



RELAZIONE TECNICA

FORNITURA, INSTALLAZIONE E RESA OPERATIVA DI UN SISTEMA DI MICRO-SPETTROSCOPIA RAMAN CORREDATO DA APPARATO DI SPETTROSCOPIA FTIR (FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY)

1. Fabbisogno:

Fornitura di un SISTEMA DI MICROSPETTROSCOPIA RAMAN (di seguito "MICROSCOPIO RAMAN"), corredato da un secondo apparato complementare di tipo FTIR, per le esigenze di caratterizzazione e mappatura fisico-chimica, testing e imaging composizionale, strutturale e termico di materiali e device, anche in condizioni operative, nell'ambito dell'infrastruttura NanoMicroFab.

In particolare, per soddisfare le possibili richieste che verranno dalle committenze industriali e dai gruppi di ricerca operanti sul territorio, il MICROSCOPIO RAMAN dovrà avere caratteristiche avanzate di scansione rapida e caratterizzazione spettrale ad alta risoluzione, consentendo ricostruzioni e mappature bi e tri-dimensionali anche in condizioni di alimentazione esterna controllata di device e sensori, o per applicazioni di monitoraggio in tempo reale. Le attività previste richiedono inoltre l'accessibilità diretta al materiale/dispositivo sottoposto ad indagine e la possibilità di alloggiare diversi package ottimizzati per le varie configurazioni di lavoro previste, comprensive di elementi riscaldanti customizzati controllabili da remoto per la gestione dei processi di calibrazione, test, modifica controllata dei materiali e dissipazione termica. In questo contesto, saranno anche necessarie ottiche di acquisizione ad alto ingrandimento e lunga focale, per realizzare imaging ad elevata risoluzione di elementi micrometrici a ridotto accesso ottico.

2. Caratteristiche tecniche del Microspettroscopio Raman

Considerando l'ampio e diversificato fabbisogno del progetto Nanomicrofab descritto al punto 1, si valuta che le caratteristiche tecniche dello strumento Thermo Fisher Scientific già in dotazione all'IMM sotto forma di noleggio operativo (Apparato DXR2xi Raman imaging) siano adeguate a garantire la necessaria flessibilità applicativa, anche in considerazione della possibilità di corredare tale sistema con un apparato aggiuntivo di spettroscopia FTIR. In particolare, le caratteristiche rilevanti possedute dal microspettroscopio Raman offerto a riscatto dalla Thermo Fisher che devono essere comunque garantite per lo strumento da acquisire nell'ambito del progetto sono le seguenti, suddivise per tipologia:



DATI DI PERFORMANCE

1. Risoluzione spaziale: migliore di $0,6 \mu\text{m}$ (ottenuta con eccitazione 532 nm e obiettivo $100\times$);
2. Risoluzione confocale: migliore di $2 \mu\text{m}$;
3. Aperture: 25 e $50 \mu\text{m}$ pinhole, 25 e $50 \mu\text{m}$ slit
4. Massima area per imaging: maggiore di $75 \text{ mm} \times 75 \text{ mm}$
5. Potenza laser massima misurata sul campione a 532 nm : 10 mW
6. Tavolino motorizzato con step da $0,1 \mu\text{m}$. Ampiezza di movimento maggiore di $75 \text{ mm} \times 75 \text{ mm}$, possibilmente controllato da joystick. Focus su asse Z controllato via software.

