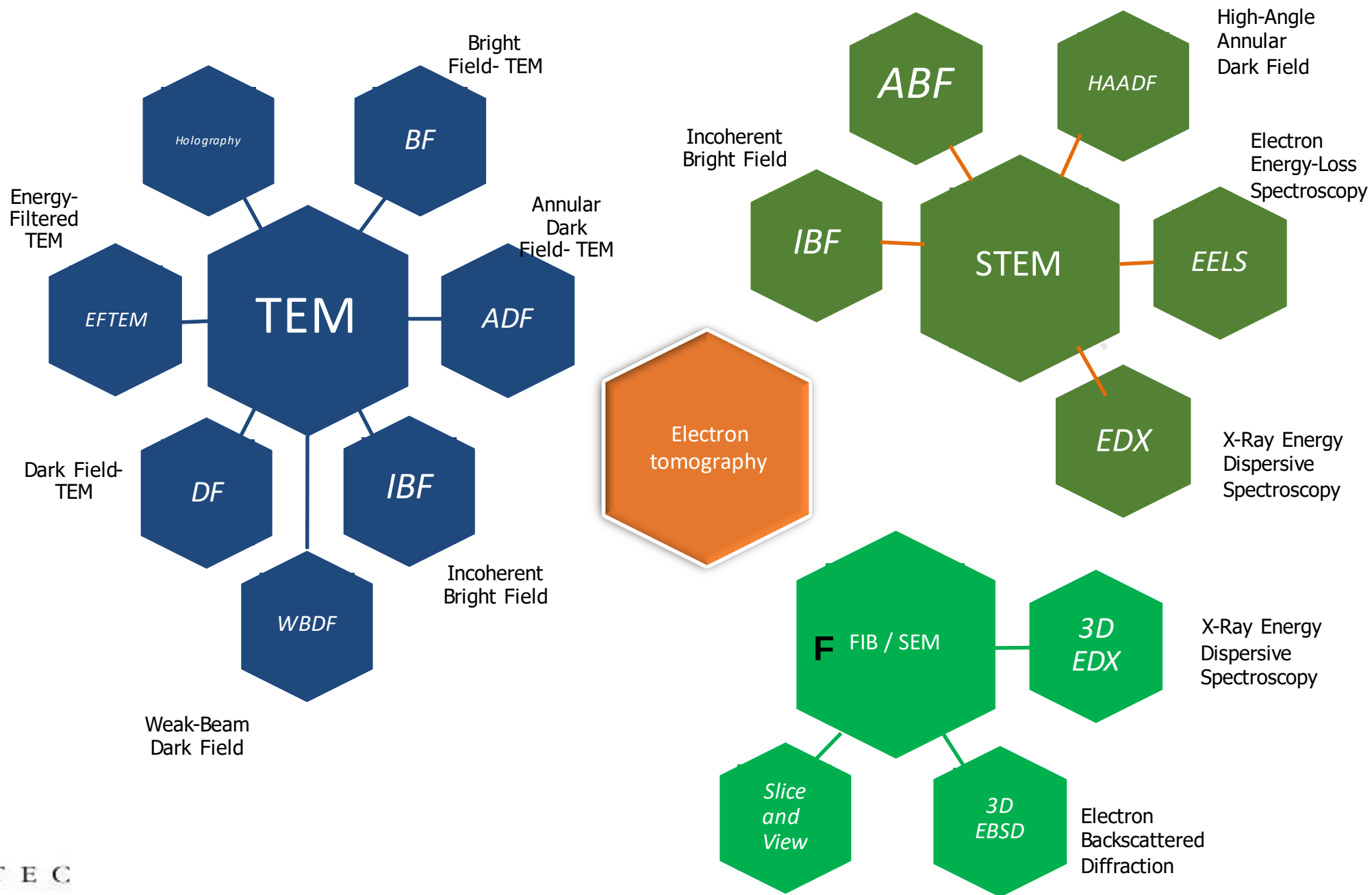
Voltaje de Aceleración (kV)	λ (nm)
100	0,00370
200	0,00251
400	0,00164



- Cañón: LaB_6
- $E = 200 \text{ kV}$
- Pieza Polar: Ultra-High Resolution
- $C_s = 0,5 \text{ mm}$

	0,19000
1000	0,16000
3000	0,14000

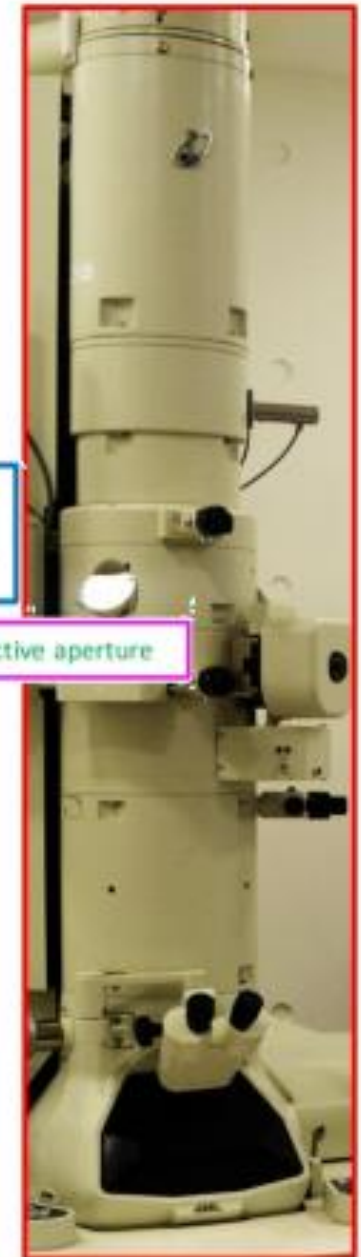
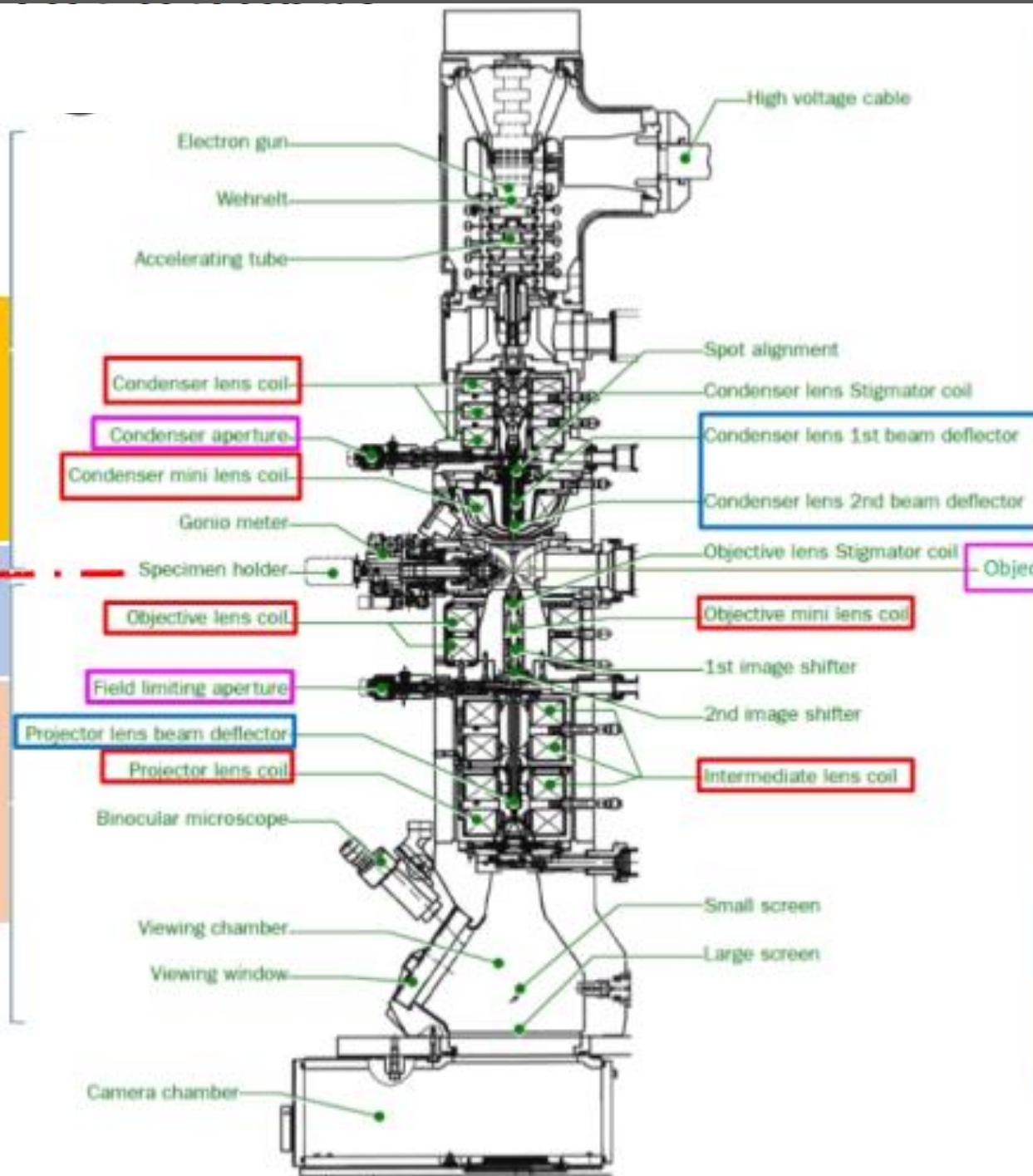
TEM

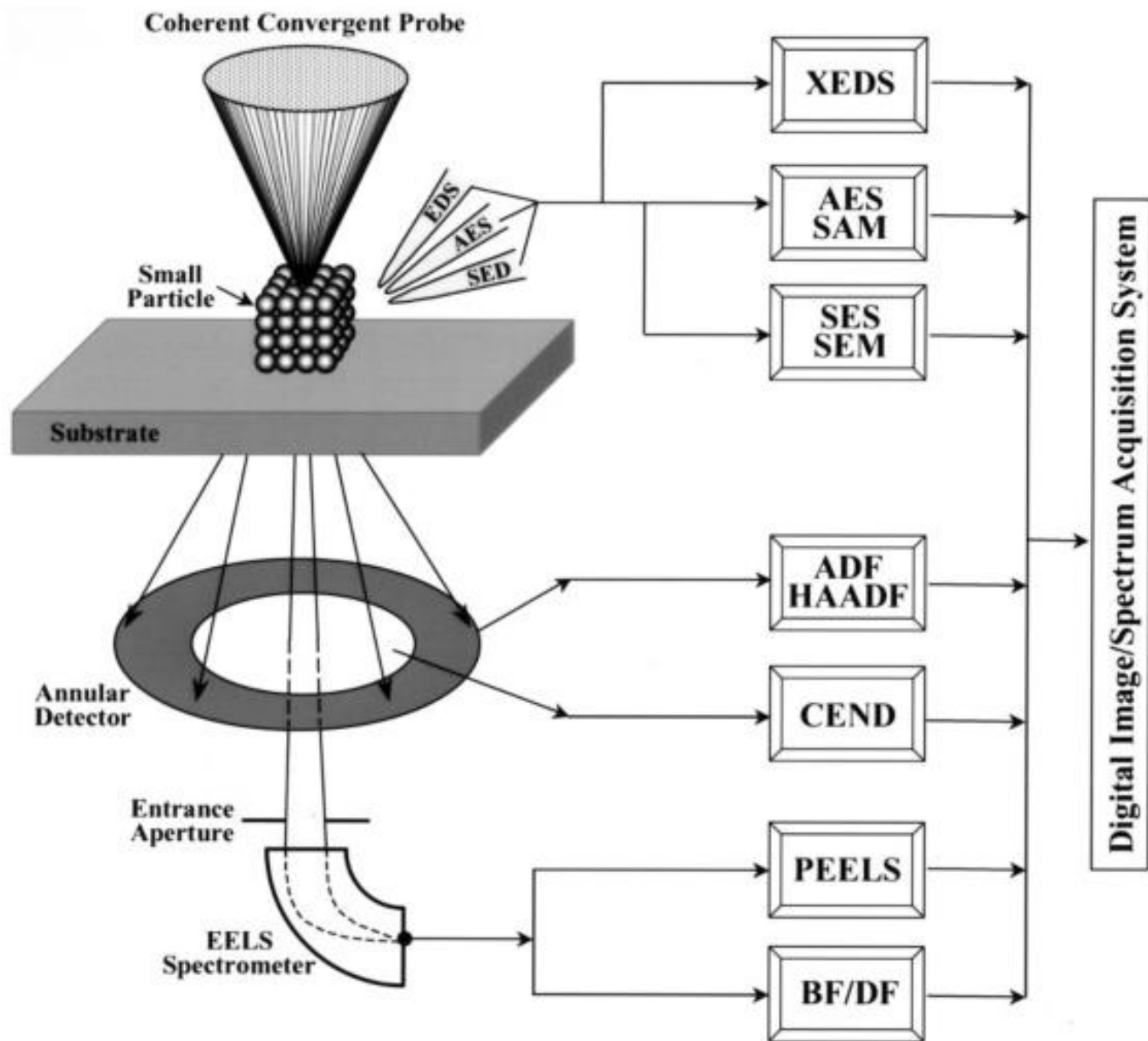


Sistema de
iluminación

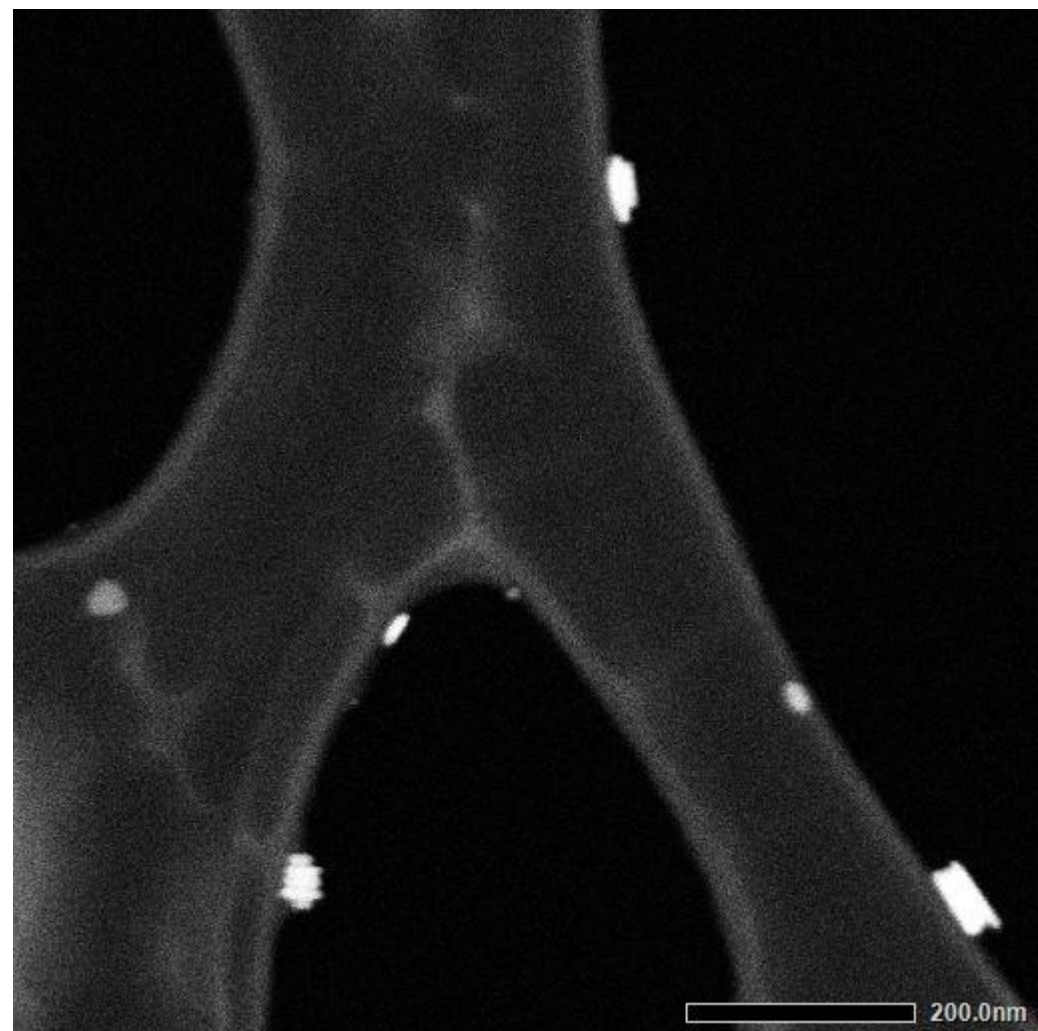
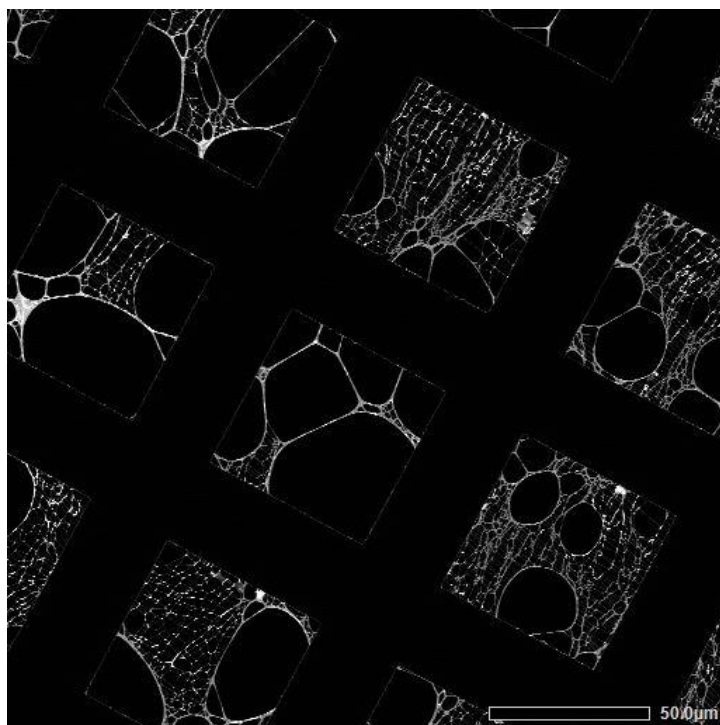
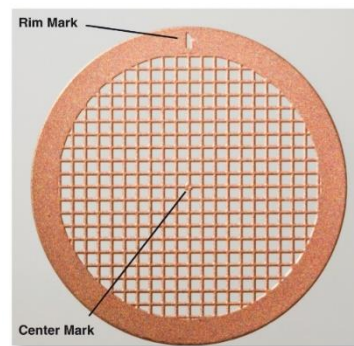
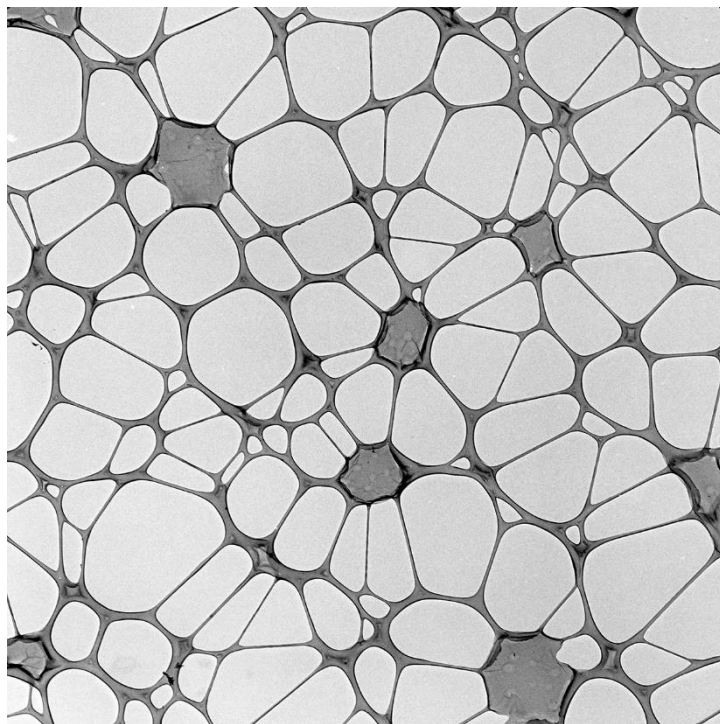
Pieza Polar

