

# Dual Beam



## Gruppo proponente:

Luigi Folco<sup>1</sup>, Stefano Roddaro<sup>2</sup>, Alessandro Tredicucci<sup>2</sup> e Giovanni Pennelli<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Dipartimento di Scienze della Terra; [luigi.folco@unipi.it](mailto:luigi.folco@unipi.it)

<sup>2</sup>Dipartimento di Fisica ([stefano.roddaro@unipi.it](mailto:stefano.roddaro@unipi.it) [alessandro.tredicucci@unipi.it](mailto:alessandro.tredicucci@unipi.it))

<sup>3</sup>Dipartimento di Ingegneria Informatica [giovanni.pennelli@unipi.it](mailto:giovanni.pennelli@unipi.it)

## Sottoscrizioni (n = 60):

Dipartimento di Civiltà e Forme del Sapere

Dipartimento di Ingegneria dell'Informazione

Dipartimento di Ingegneria Civile e Industriale

Dipartimento di Fisica

Dipartimento di Scienze della Terra

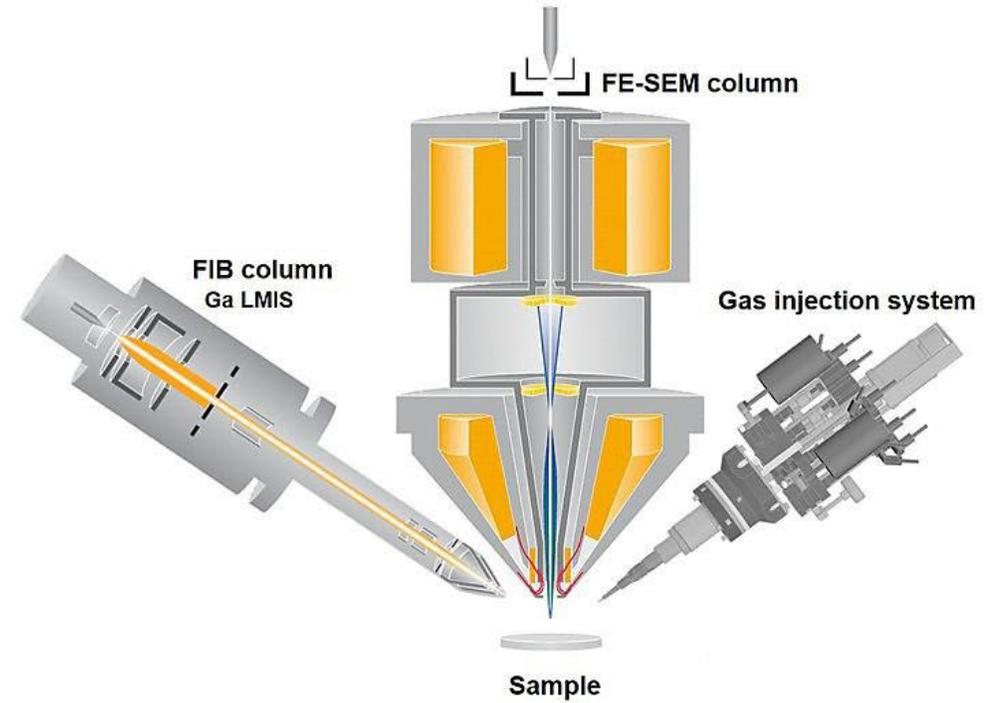
# Motivazione

- Grande strumentazione di base
- Multifunzionale per le scienze dei materiali e della vita
- Integra e potenzia la rete di laboratori CISUP per la microscopia elettronica e la microanalisi
- Introduce nuove tecniche di nanofabbricazione
- Uno dei pochi in Italia per prestazioni
- Strategico per una ricerca scientifica competitiva a livello internazionale, sviluppo di nuove tecnologie e alta formazione