SISTEMA OTTICO E COMPONENTI

1. L'apparato deve essere costituito da un microscopio da ricerca con possibilità di operare in luce trasmessa, campo chiaro e campo scuro;
2. Il microscopio deve essere dotato di visore trinoculare per permettere la visualizzazione del campione attraverso binoculari e contemporaneamente tramite telecamera digitale;
3. Il microscopio deve essere dotato di revolver portaobiettivi con almeno un obiettivo ad ingrandimento $10\times$, $50\times$ e $50\times$ a lunga focale;
4. Il sistema deve essere predisposto ad operare in modalità polarizzata;
5. Il sistema deve essere dotato di opportuno spettrografo a tripletto (laser, monocromatore e filtro dedicati) che in abbinamento ai laser e ai monocromatori permetta di operare nel range spettrale garantito da 50 a 3300 cm^{-1} , con una risoluzione pari ad almeno 5 cm^{-1} FWHM in un'unica scansione (senza stitching spettrale);
6. Il sistema deve essere corredato di uno stage portacampioni motorizzato sugli assi x, y e z, con risoluzione pari a $0,1 \mu\text{m}$ in x ed y;
7. La radiazione laser e lo scattering Raman del campione non devono essere "guidati" nello spettrografo da fibre ottiche con conseguente perdita di intensità del segnale;
8. L'acquisizione del segnale deve essere effettuata da opportuno rivelatore EMCCD retroilluminato e raffreddato ad effetto Peltier, senza necessità di dispositivi di raffreddamento o dissipazione esterni. La presenza dell'EMCCD consente infatti di abbassare il dark noise e di aumentare i valori di picco rendendo possibile una mappa chimica immagine-guidata.
9. Il detector EMCCD deve consentire in ogni caso di disattivare l'elettromoltiplicatore per lavorare in modalità CCD, migliorando di conseguenza le prestazioni in caso di spettri con accumuli lunghi.



Dipartimento di Scienze Fisiche e Tecnologie della Materia

10. E' preferibile che la formazione della mappa chimica sia immagine-guidata, ossia che non avvenga con scansioni punto per punto bensì mediante acquisizione di un'intera mappa per ogni scansione, in modo che risulti possibile per l'operatore visualizzare l'immagine chimica già dalla prima scansione valutando l'opportunità di proseguire o interrompere la misura nel caso l'informazione ottenuta sia ritenuta sufficiente.
11. Il microscopio Raman deve essere dotato di laser intercambiabili, ciascuno con proprio reticolo e filtro ottimizzati per la specifica lunghezza d'onda, consentendo in questo modo di inviare sul campione la potenza laser effettivamente misurata. Si richiede che il laser fornito abbia una frequenza pari a 532 nm, e che sia possibile implementare in un secondo momento eccitazioni nel vicino infrarosso e nell'ultravioletto.
12. Il cambio del laser deve essere effettuato con semplicità e senza parti motorizzate in movimento che potrebbero causare disallineamenti ed aumentare i costi di manutenzione.
13. I componenti del laser devono avere un design che consenta un allineamento immediato ed automatico nel passaggio da una lunghezza d'onda ad un'altra.
14. Deve essere possibile controllare finemente mediante software la potenza laser inviata sul campione con step minori o uguali a 0,1 mW, evitando fenomeni di surriscaldamento di specifiche tipologie di campioni e consentendo un'ottimizzazione semplificata delle condizioni di misura.
15. Il microscopio deve essere dotato di sistema per la calibrazione delle lunghezze d'onda e per la calibrazione della frequenza laser, entrambe effettuate con routine automatiche gestite mediante interfaccia software.
16. Lo strumento deve essere in classe I per sicurezza laser.
18. Il sistema deve essere dotato di Personal Computer dedicato con processore i7 almeno a 3,4 GHz, 16 GB di Ram, 2 HD da 1 TB ciascuno, lettore DVD, sistema operativo Windows 10 Pro 64 bit e doppio monitor LCD da 24".