Lentes
intermedias
y
proyectoras

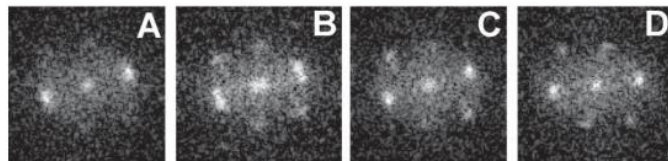
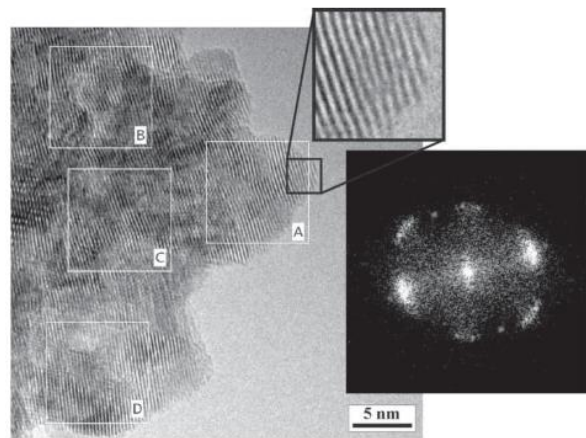
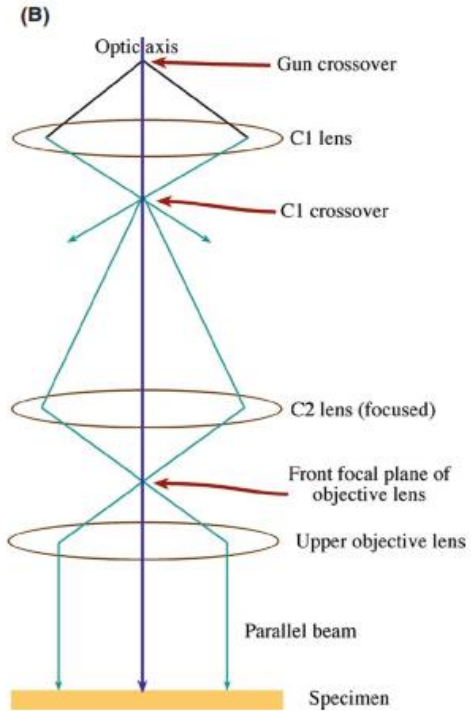




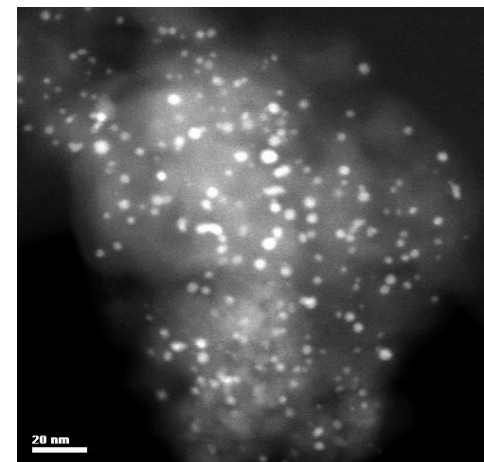
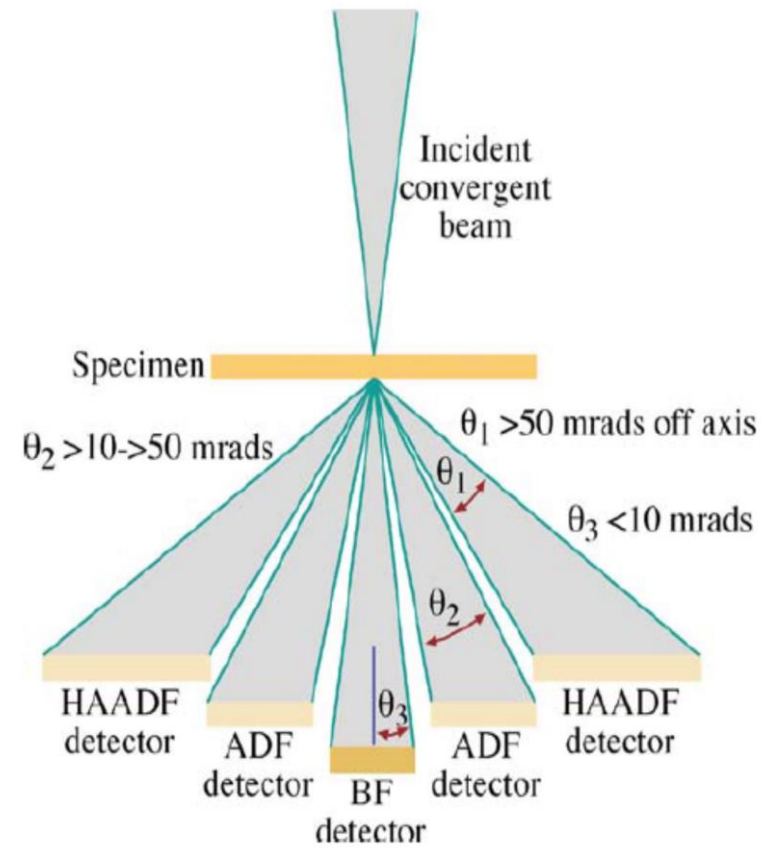
Muestras para TEM



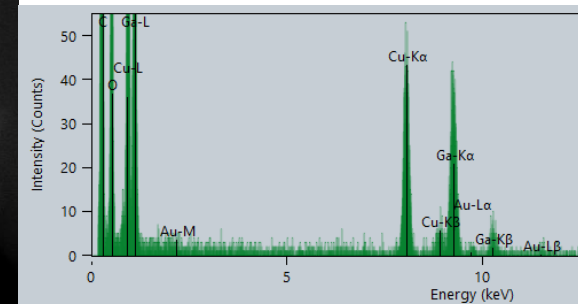
TEM



STEM



EDS



HR-TEM

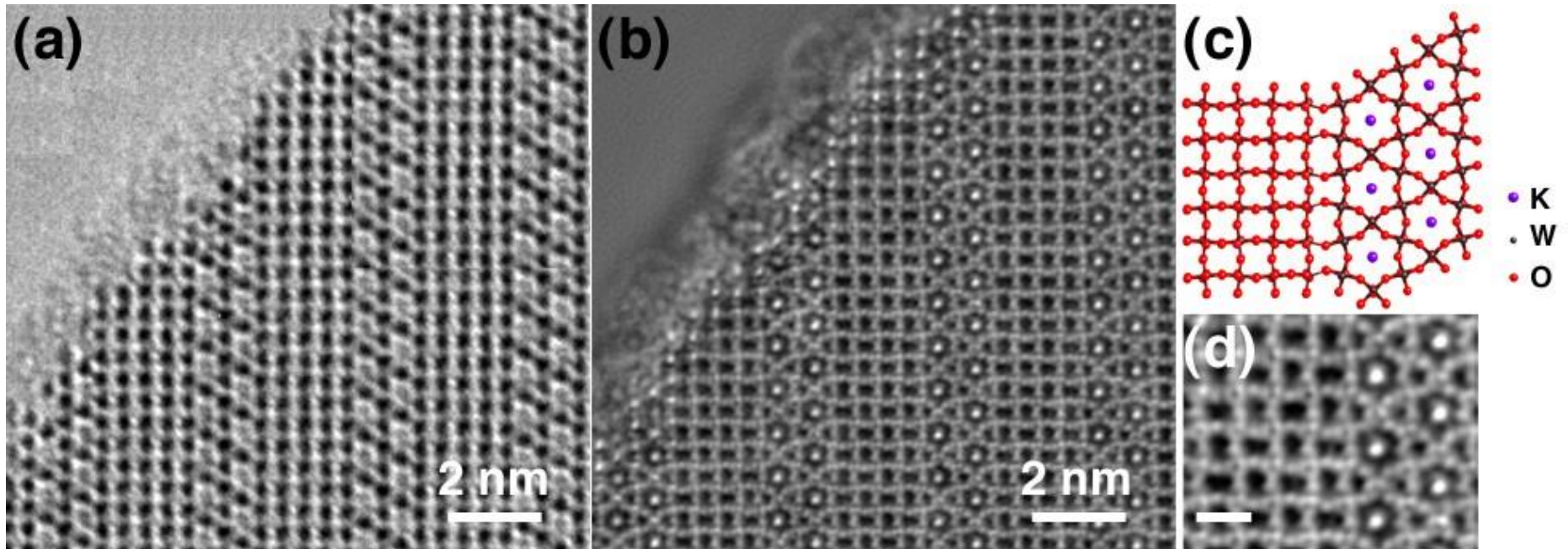
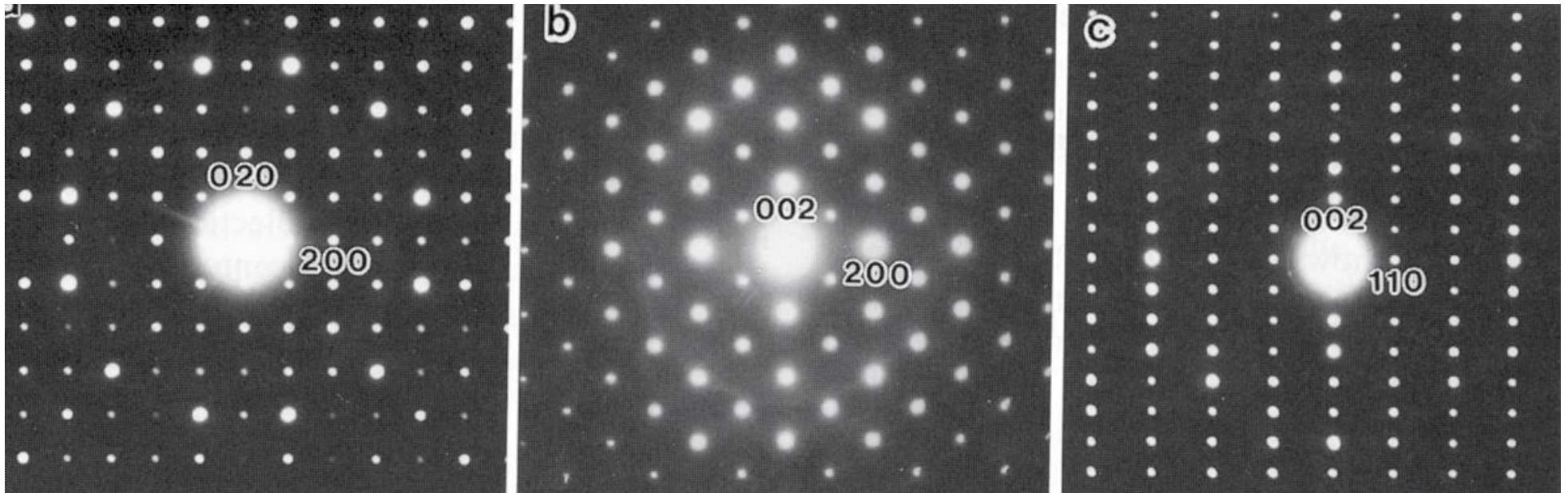


Imagen reticular de $\text{K}_{0.05}\text{WO}_3$

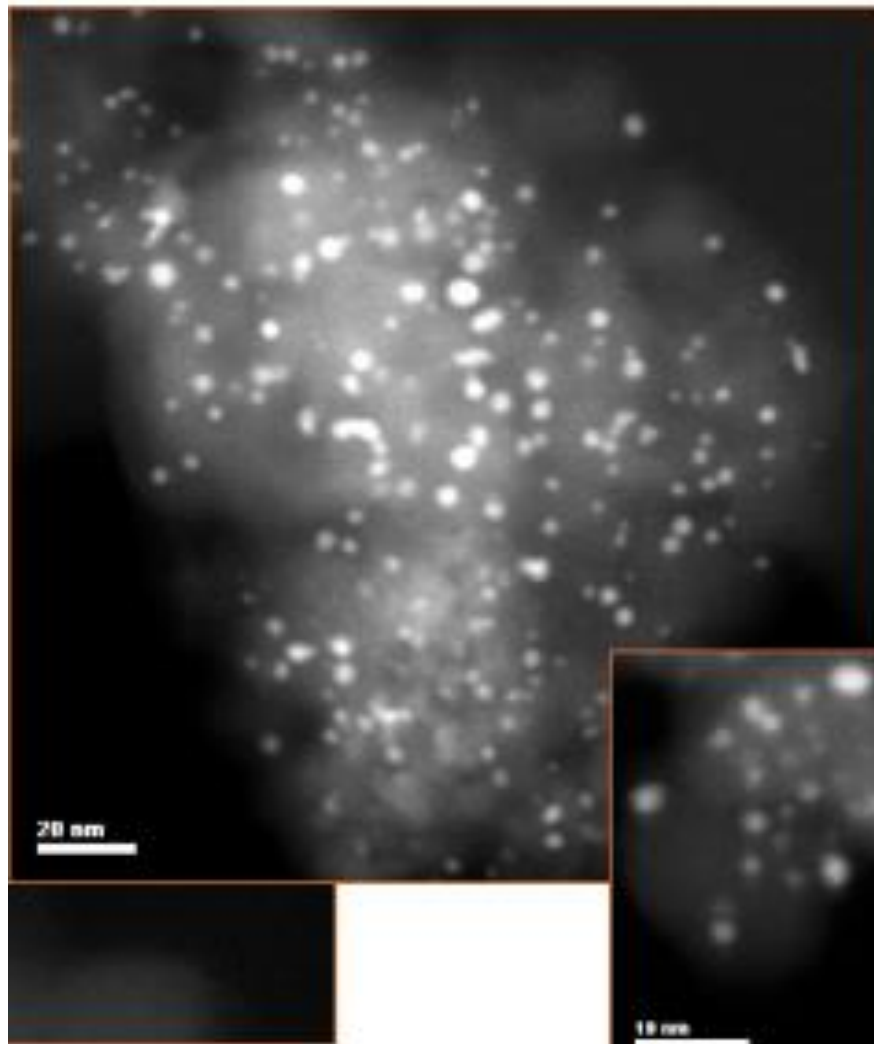
Diffraction Patterns



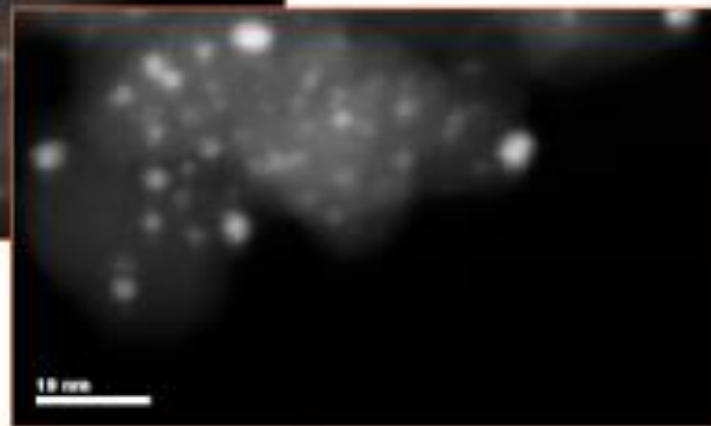
- $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$: Different incident beam directions

Distribución de tamaños de partículas

MODO STEM-HAADF



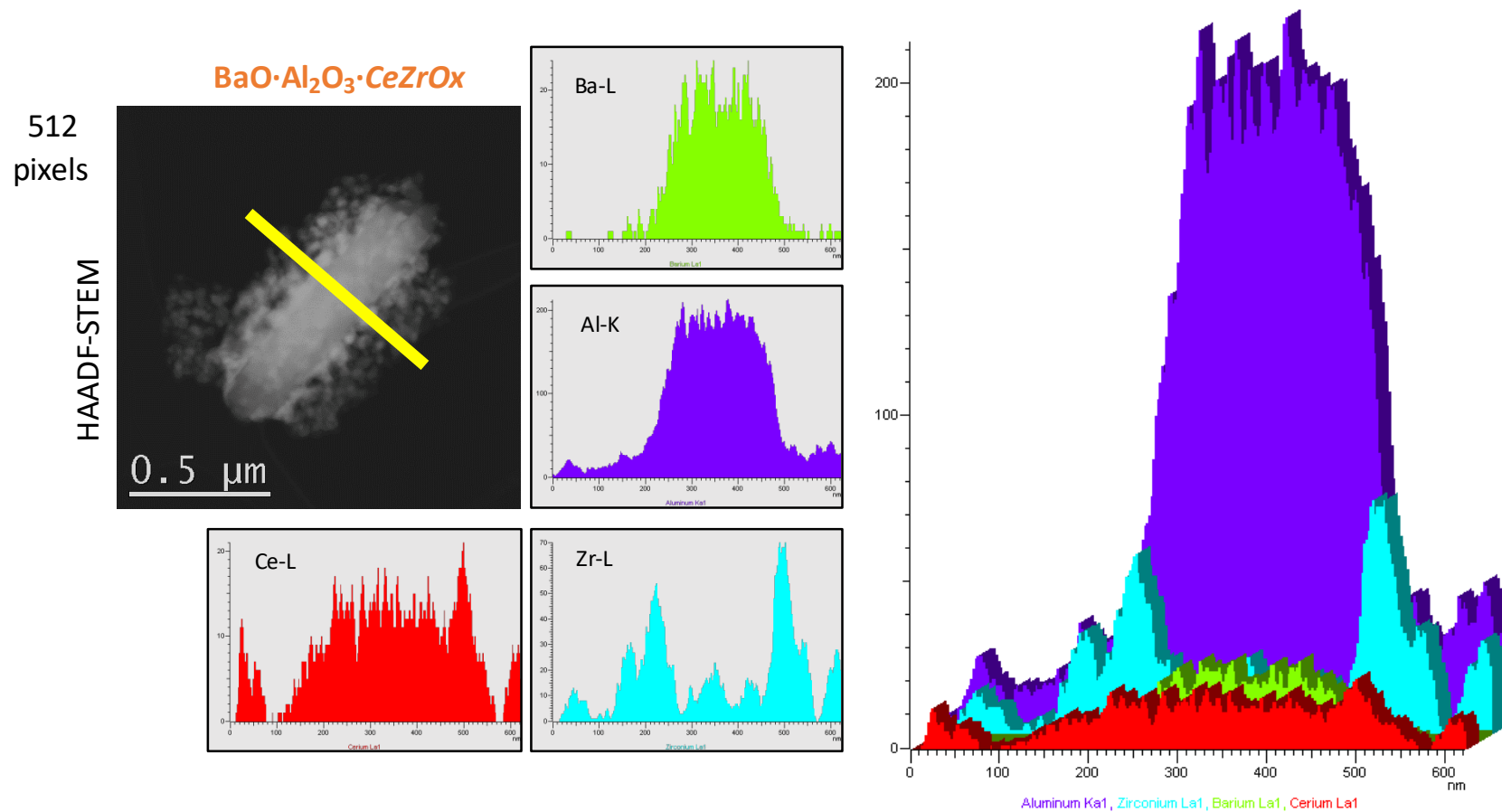
- Variación masa,
- Variación espesor,
- Ambas.