# **Lo Strumento**

# Dual Beam

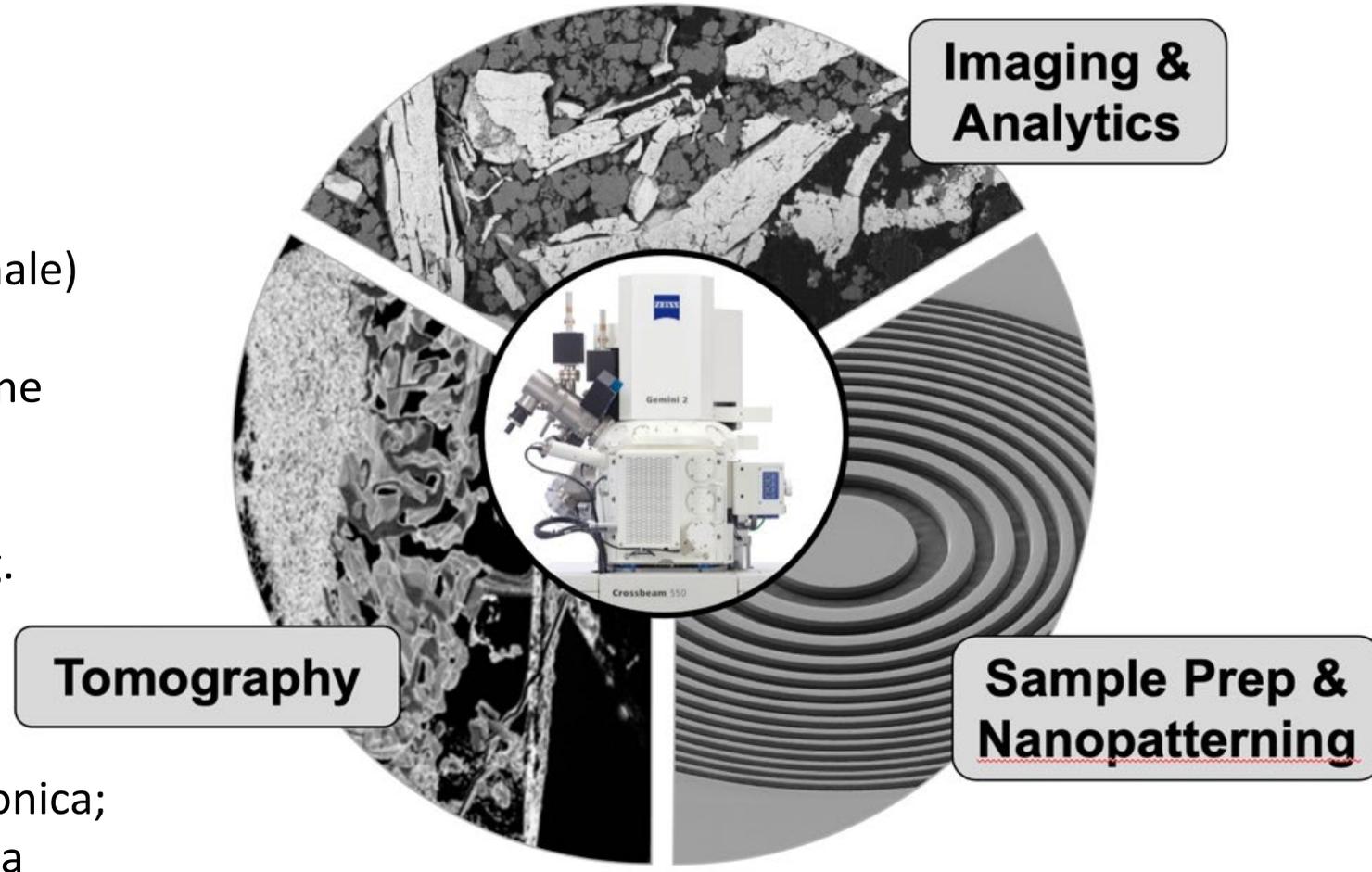
Microscopio elettronico a scansione con sorgente ad emissione di campo, accoppiato a colonna ionica e integrato di sistema di litografia elettronica e ionica (FIB-FEG SEM – IBL/EBL).



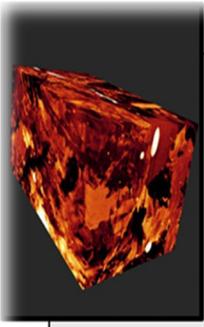
**Modello:** ZEISS Crossbeam 550 field emission - scanning electron microscope and focused ion beam microscope.

# Versatilità ed Alte Prestazioni

- Ultra-alta risoluzione di immagine alla scala nanometrica
- Microanalisi (EDS)
- Tomografia 3D (morfologica e composizionale) *site specific* su regioni di interesse (ROI) di volumi di 1000s di  $\mu\text{m}^3$  e più, con risoluzione nanometrica
- Preparativa - *site specific* - di campioni (e.g. TEM films, APT chips, pillaring per prove meccaniche) su ROI
- Nanofabbricazione sottrattiva (ablazione ionica; Ga-LMIS) e additiva (deposizione indotta da fascio; multi GIS 4 canali + compensatore di carica)

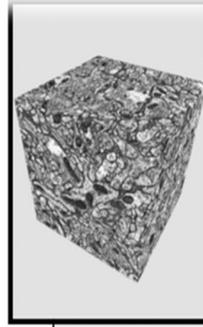


# Interdisciplinarieta



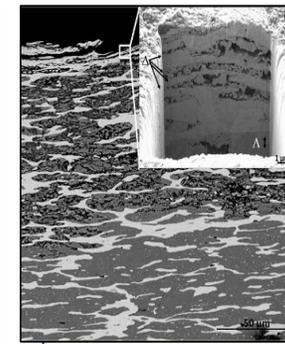
## Materials Research

- **Task:** Understand and tailor physical properties of materials. Develop new materials.
- **Examples:** Steels, Alloys, Polymers, Ceramics, Composites Films, Nanolayers
- **Image:** Manganese sulfide inclusions in steel. Courtesy of Georsmarienhütte GmbH, Germany