SOFTWARE

1. Il software deve permettere: manipolazione spettrale, correzione e conversione spettrale, ricostruzioni di immagini chimiche in 3D, estrazioni e segmentazione di files di grandi dimensioni (mappe). Il software deve essere inoltre in grado di effettuare analisi fattoriale PCA, ricalcolo delle PCA, imaging chimico con Multivariate Curve Regression e correlazione tra intere mappe;
2. Il software deve permettere l'analisi dei campioni in modalità singolo punto, lungo una linea oppure per mappatura bidimensionale;



Dipartimento di Scienze Fisiche e Tecnologie della Materia

3. Il software deve possedere una funzione di correzione automatica dei raggi cosmici e della fluorescenza, per tutti i laser impiegati;
4. Il software deve essere corredato di librerie specifiche Raman (Aldrich Raman Condensed Phase Library, almeno 14.000 spettri), Raman Inorganic Library e Art Restoration Raman Library.
5. Il software deve poter lavorare in modalità di autofocus sia per quanto riguarda l'immagine ottica che per quanto concerne il dato spettrale, a seconda che sia più rilevante la messa a fuoco dell'immagine oppure la qualità spettrale;
6. Il software deve poter mostrare in modalità "live" i cambiamenti dello spettro in funzione dei parametri di acquisizione (accumuli, tempo di esposizione, potenza del laser);
7. Il software deve consentire di eseguire mappe di regioni diverse una dopo l'altra, anche con parametri diversi e completamente in automatico;
8. Il software deve permettere di effettuare ricerche spettrali e mostrarne i risultati in tempo reale durante l'acquisizione;
9. Deve poter essere possibile effettuare la ricerca multicomponente sugli spettri all'interno di una mappa per identificare gli elementi di una miscela presenti nel punto analizzato;
10. Il software deve poter operare con i sistemi operativi Microsoft più avanzati (Windows 10 Professional 64 bit).

3. Caratteristiche tecniche dello spettroscopio FTIR:

Lo spettrometro FTIR acquisito a corredo dell'apparato di microspettroscopia Raman deve essere dotato di accessori per misura in trasmissione e in Attenuated Total Reflection (con cristallo in ZnSe).

Nel dettaglio:

DATI DI PERFORMANCE

1. Campo di misura: $8000-350\text{ cm}^{-1}$ con banco ottico essiccato e sigillato;
3. Risoluzione minima $0,6\text{ cm}^{-1}$ variabile e selezionabile dall'utente;
4. Rapporto segnale/rumore: migliore di 35000:1;
5. Allineamento automatico dello strumento;

SISTEMA OTTICO E COMPONENTI

1. Spettrometro FTIR con interferometro di tipo Michaelson a cuscinetto di grafite e allineamento dinamico.
2. Sorgente in SiN senza necessità di raffreddamento;



Dipartimento di Scienze Fisiche e Tecnologie della Materia

3. Detector DTGS “fast recovery”;
4. Garanzia di 10 anni su sorgente, interferometro e laser;
5. Sistema di soppressione atmosferica per eliminare il contributo della CO₂ e dell’acqua;

SOFTWARE

1. Computer incluso e integrato nello strumento con pacchetto OFFICE aggiornato, sistema operativo window 10 PRO;
2. Funzioni complete di setup strumentale, di controllo e riconoscimento accessorio (trasmissione e ATR);
3. Elaborazione spettrale con funzioni di base (es. ricerca semplice, smoothing, soppressione atmosferica) ed avanzate (operazioni matematiche di sottrazione, moltiplicazione, divisione e somma spettrale);
4. Ricerca spettrale multicomponente senza sottrazione spettrale per identificare almeno 4 componenti in una miscela;
5. Analisi qualitativa con funzioni di ricerca in database di spettri;
6. Analisi quantitativa secondo Lambert e Beer singolo componente.

Date le caratteristiche sopra elencate e il prezzo di mercato di un sistema Raman di nuova acquisizione corredato di un apparato FTIR, si valuta che l’offerta di riscatto ricevuta dalla Thermo Fisher per lo strumento di Raman imaging attualmente presente sotto forma di noleggio operativo presso i laboratori IMM dell’Area di Ricerca di Tor Vergata sia congrua e coniughi il costo contenuto con le prestazioni richieste.

L’incaricata

Dott.ssa Valentina Mussi