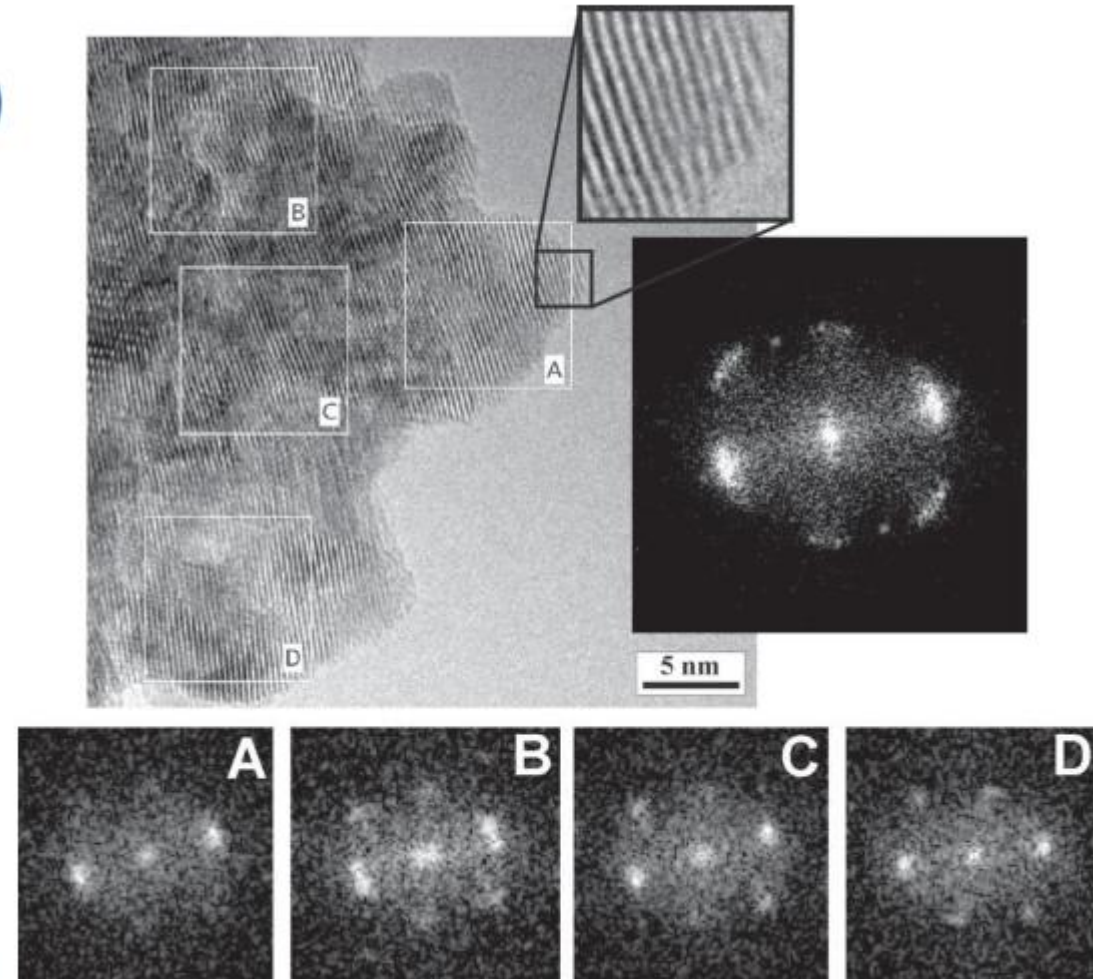
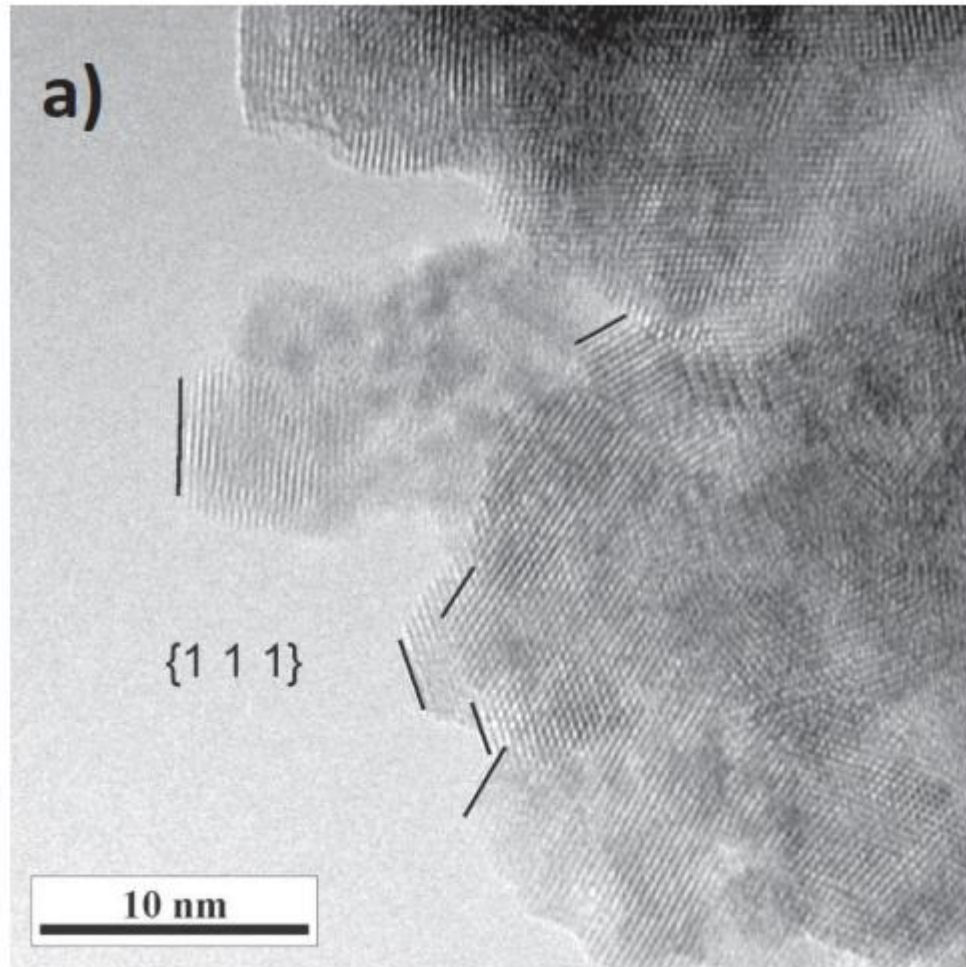
5. MAPAS COMPOSICIONALES

Perfiles de distribución de elementos en una muestra

Distribución de fases en un catalizador



Análisis nano-estructural



EJEMPLO: SiC crecido epitaxialmente sobre membranas de Si.

Patrón de difracción

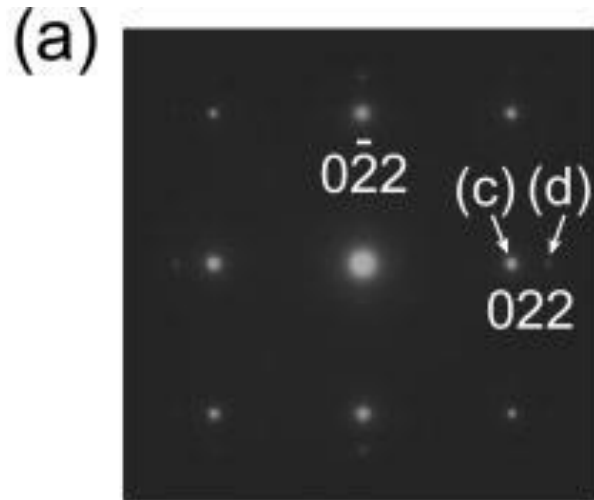
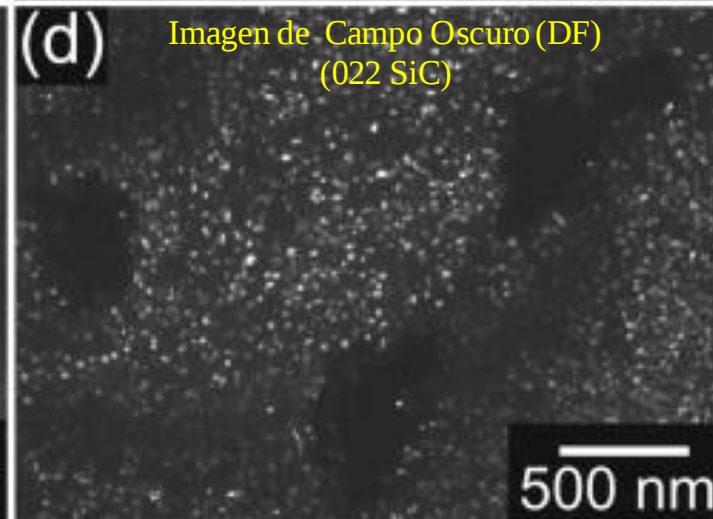
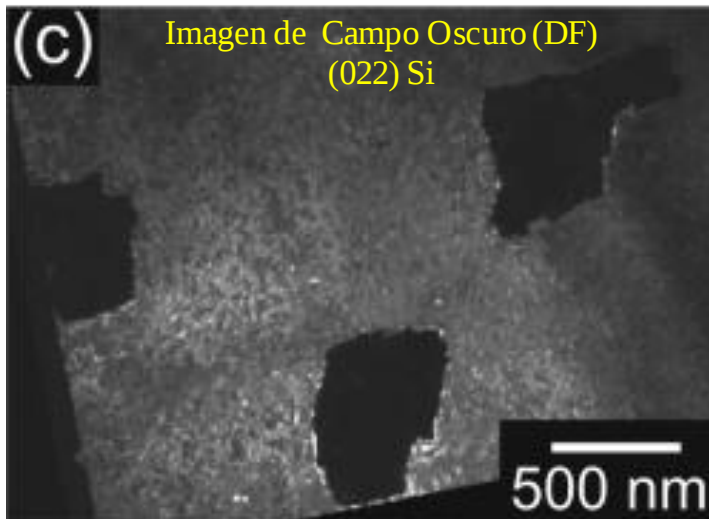
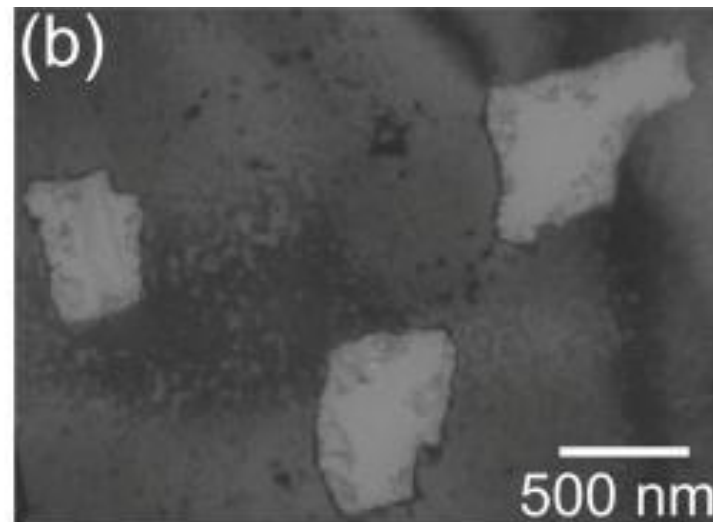
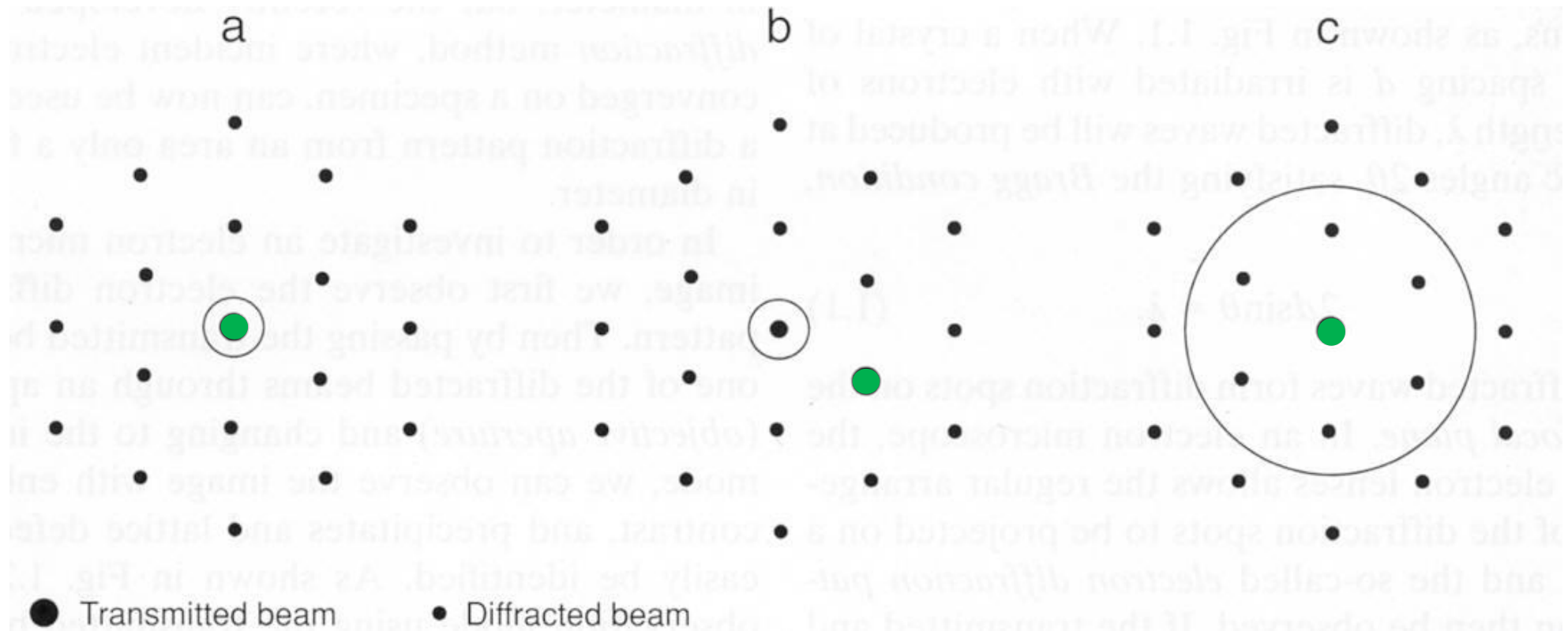


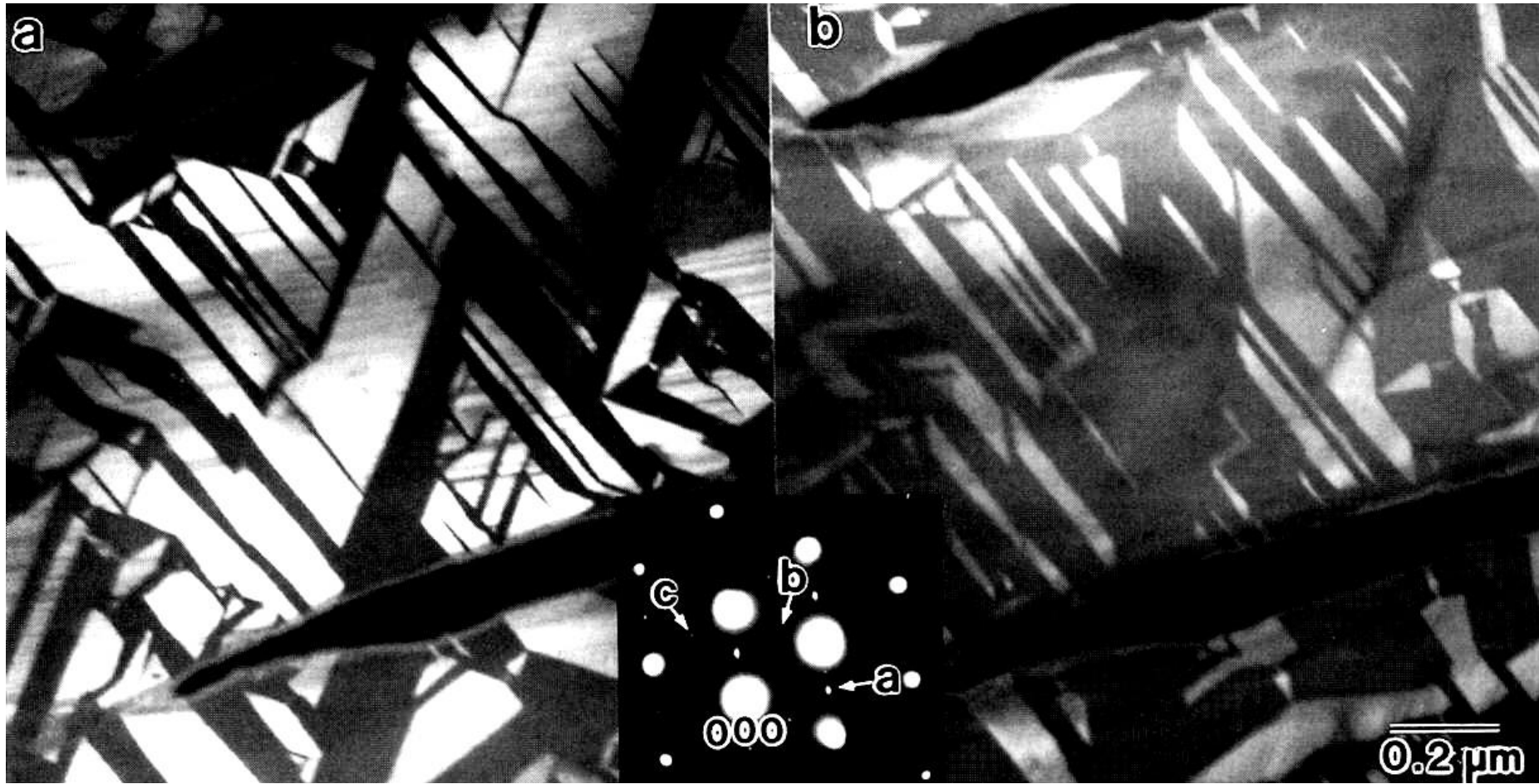
Imagen de Campo Brillante (BF)