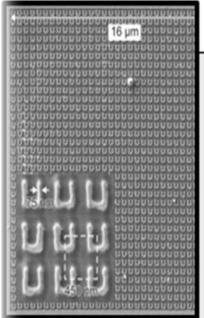
## Life Sciences

- **Task:** understand structure and function of biological material
- **Examples:** Cell biology, Neurobiology, Histology, Zoology, Botany
- **Image:** drosophila larval brain. Courtesy of C. Shan Xu, HHMI, USA



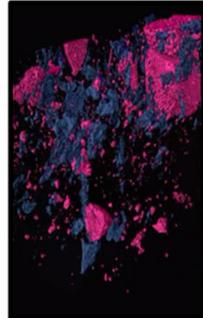
## Archeometry

- **Task:** Characterization of small cultural heritage objects.
- **Examples:** coins, jewelry, utensils
- **Image:** Roman coin



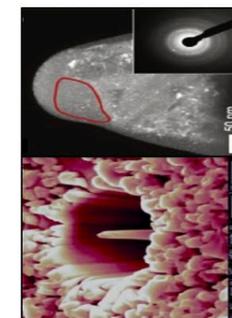
## Advanced Materials

- **Task:** Design materials and functional nanostructures with improved or new physical properties
- **Examples:** Metamaterials, MEMS, Biomaterials
- **Image:** Focused-Ion-Beam Nanofabrication of Near-Infrared Magnetic Metamaterials. Enkrich et al. Adv. Mater. 17 (2005)



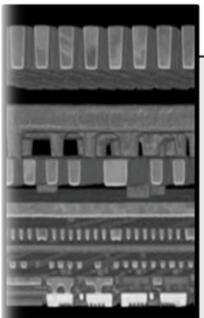
## Raw Materials

- **Task:** find new profitable deposits of natural resources
- **Examples:** Oil&Gas (sedimentary rocks, shale), Mining
- **Image:** Pyrites and voids in shale rock. Courtesy of NanoFUN, Poland



## Planetary materials

- **Task:** Characterization of small cultural heritage objects.
- **Examples:** coins, jewelry, utensils
- **Image:** Roman coin