Three observation modes

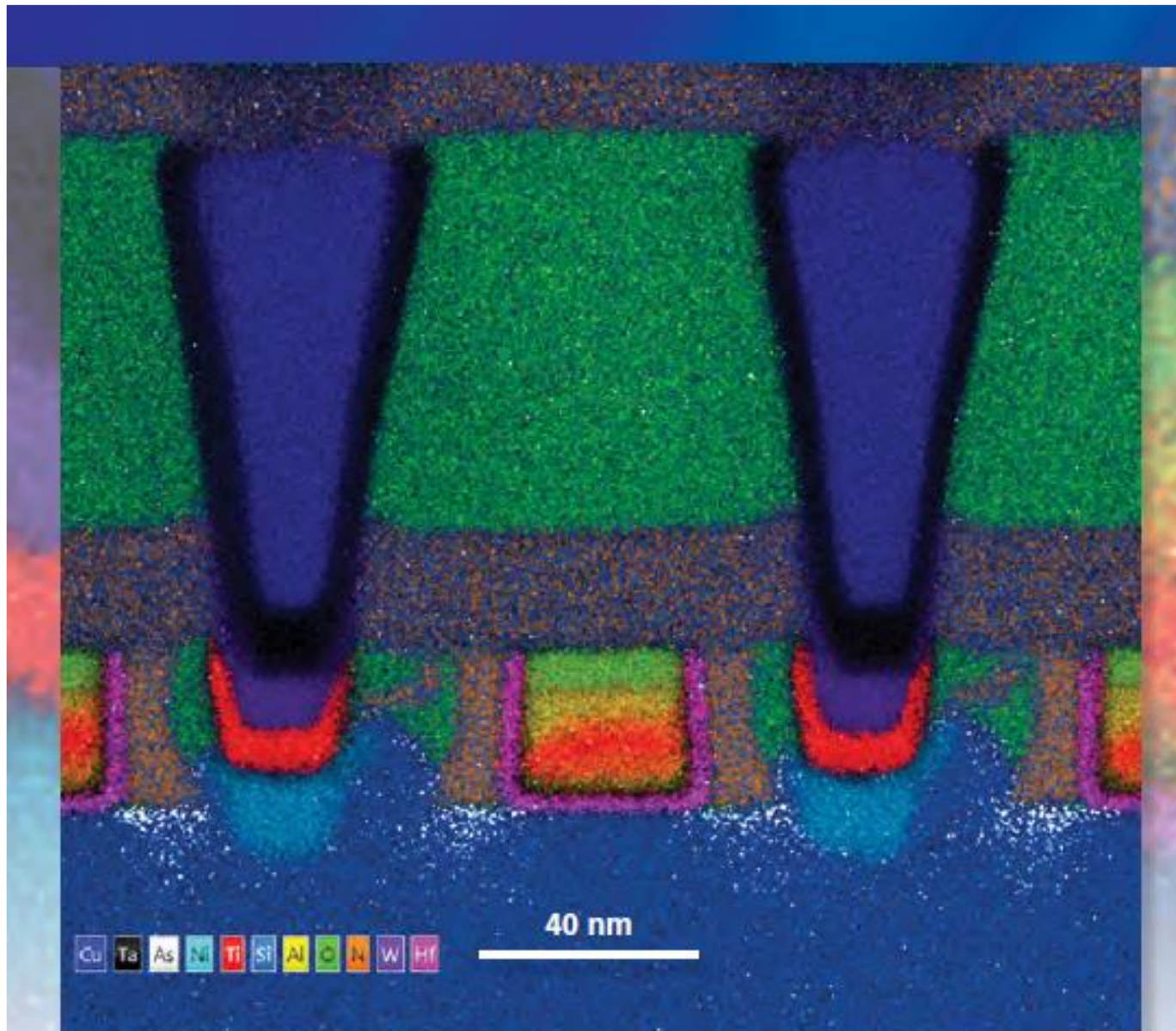


Bright field, Dark field and High Resolution images

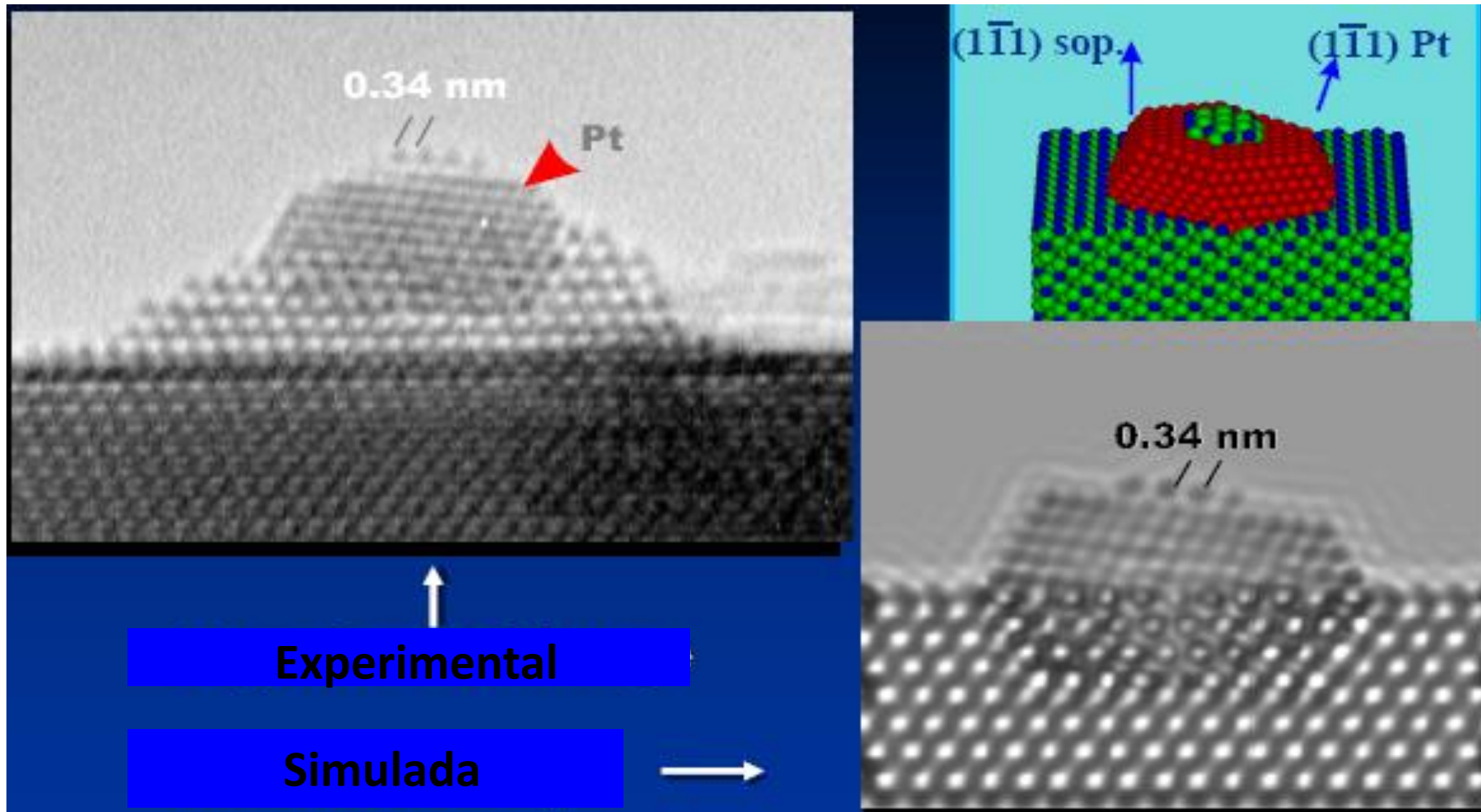


- Super lattice reflections

STEM + EDS = Mapeo químico



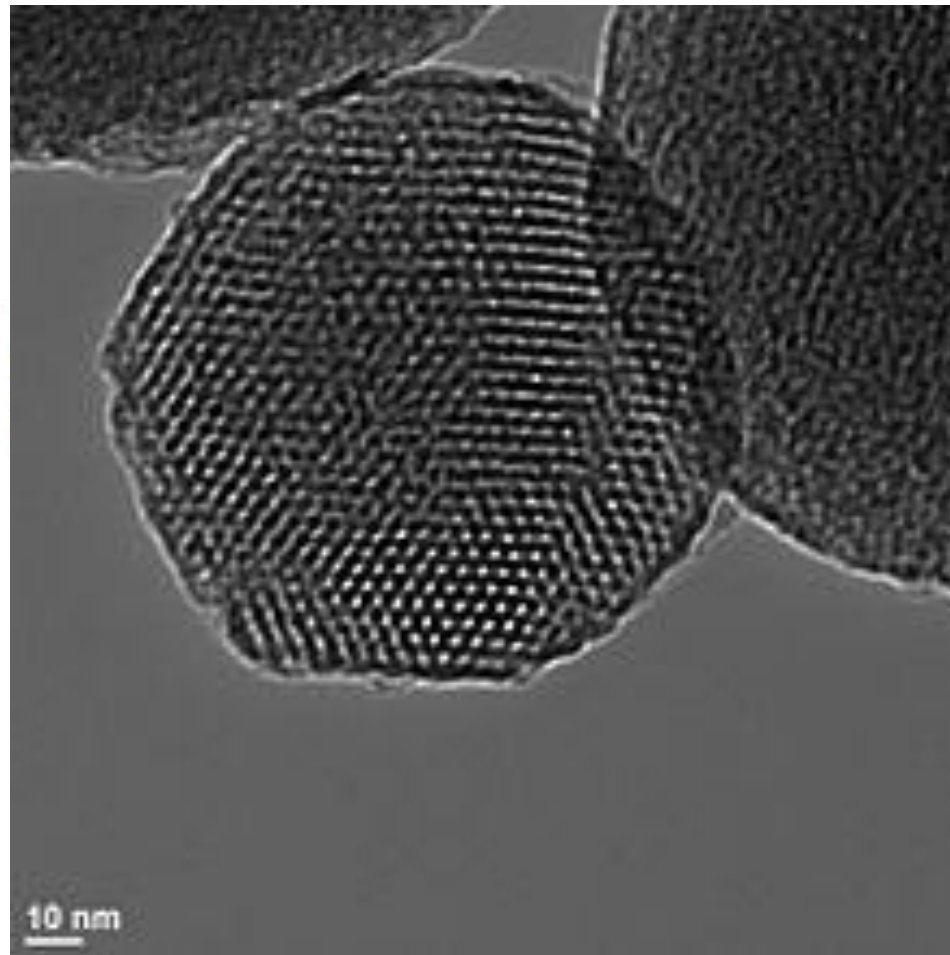
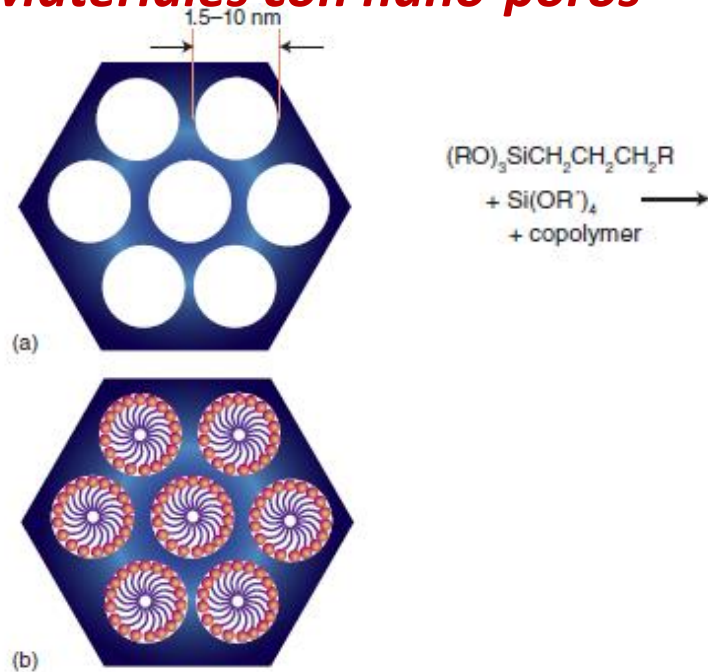
Nanopartículas



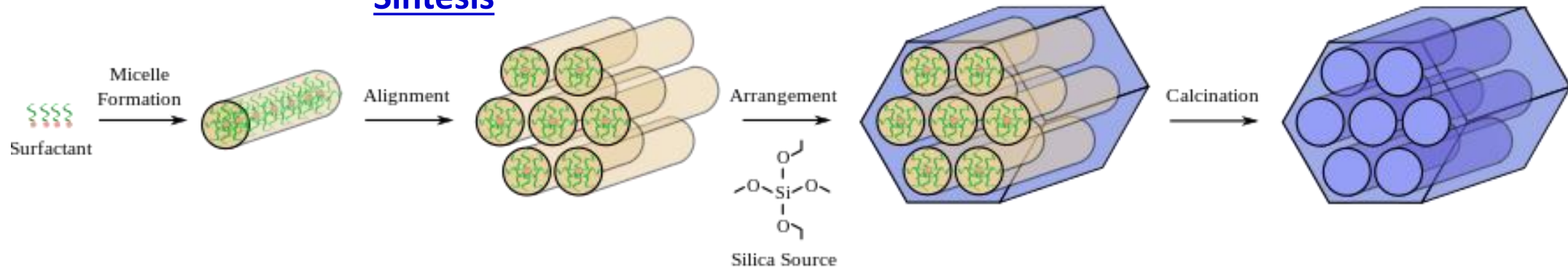
Cortesía: Prof. Calvino (Cádiz, España)

Nanomateriales

Material con nano-poros

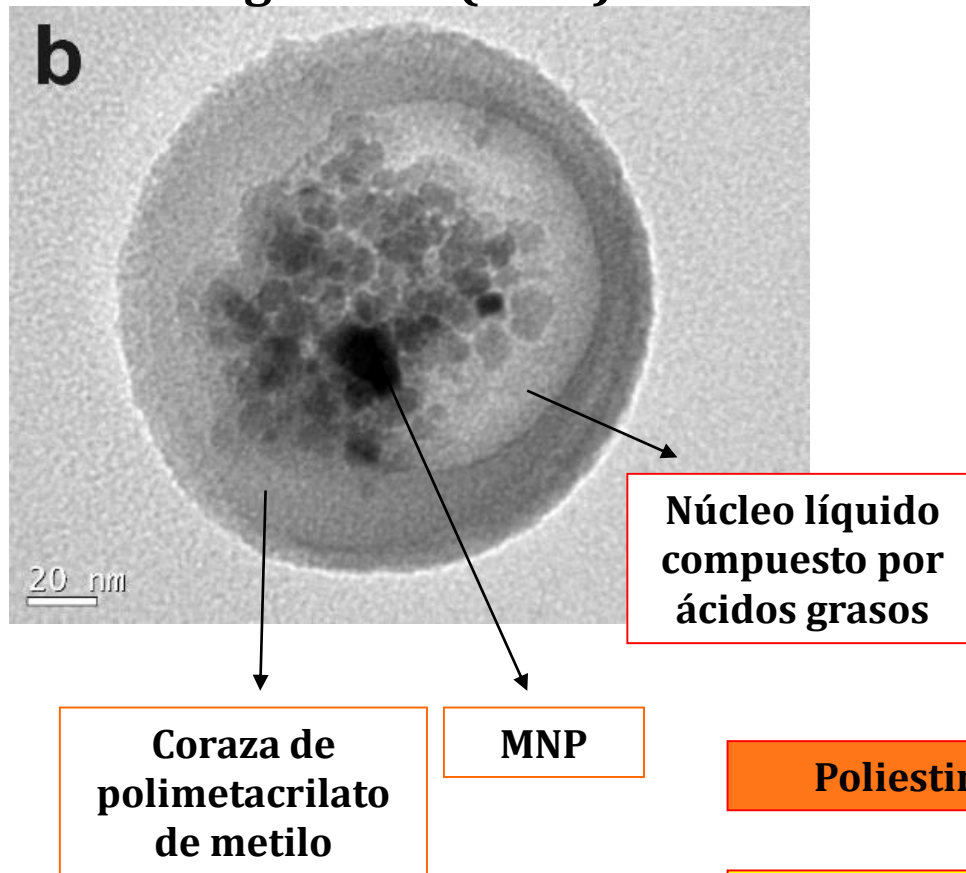


Síntesis



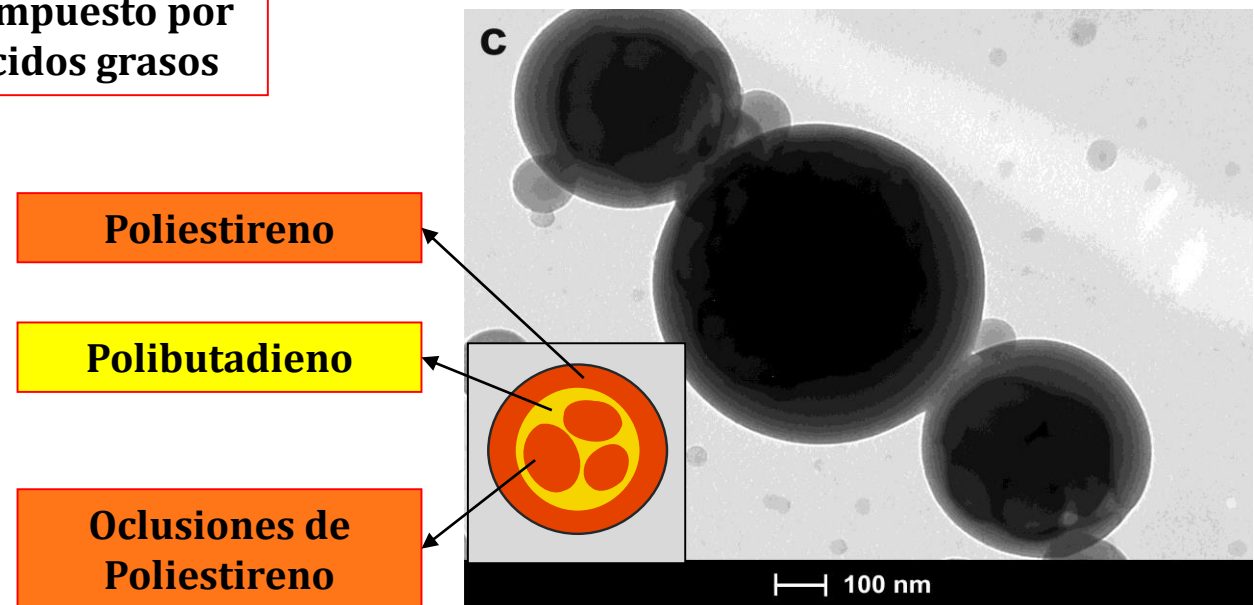
Nanomateriales

Nanocapsulas poliméricas con incorporación de nanopartículas magnéticas (MNP)



Partículas híbridas Poliestireno - Polibutadieno

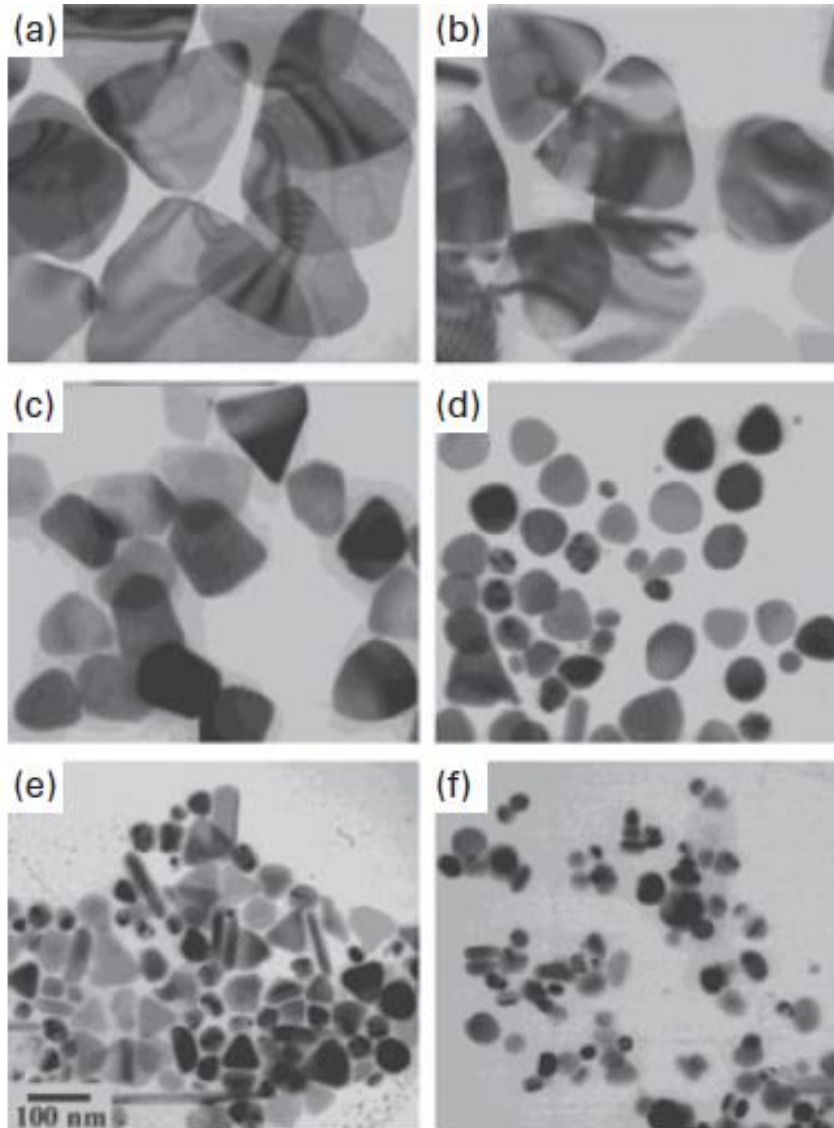
Las partículas presentan una fase interna de Polibutadieno con múltiples oclusiones de Poliestireno



Tinción positiva con OsO_4

Nanopartículas Metálicas

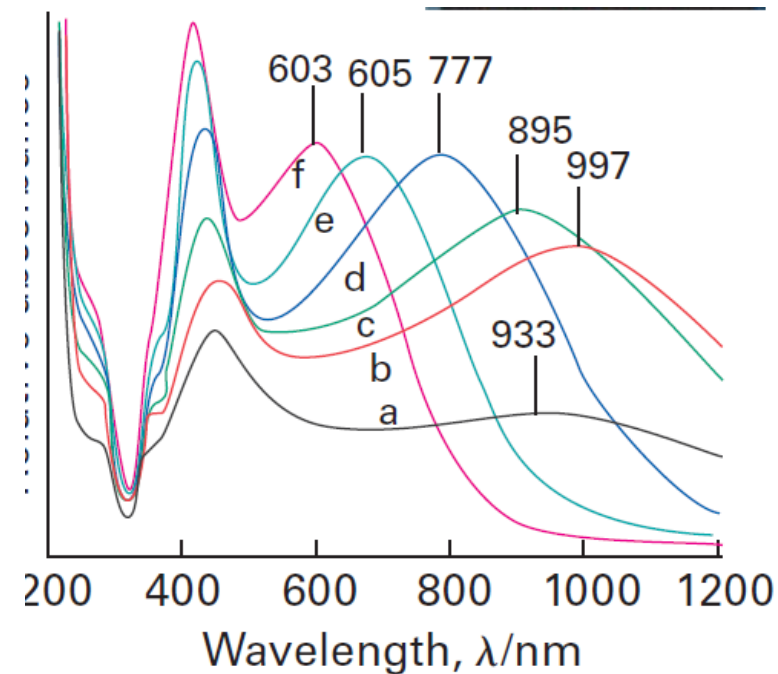
Imágenes TEM de nanoplatos de Ag



Los colores de las nanopartículas metálicas dispersas en un medio dieléctrico están dominados por la absorción plasmónica de superficie localizada, la oscilación colectiva de los electrones en la interfase metal-dieléctrica.