## Electronics / Semiconductors

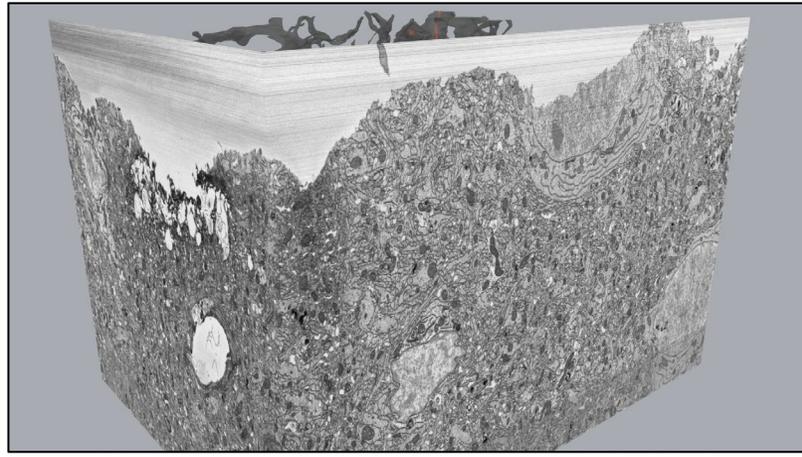
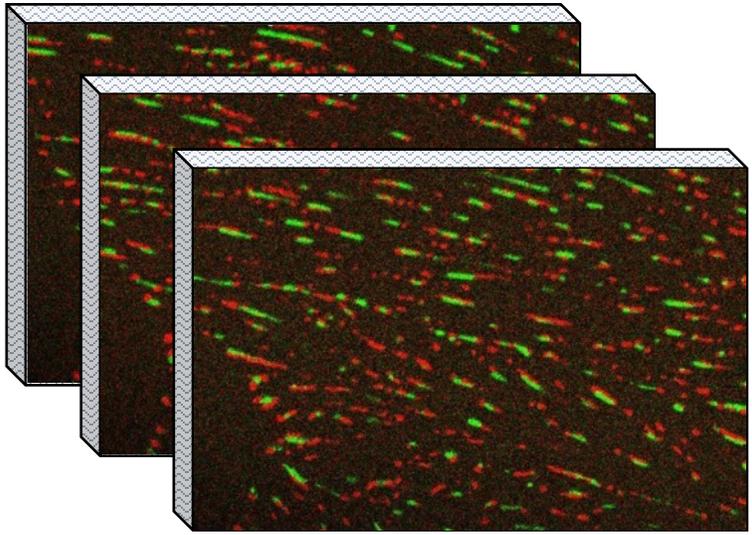
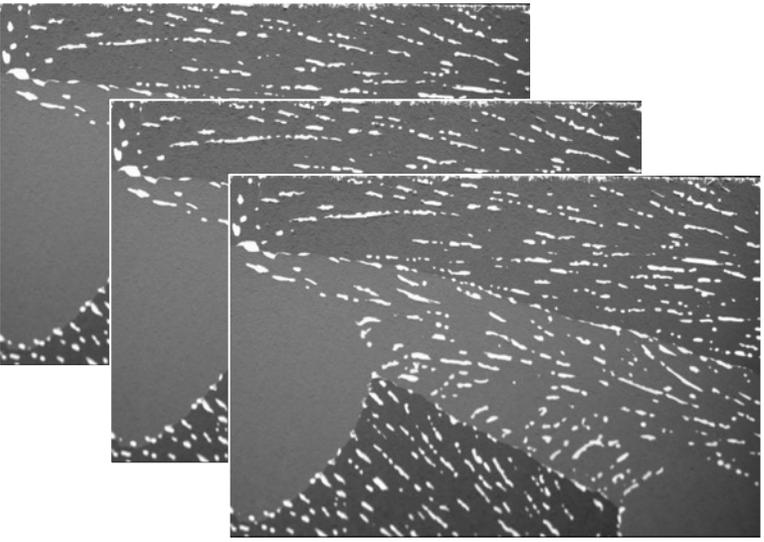
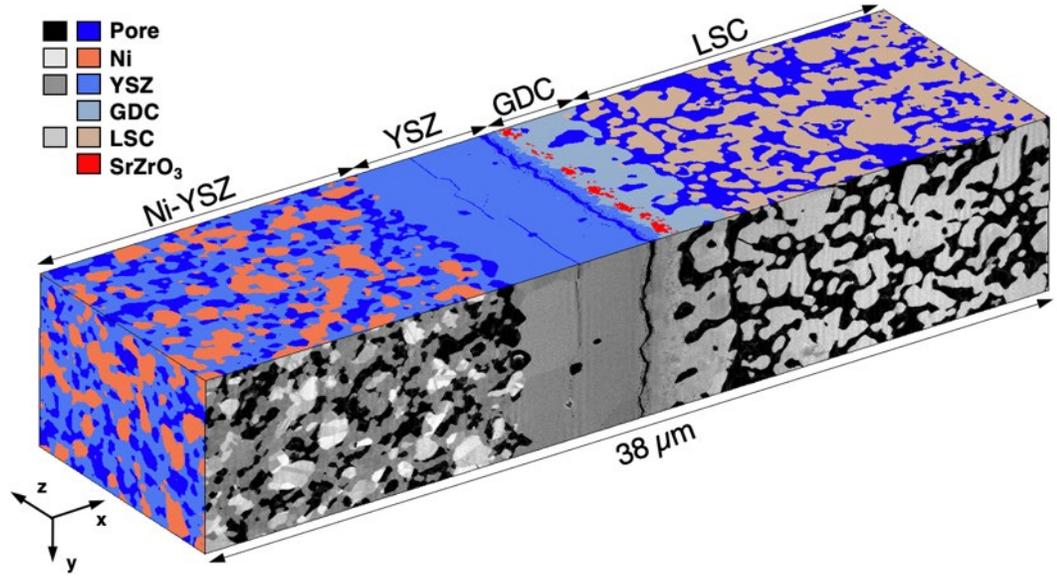
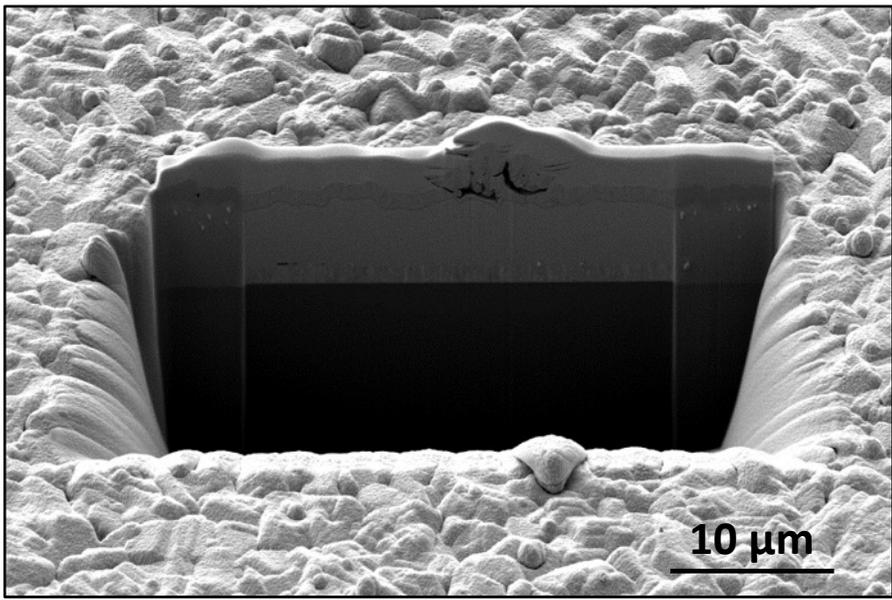
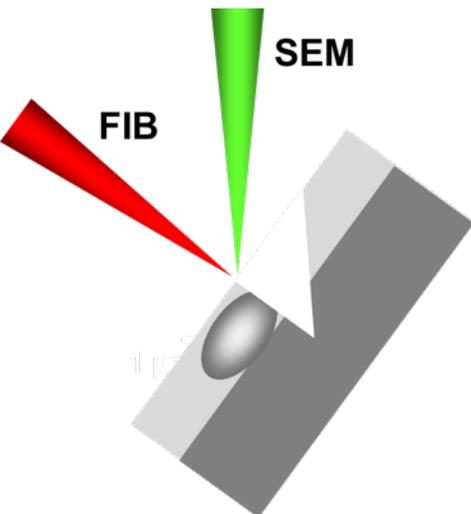
- **Task:** Design better and more efficient electronic devices. Failure Analysis.
- **Examples:** Semiconductors, Polymer Electronics, Photonics
- **Image:** Cross-Section of IC with Intel 22nm-Tri-Gate-technology. Courtesy of UBM TechnInsights, Canada