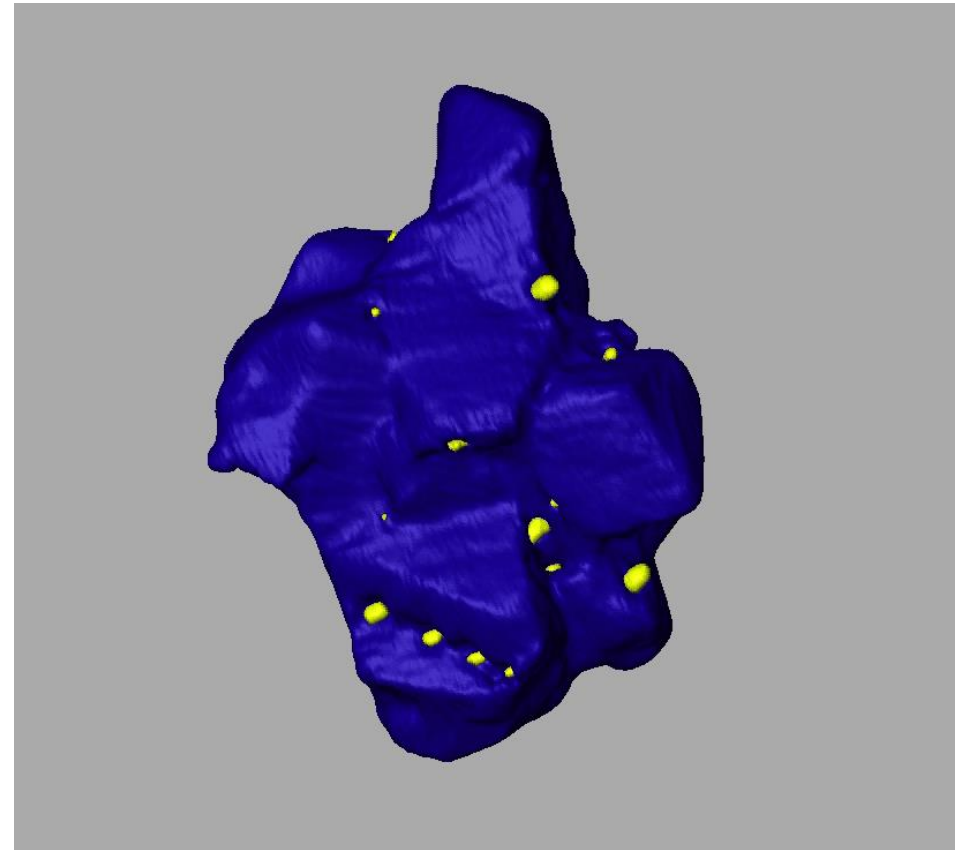
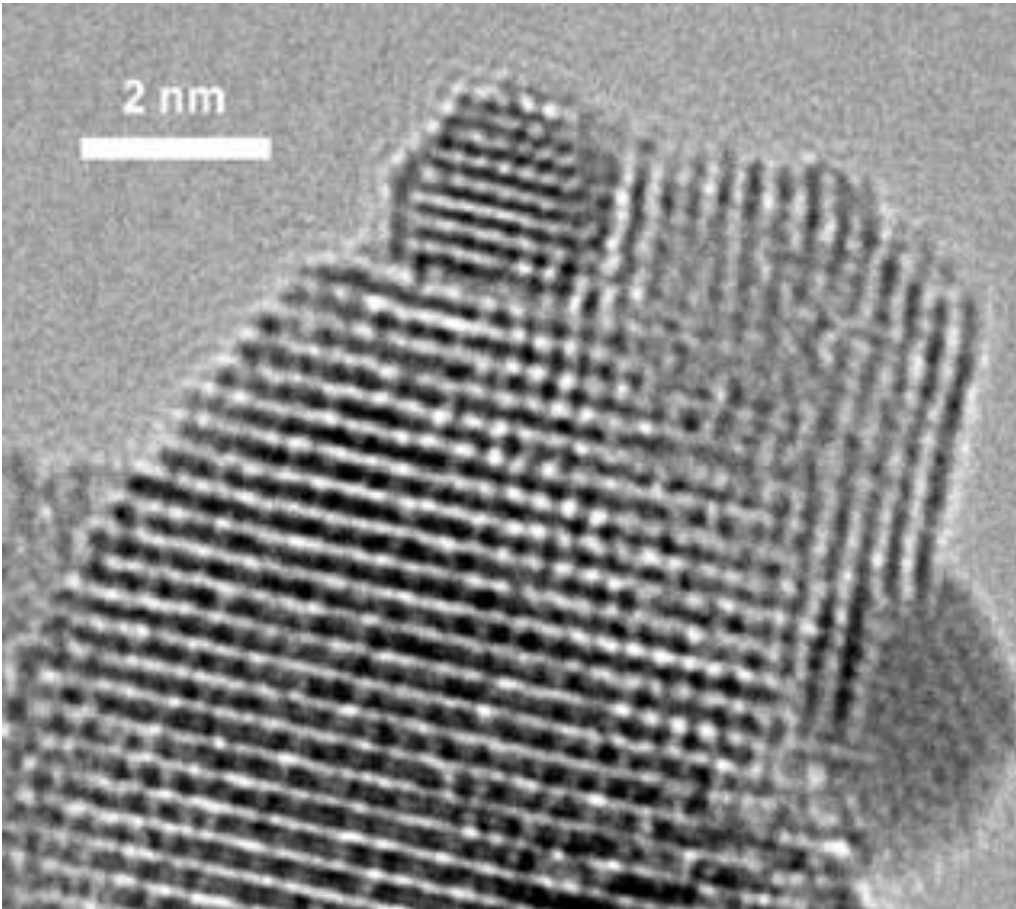


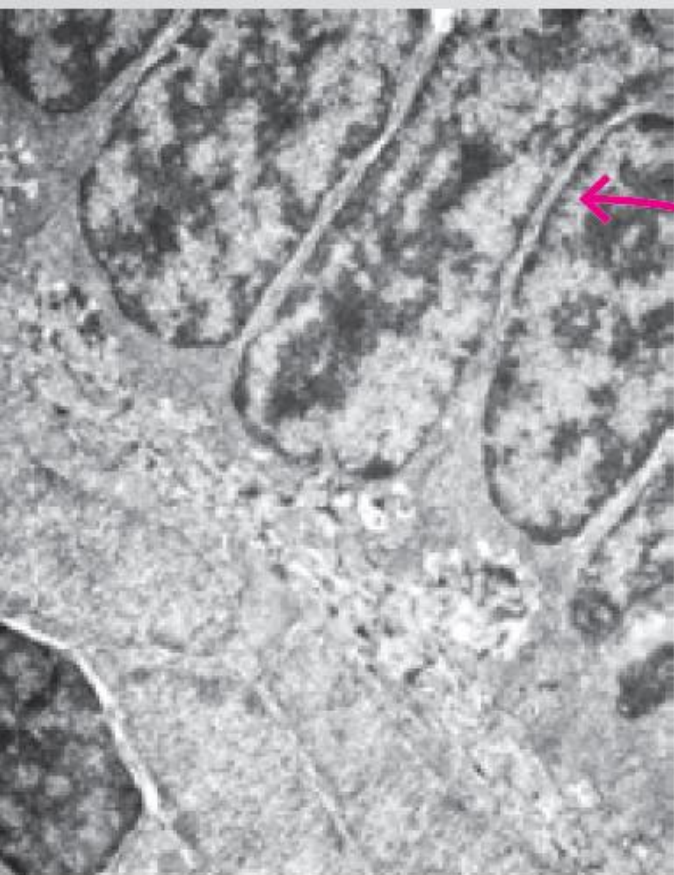
TP 13



Tomografía electrónica

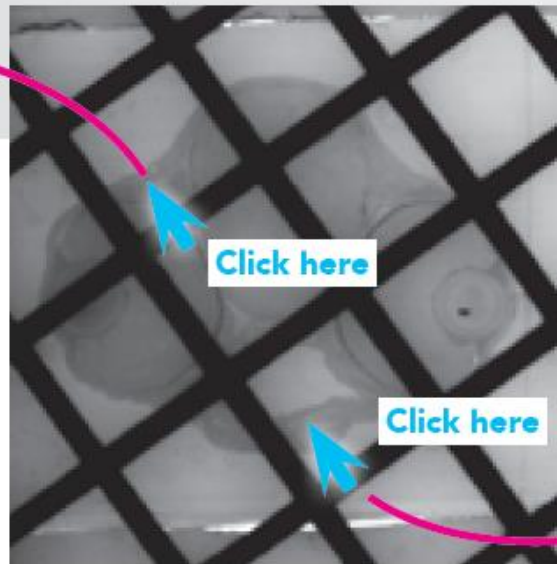
[Ver Video](#)





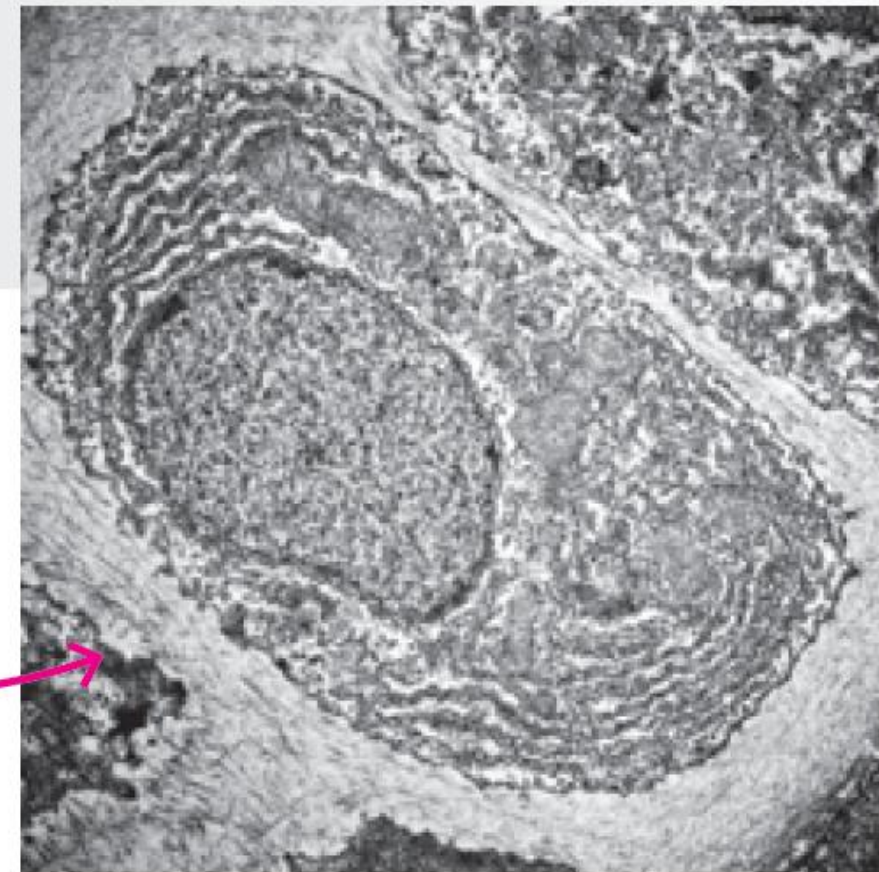
— 2 μm

Stage movement



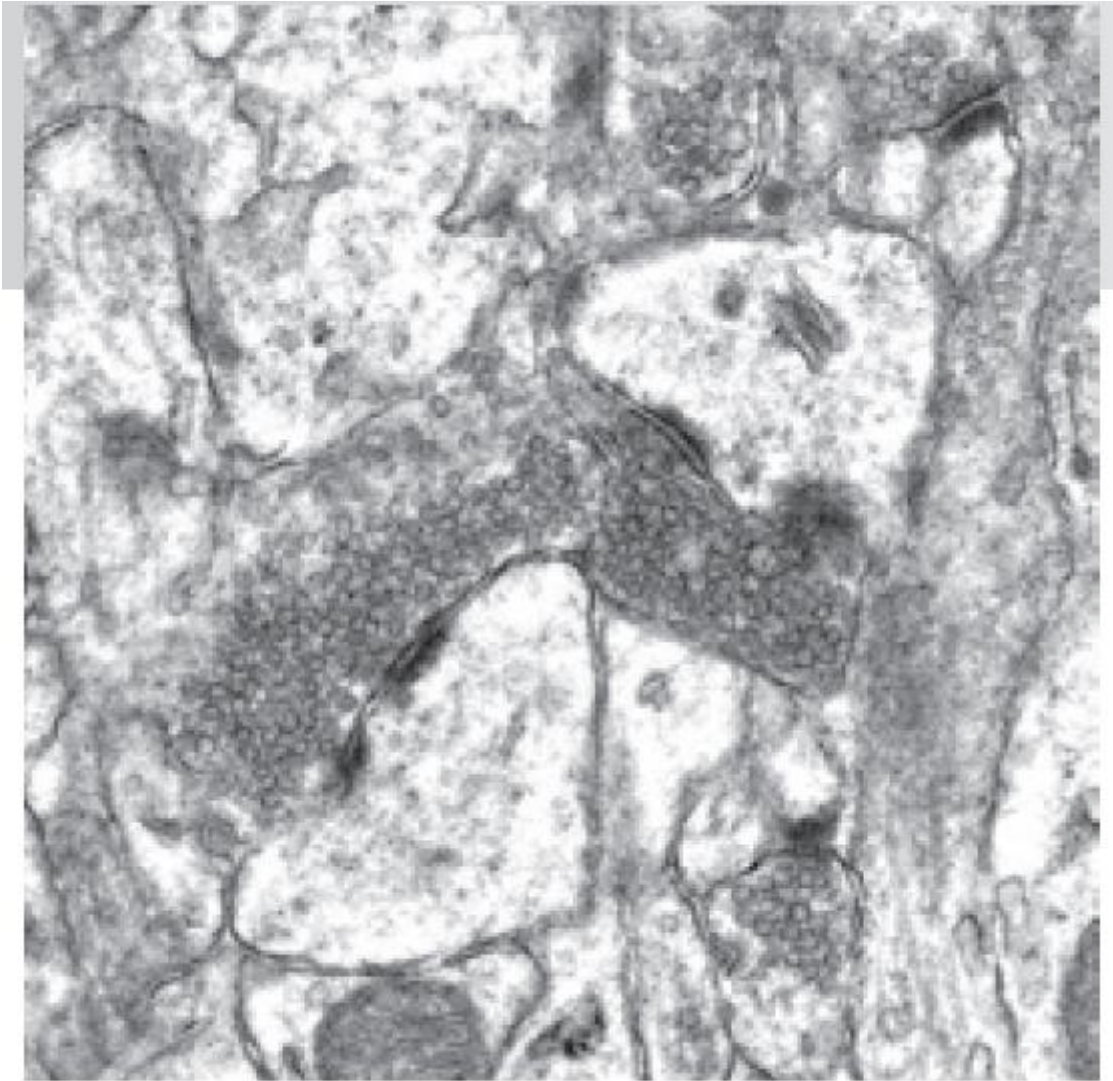
— 100 μm

Stage movement



Specimen: Zebrafish

— 2 μm



Specimen: Rat hippocampus

— 500 nm

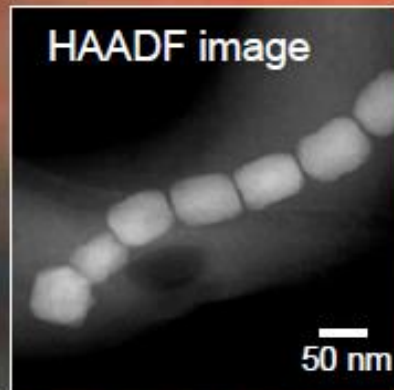
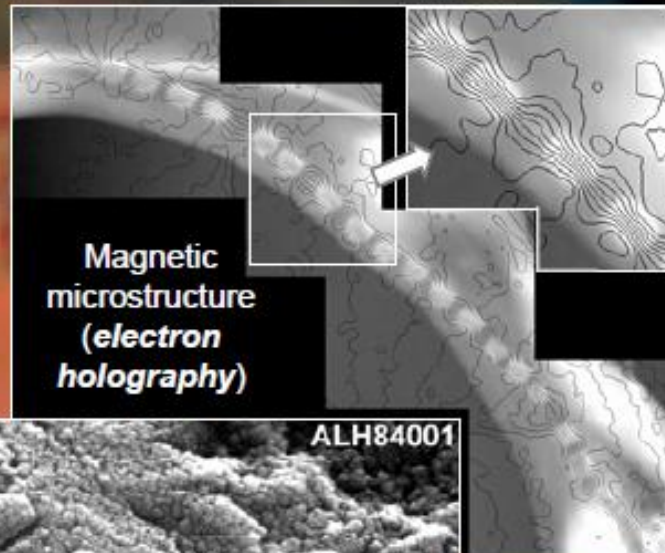
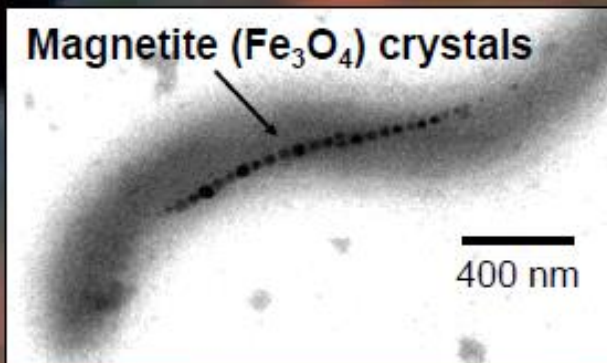


Endoplasmatic reticulum

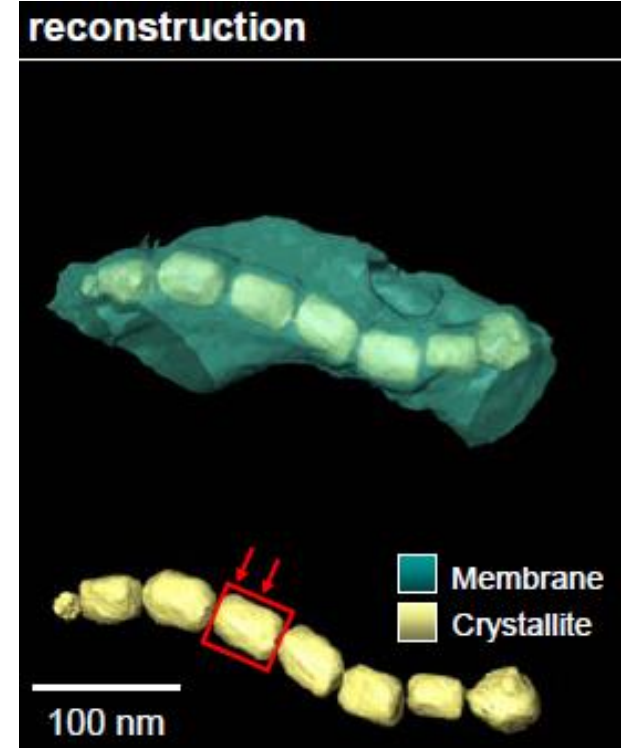
Nanopartículas en una bacteria

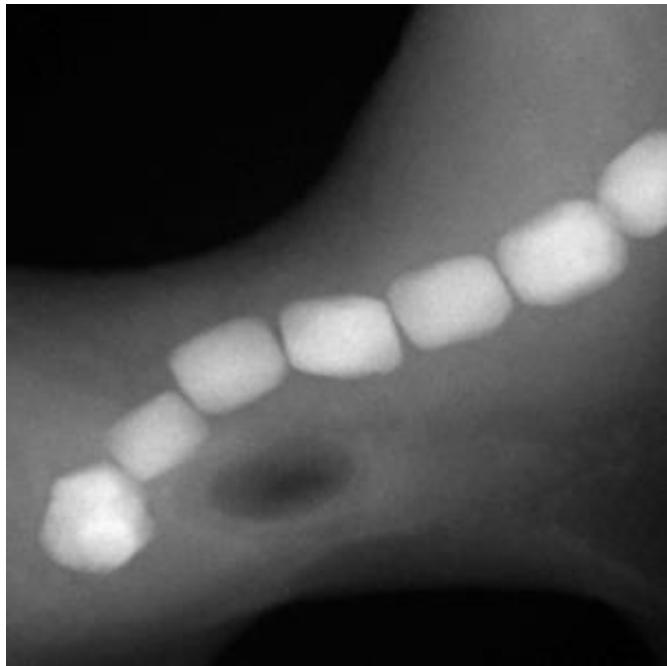
Tomografía

Materials Science/Life Science Interface: *Magneto-tactic Bacteria*

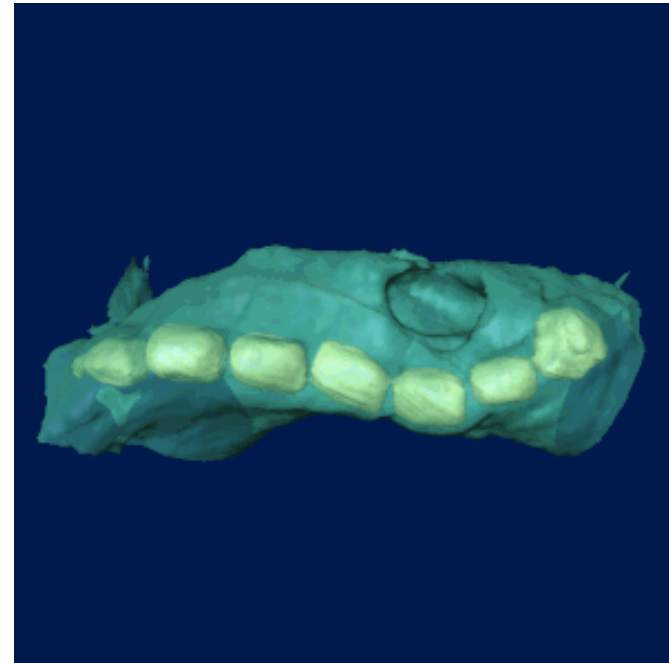


Study of the crystal *habit* (facetting)...





Magnetite crystals in bacteria strain MV-1, in this preparation the cell is preserved surrounding the crystals.

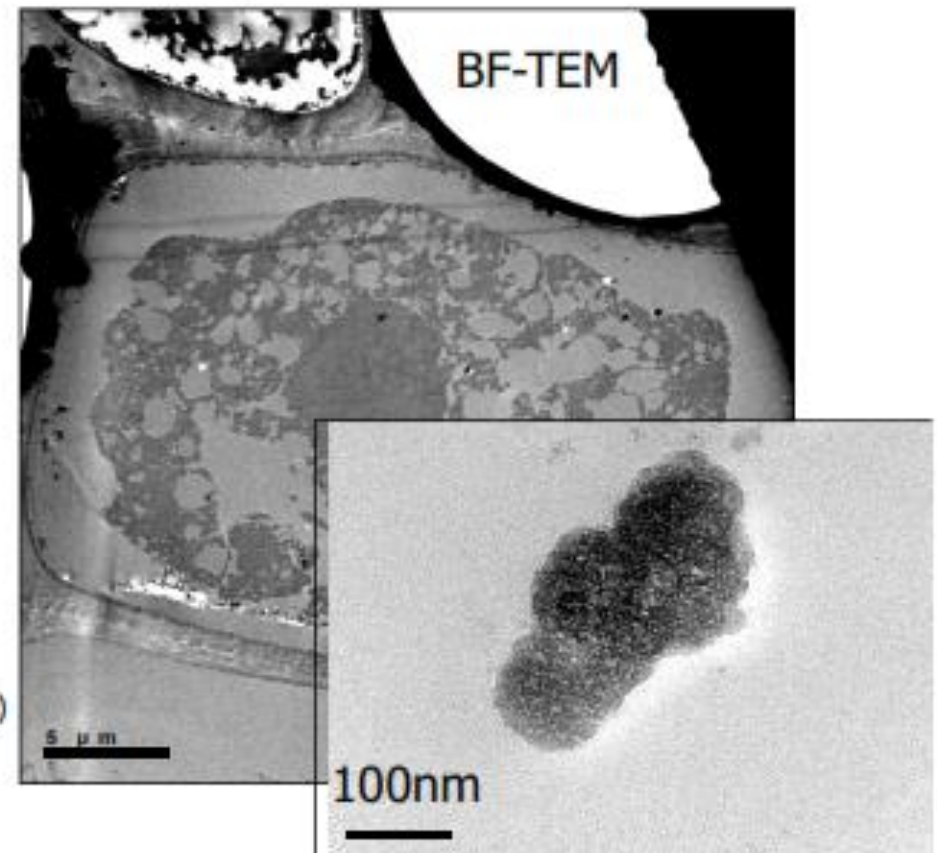


The quality of the reconstruction allows both the crystallites (yellow) and the exterior cell wall (green) to be resolved

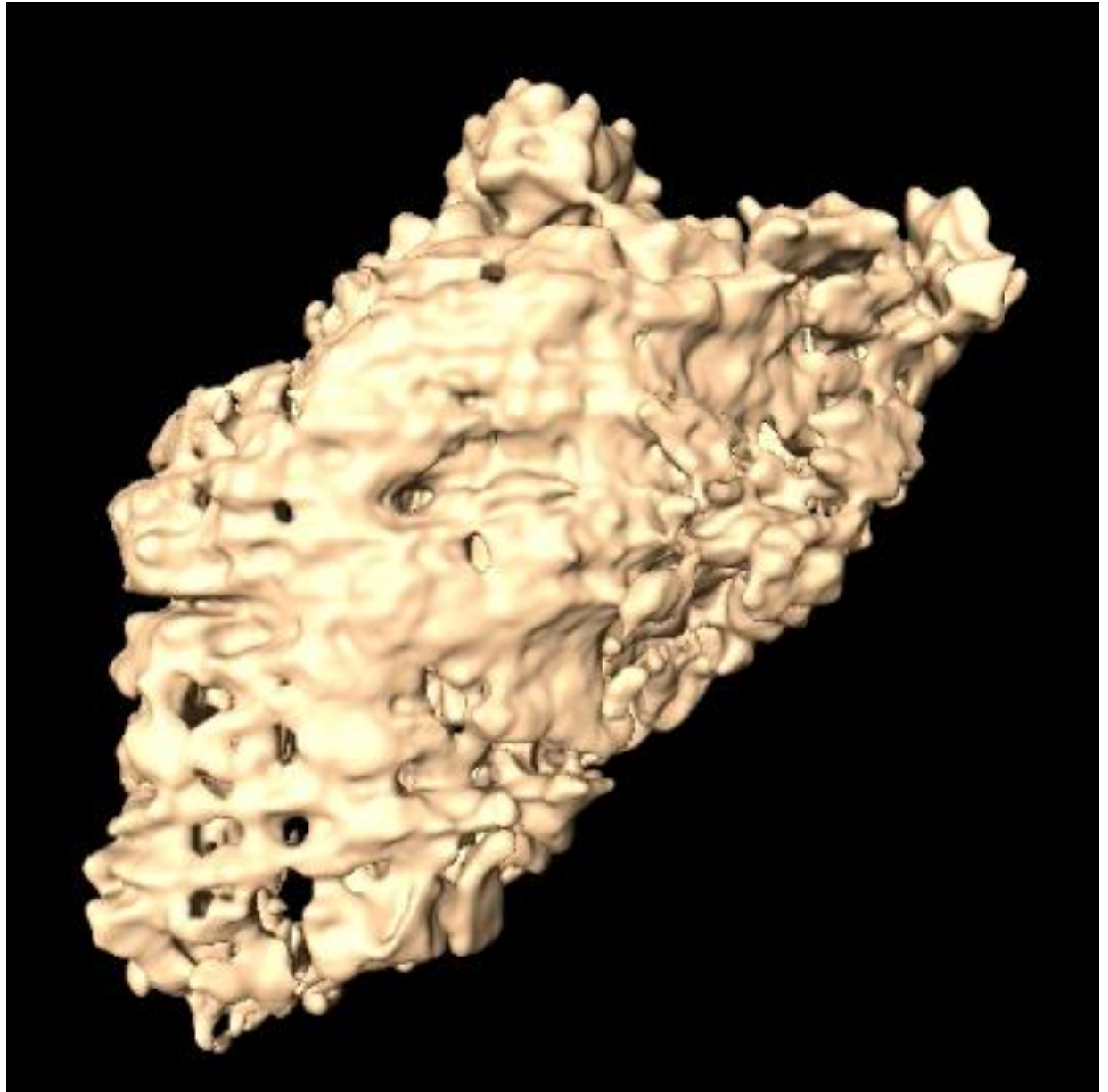
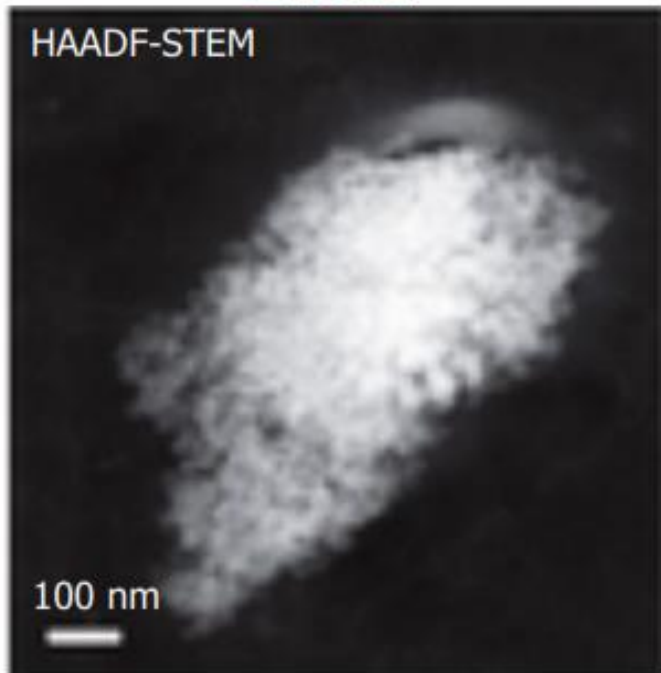
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ / Calcium phosphate

- **Crohn's disease** is a chronic and debilitating inflammatory condition of the ileum and colon that afflicts a growing proportion of the Western population.

The precise cause is unclear but dietary, lifestyle, genetic and pathogen related factors have all been proposed to be important.



5)

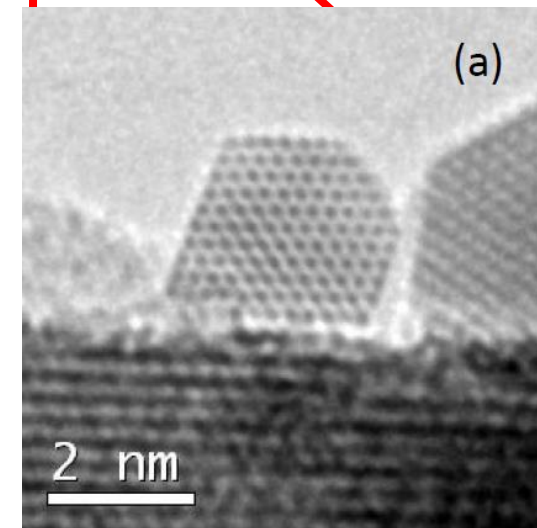
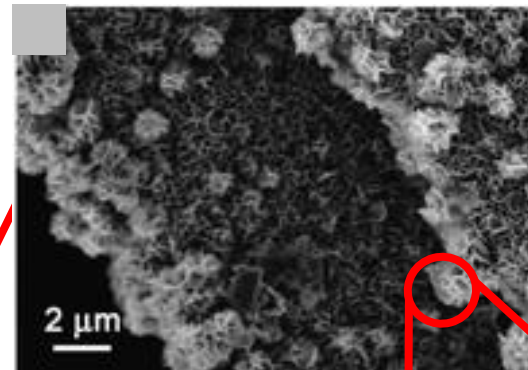
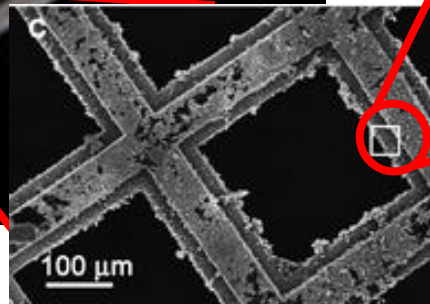
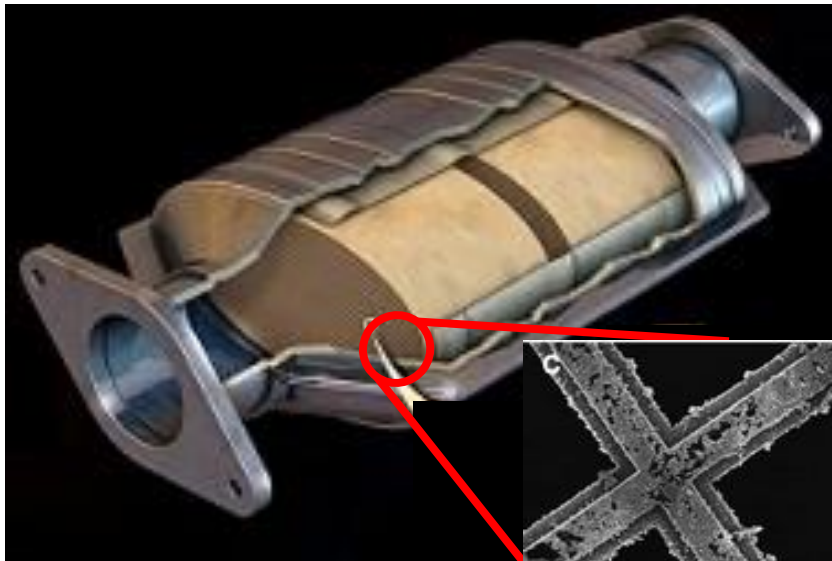


CATALISIS

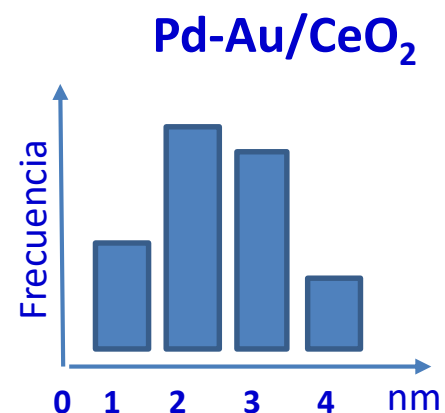
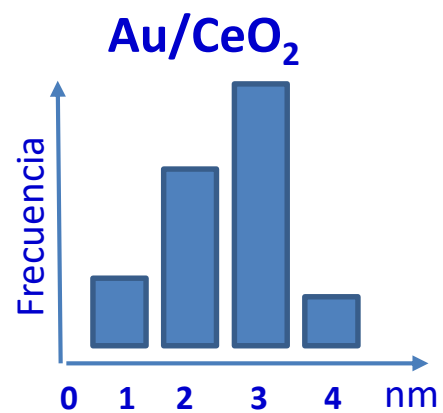
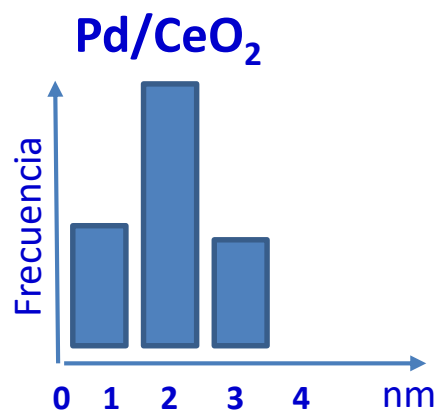
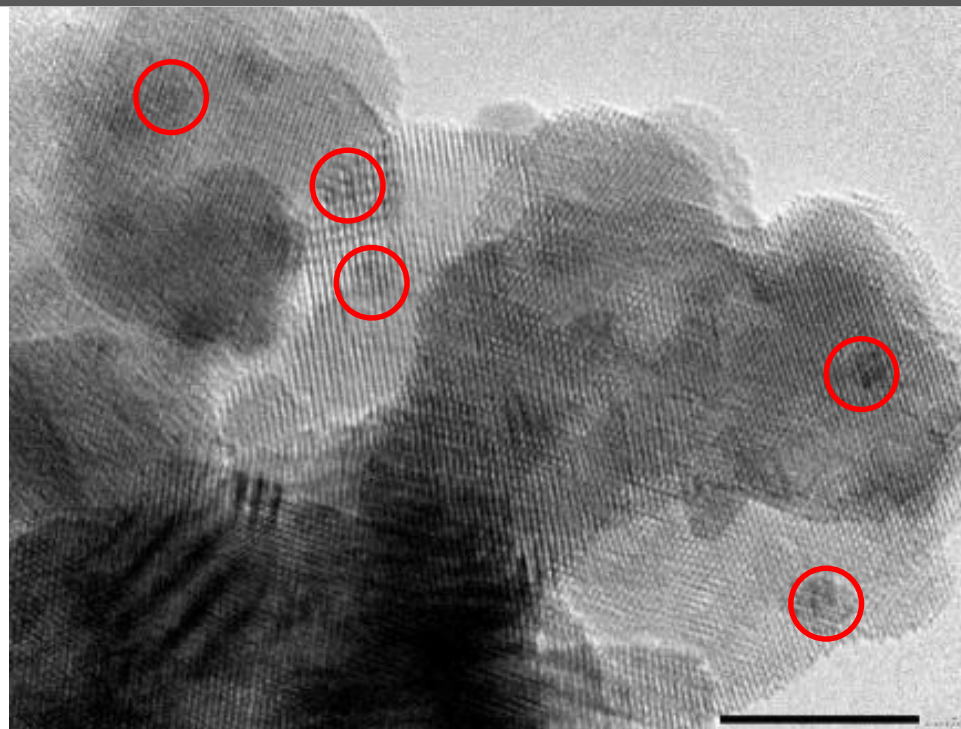
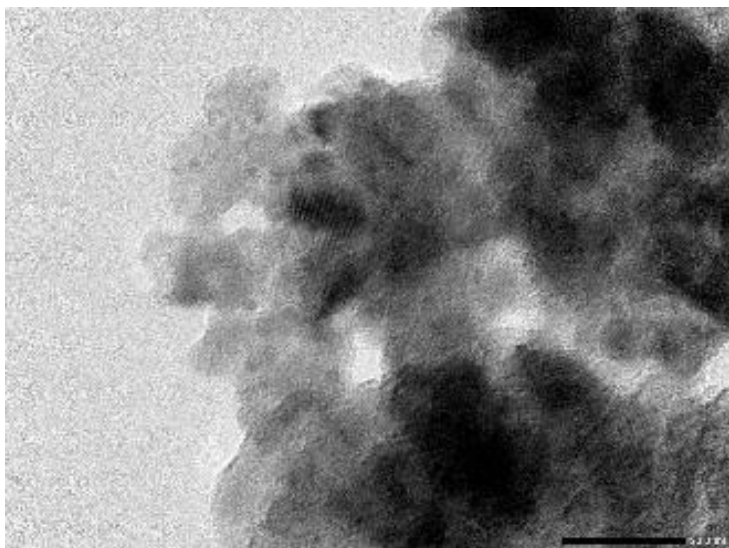
Catálisis Heterogénea