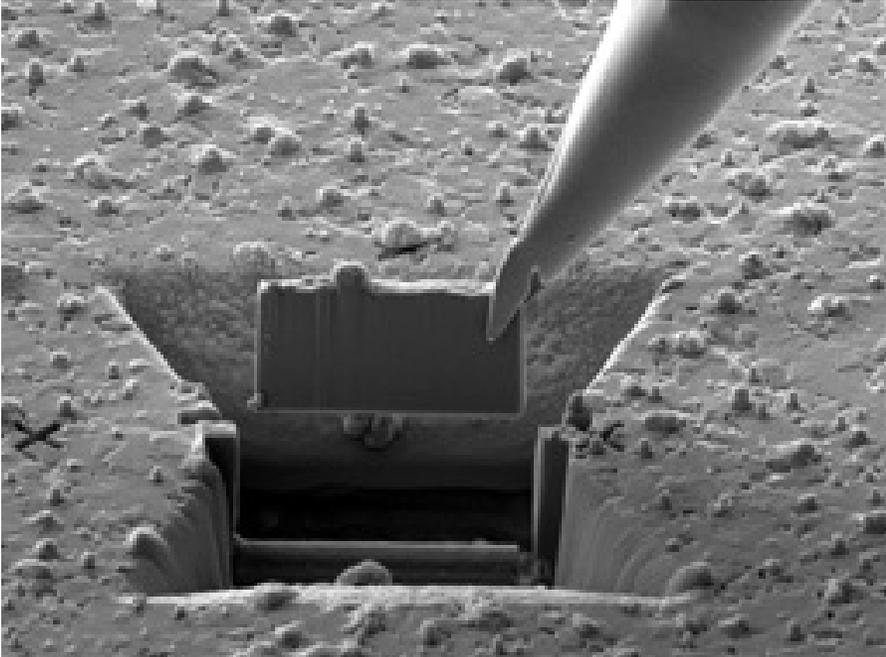
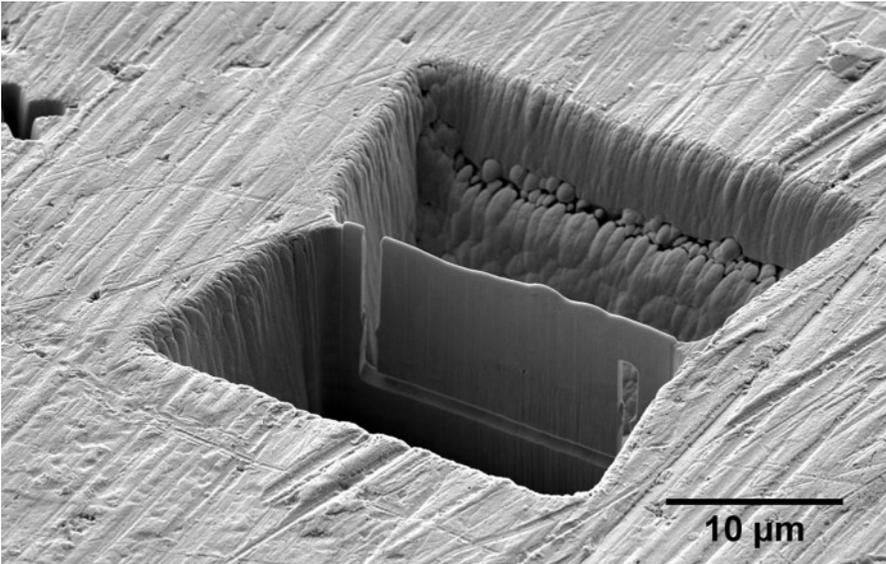
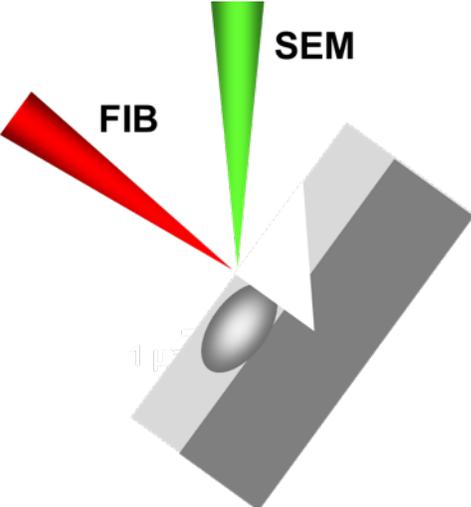
## Manufacturing

- **Task:** quality control of material systems used in different industries (e.g. automotive)
- **Examples:** Coatings, Oxidation, Corrosion, Irradiation
- **Image:** Crack in steel sheet. Courtesy of AUDI AG, Germany

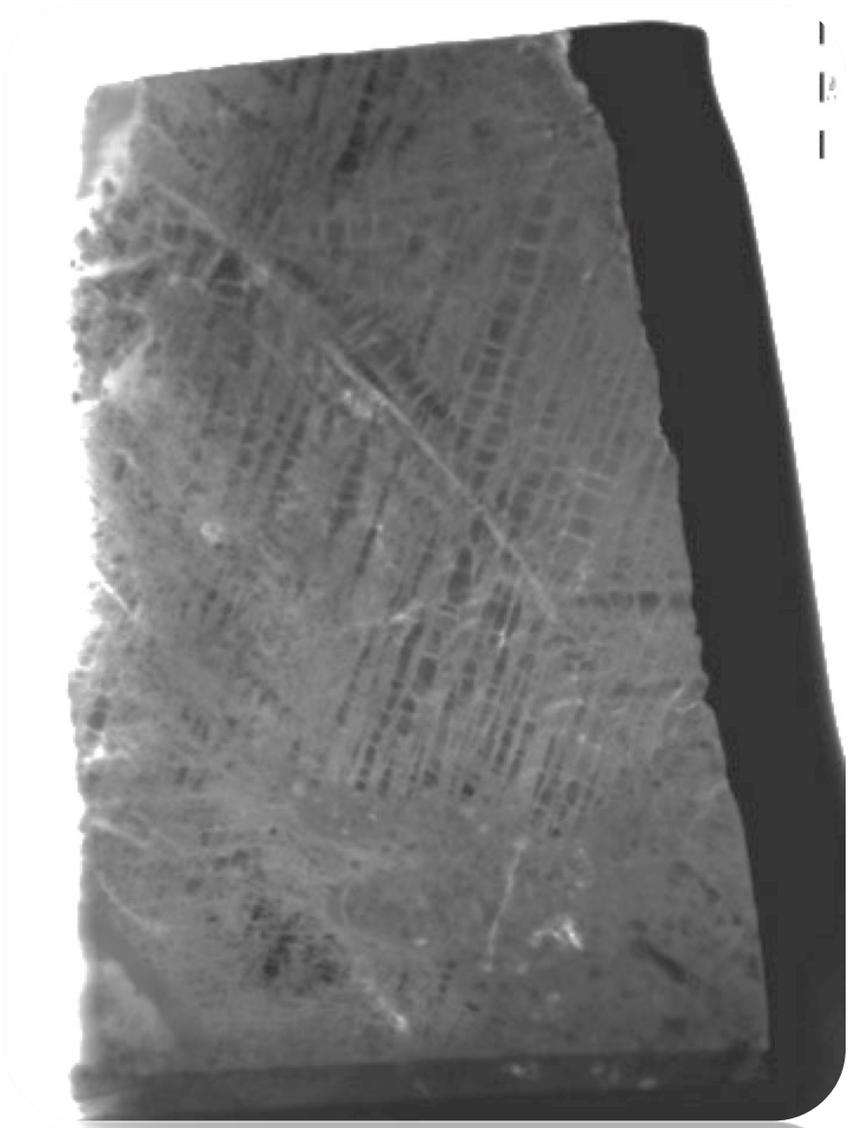
# Tomografia 3D (SEI, BEI, EDX)