Reacciones en superficies

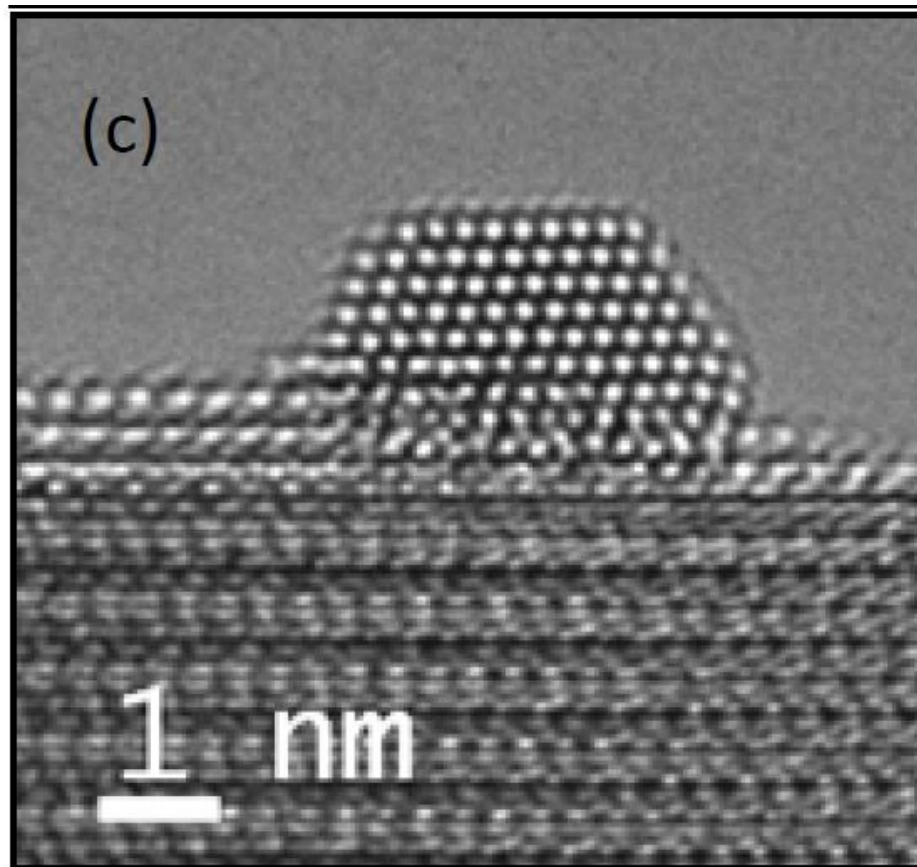
Ejemplo de convertidor catalítico



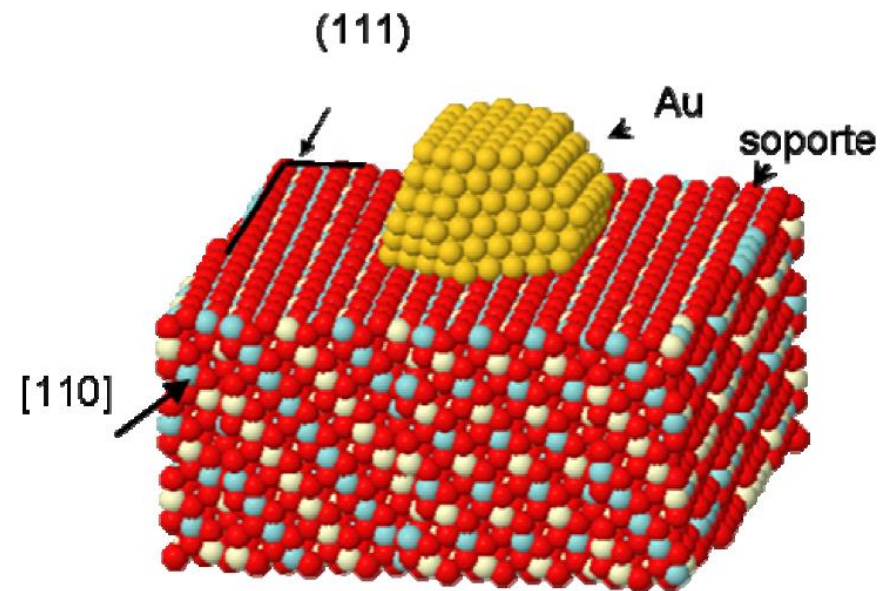
CATALISIS



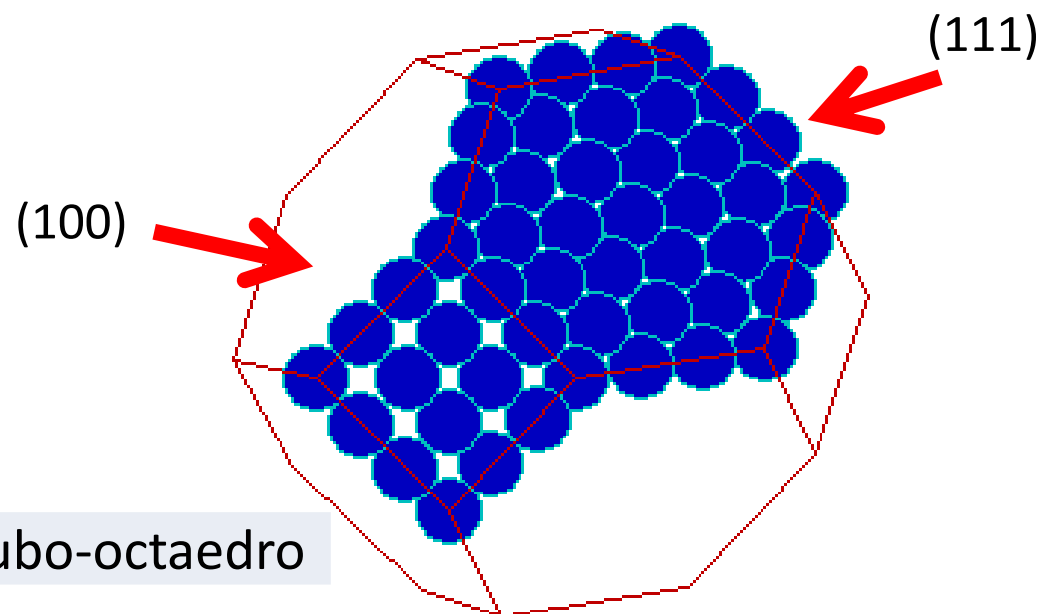
CATALISIS EN NANOPARTICULAS



Imágenes HREM representativas en visión perfil de nanopartículas de Au presentes en el catalizador Au/CTZ-MO.



Modelo estructural de una partícula de Au soportada en una superficie de tipo (111) de Ce-Zr en proyección [110].



CATALISIS EN NANOPARTICULAS

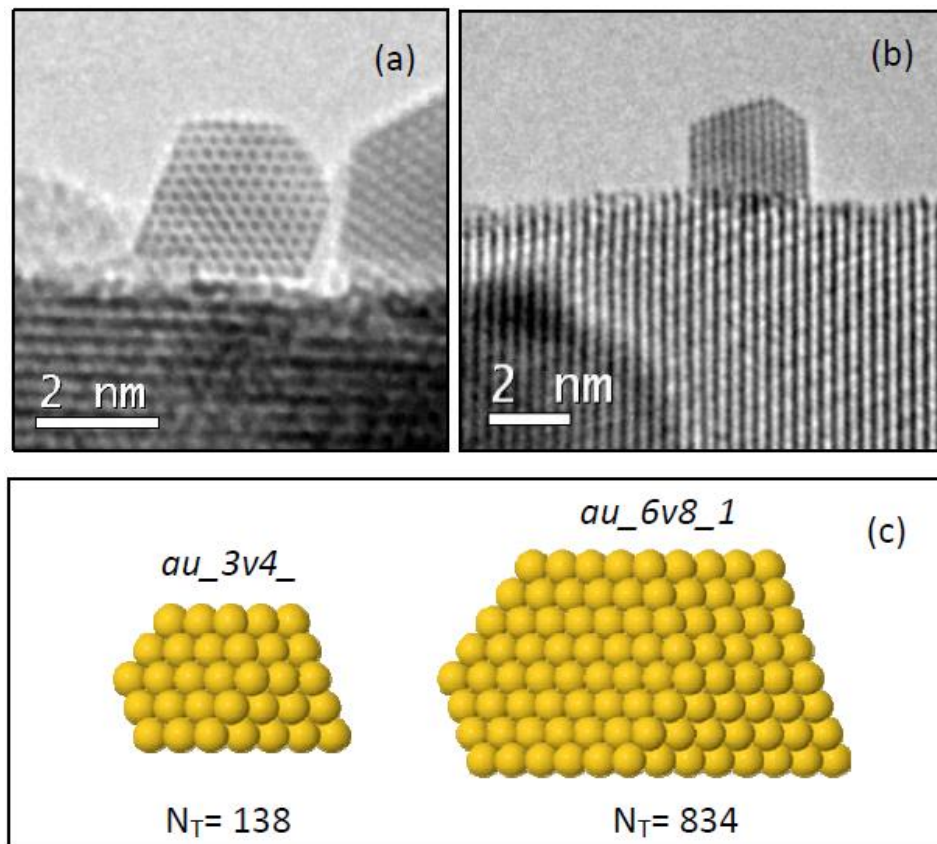
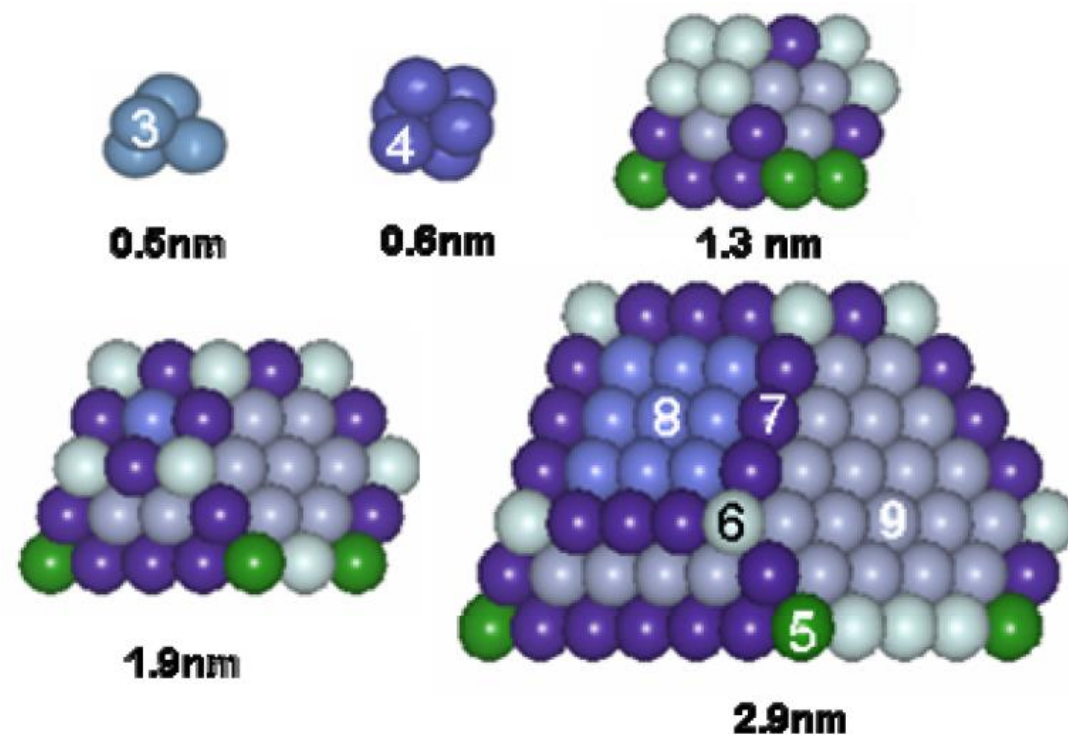


Imagen HREM de una nanopartícula de Au truncada por un plano superior al plano mitad (a), de una nanopartícula de Au con un crecimiento irregular (b). Modelos representativos de nanopartículas de Au truncados por un plano superior al plano mitad (c).

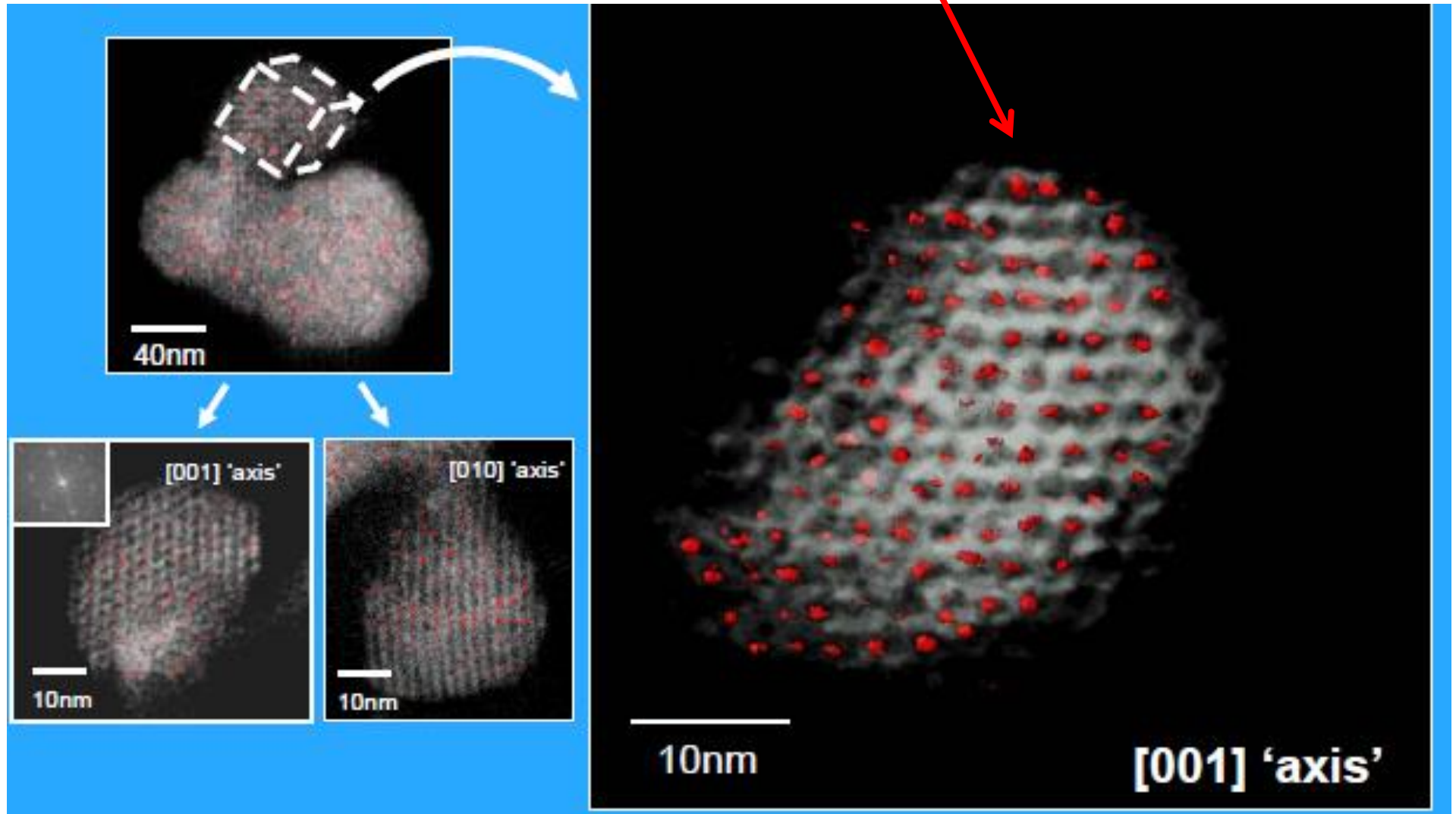


Modelos representativos de nanopartículas de Au truncadas por la mitad de diferentes tamaños. Los números que se muestran en las partículas indican los números de coordinación.

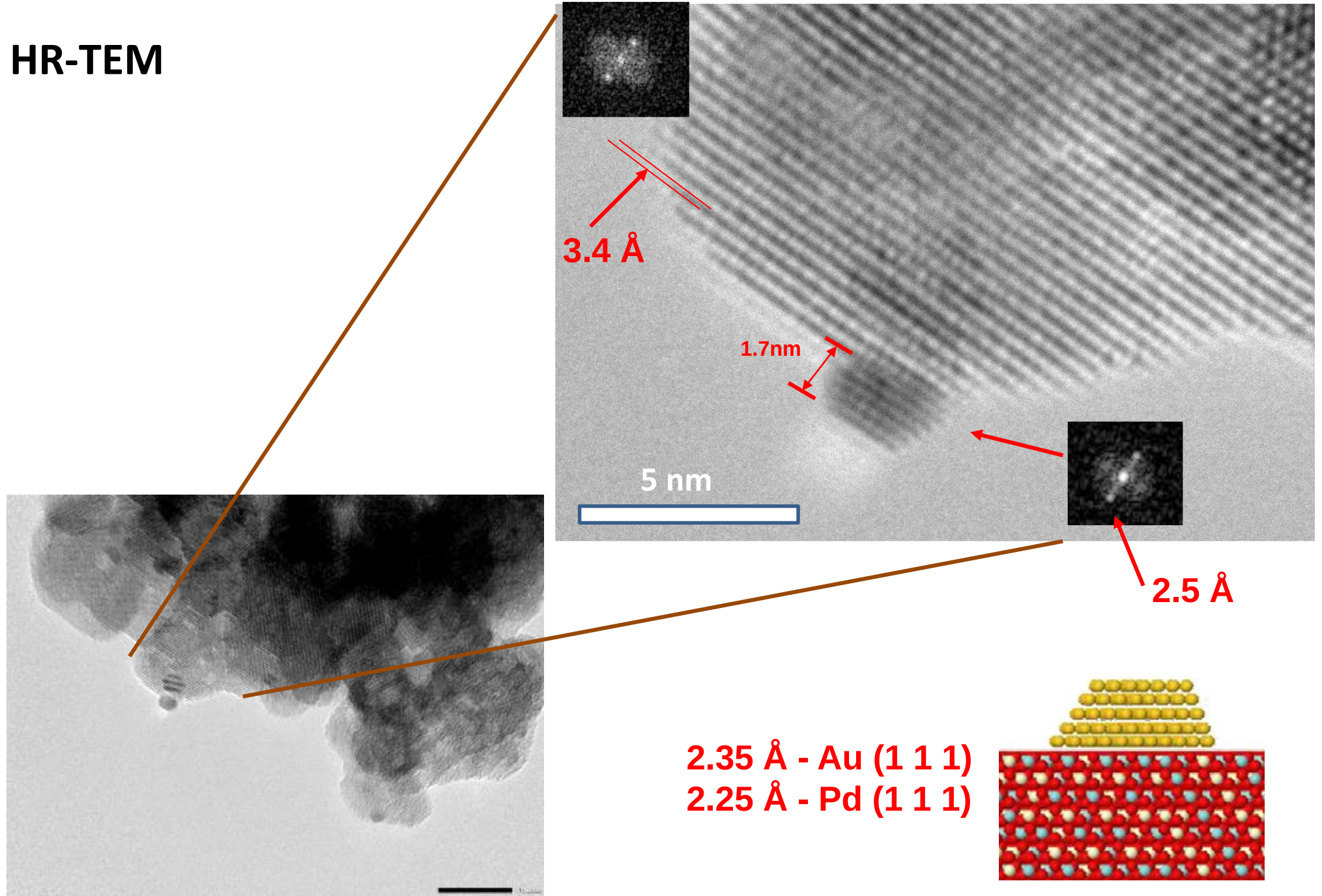
Técnicas de Microscopia en Nanociencias

Nanopartículas Metálicas Soportadas en Catalizadores

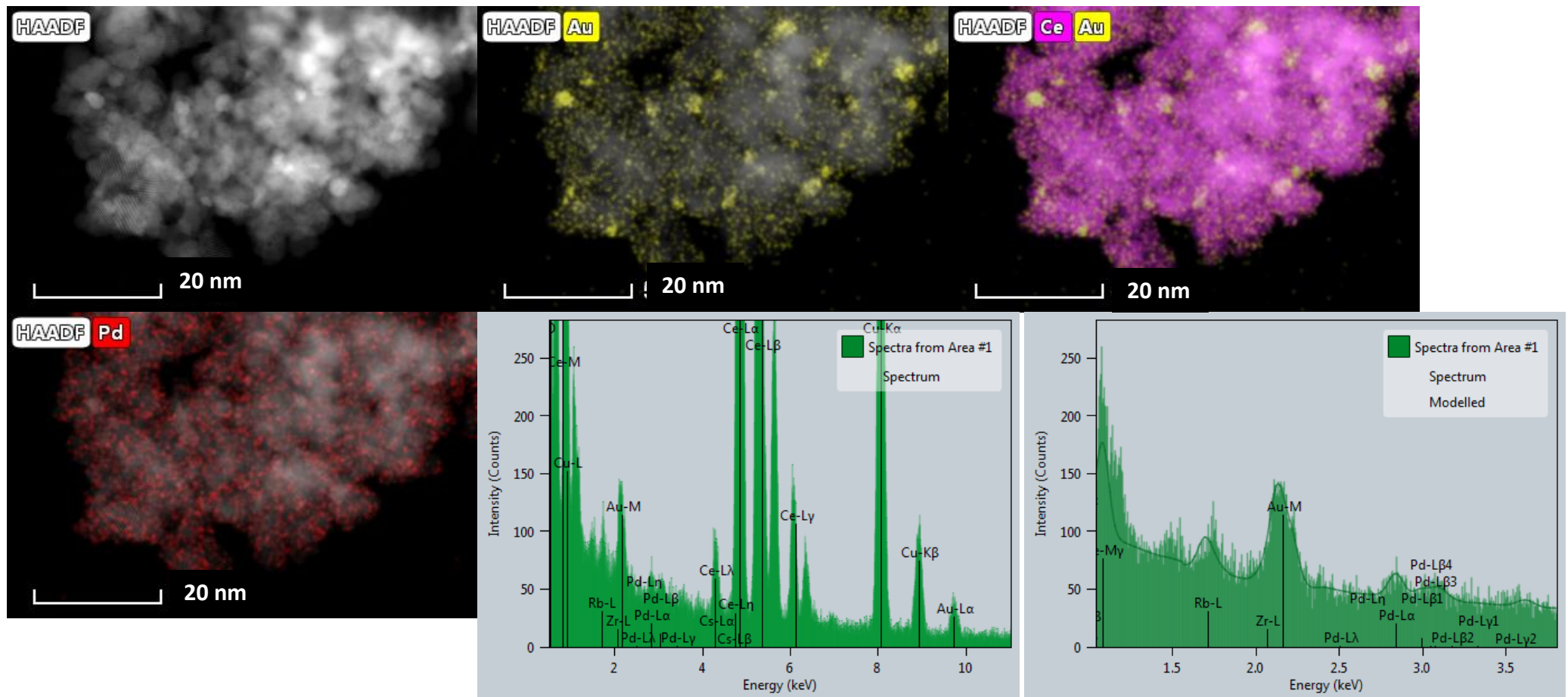
Tomografía



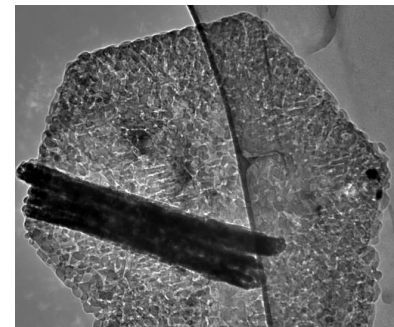
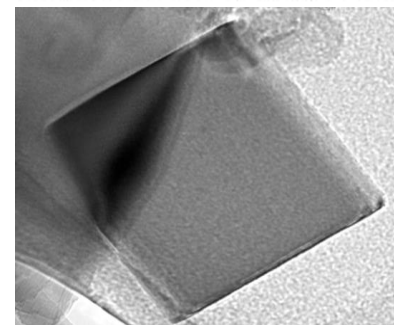
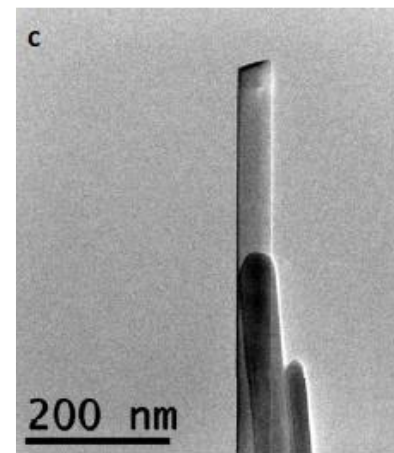
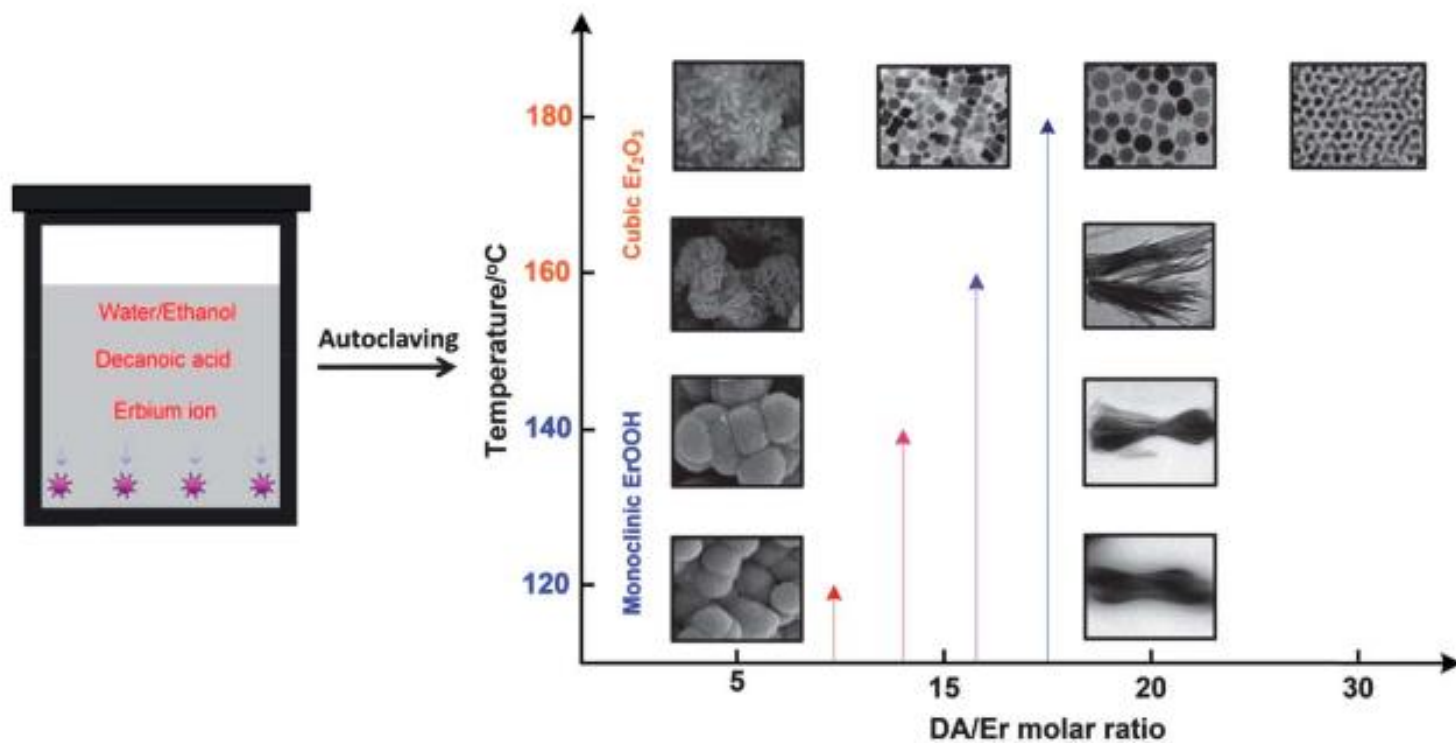
HR-TEM



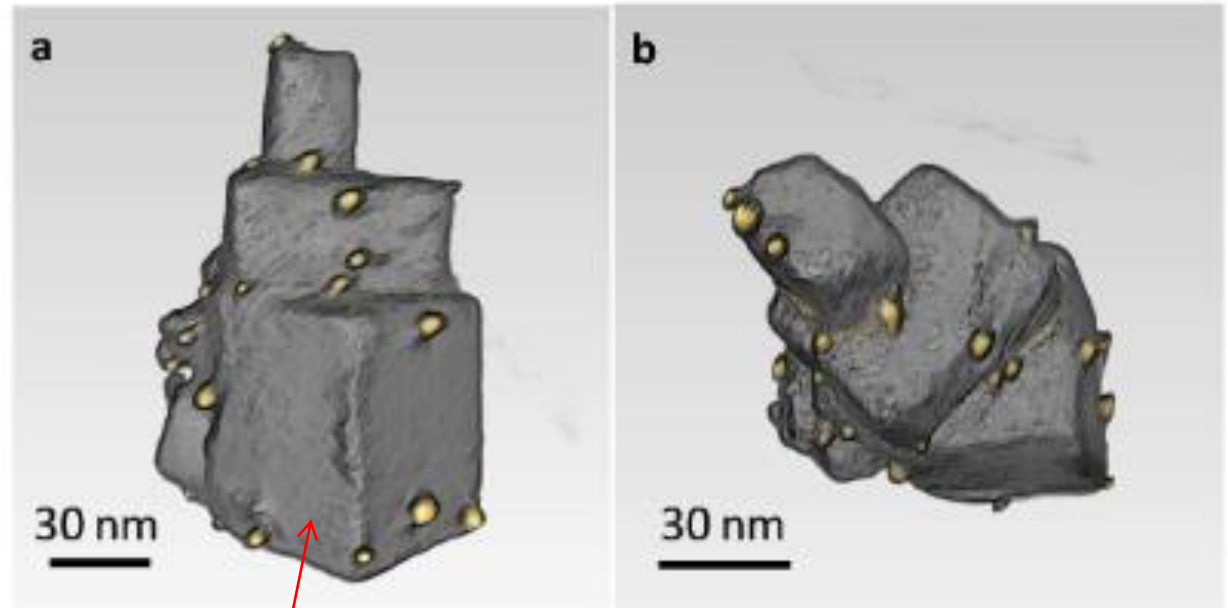
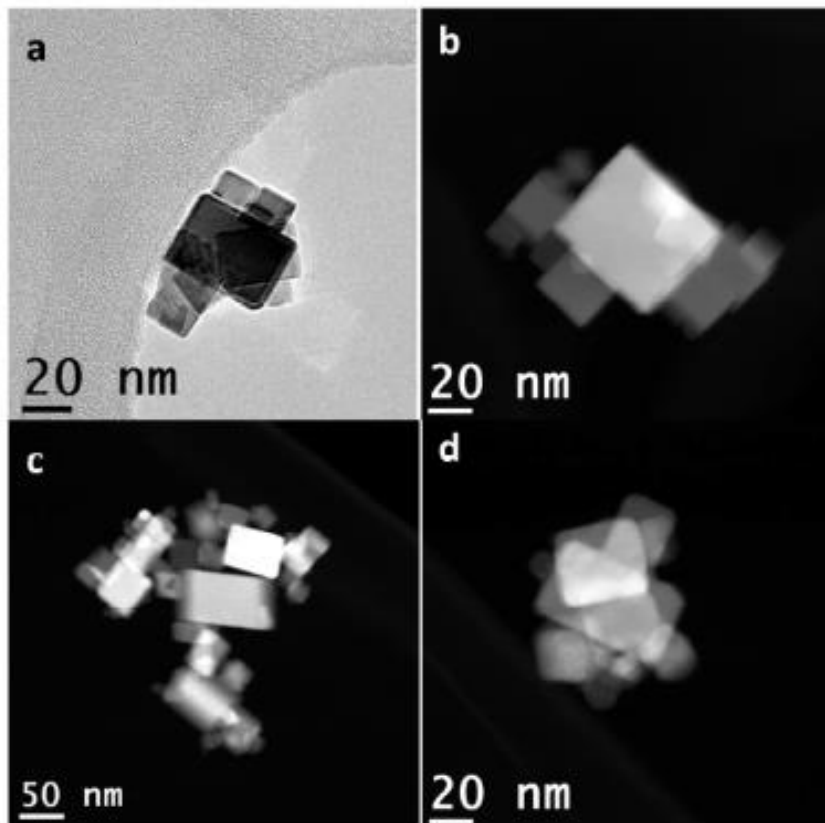
STEM-HAADF + EDS



Nanopartículas con Morfología Controlada



MORFOLOGIA CONTROLADA

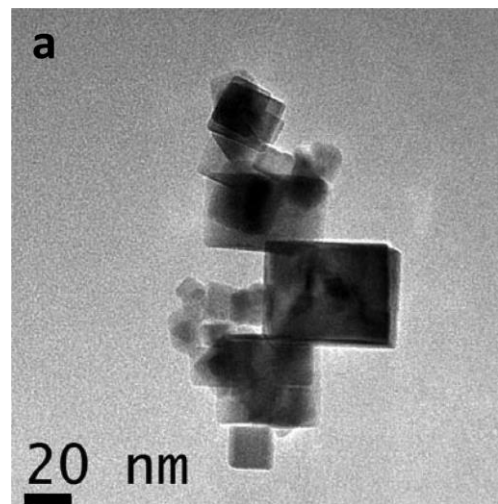


TOMOGRAFIA

$(1\ 0\ 0)$

MORFOLOGIA CONTROLADA

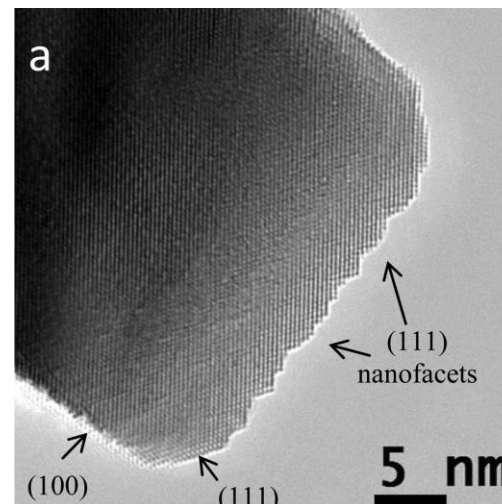
1) Nanocubos de CeO_2



O_2 (5%)/He
@ 600 °C

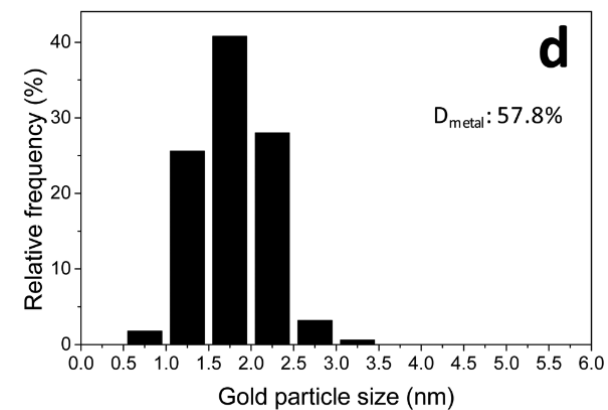
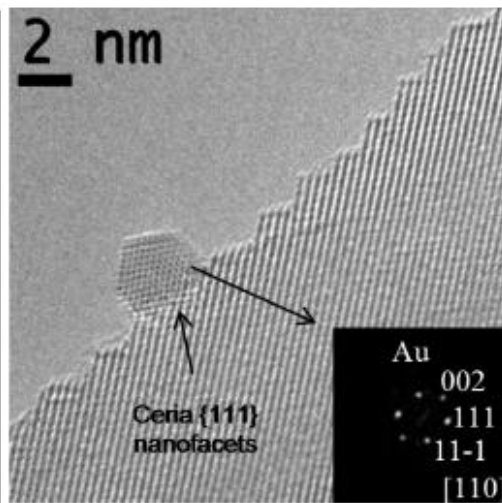
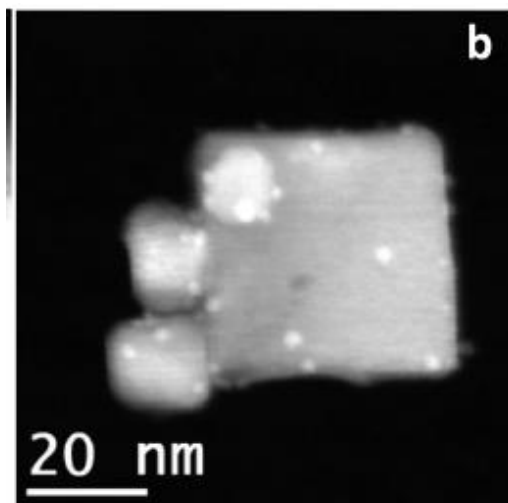


2) Superficie reestructurada



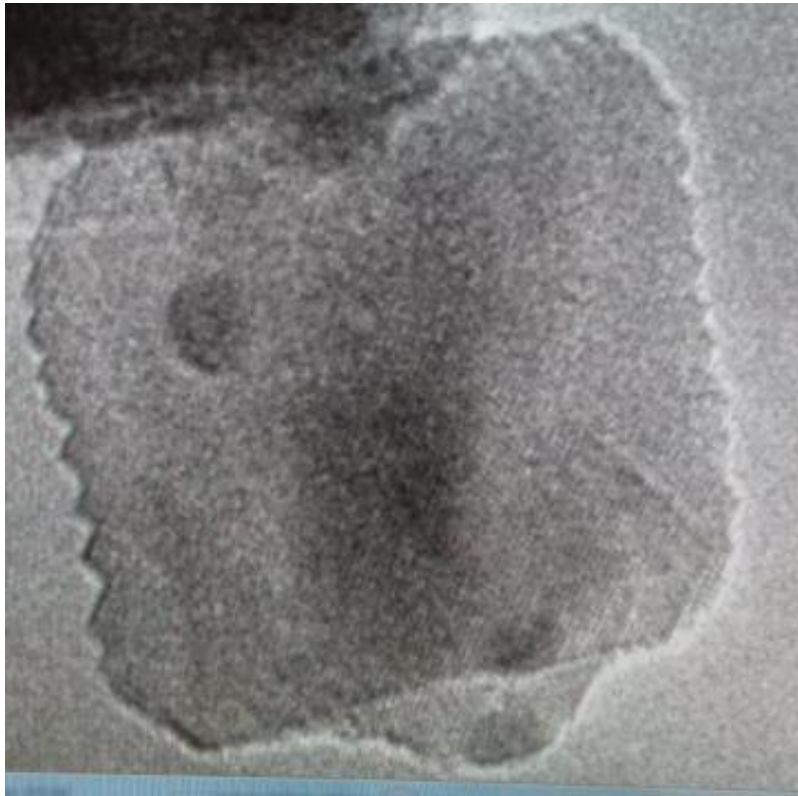
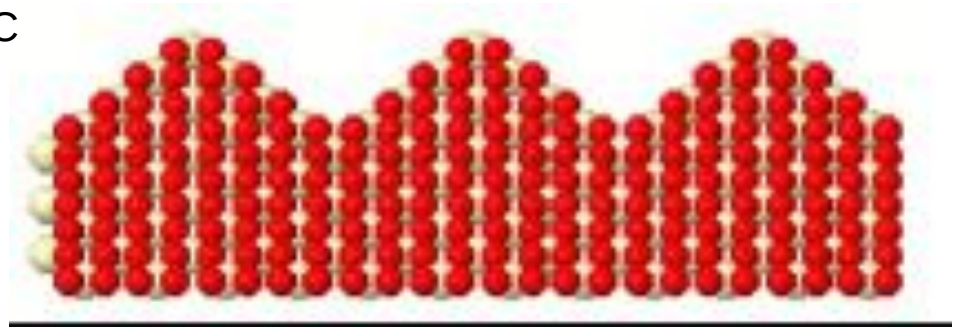
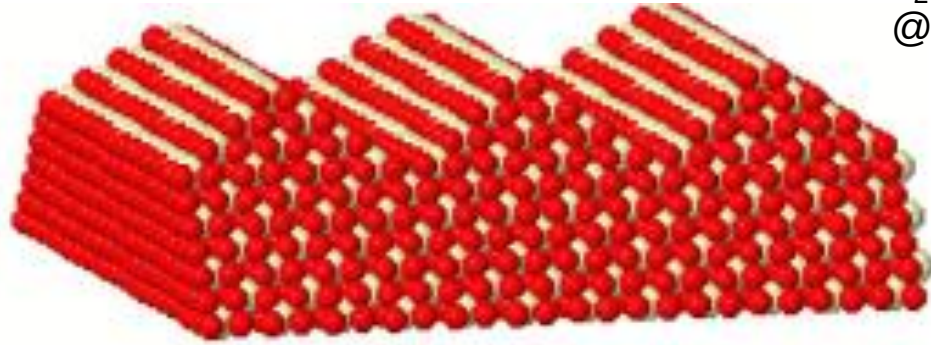
DP con Na_2CO_3

3) Catalizador



MORFOLOGIA CONTROLADA

O₂ (5%)/He
@ 600 °C



MORFOLOGIA CONTROLADA