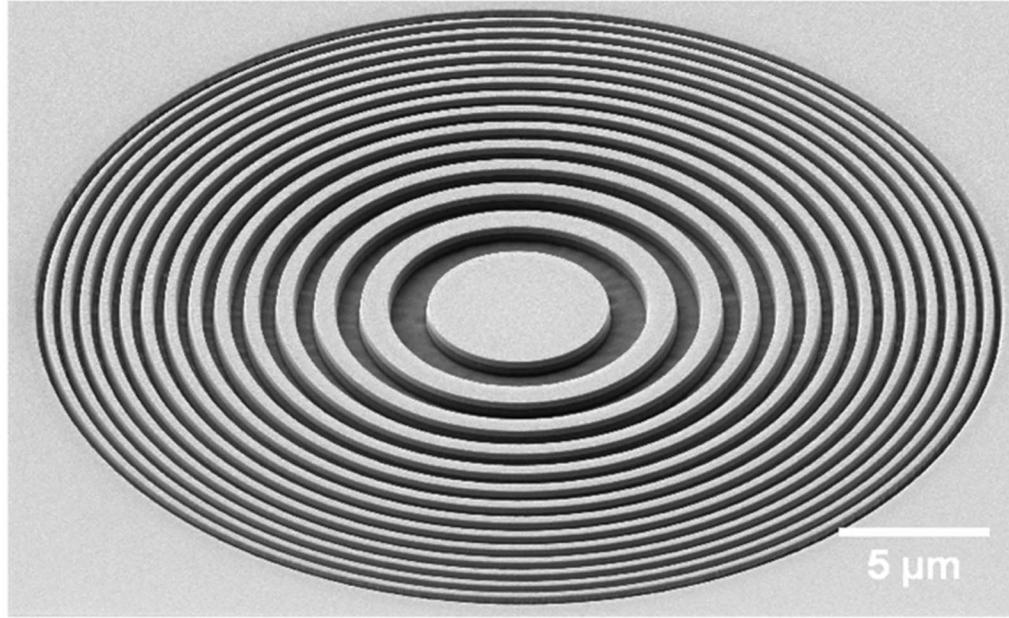
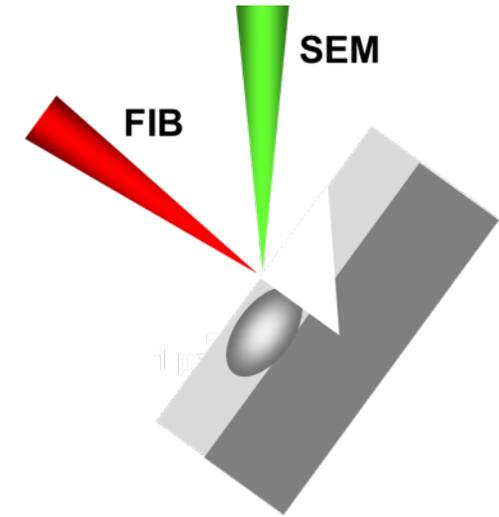
# Preparazione campioni (esempio lamelle TEM – *site specific*)



<https://www.youtube.com/watch?v=cUJvIJ8yRIU>



# Nanofabbricazione per erosione

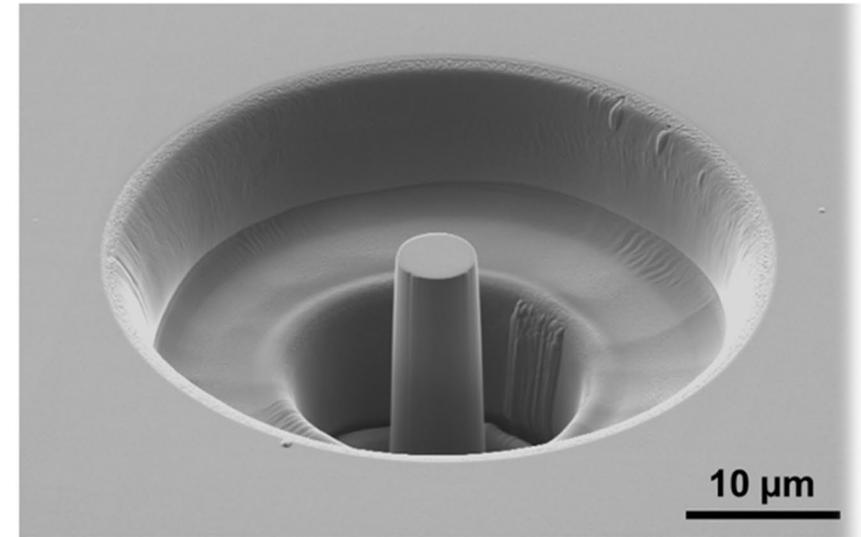


## Zone plate

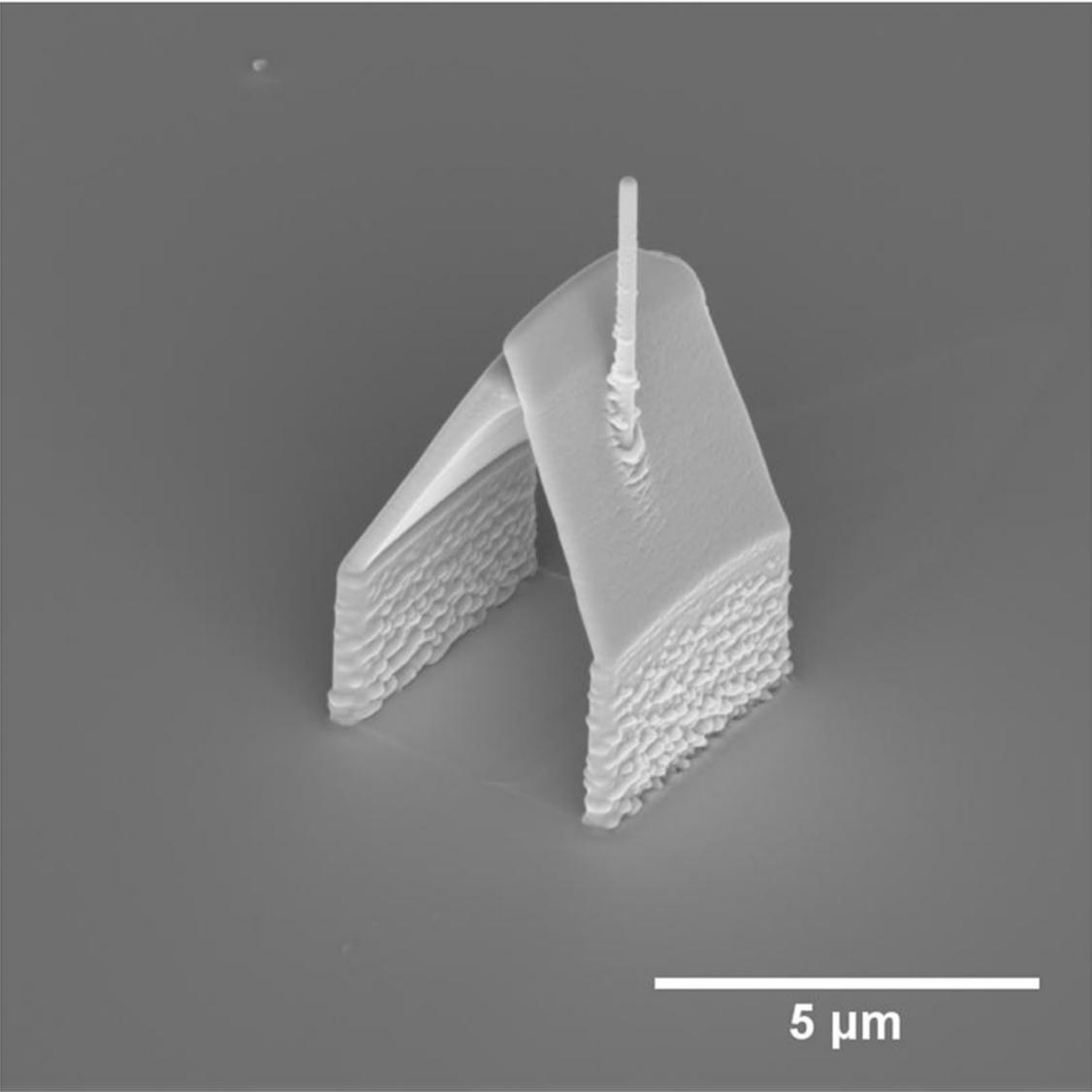
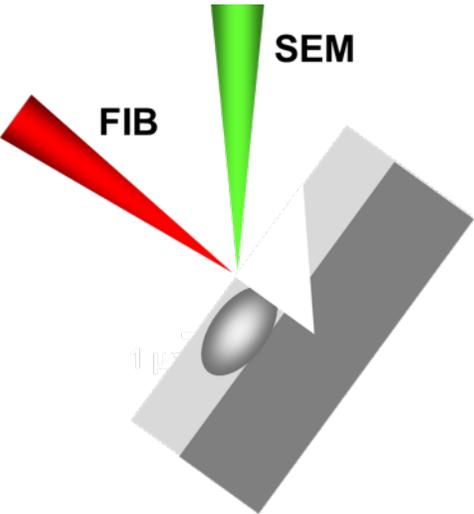
Iridium on silicon

Milled using automated drift correction

**Pillar for compression test**  
High entropy alloy CoCrFeMnNi



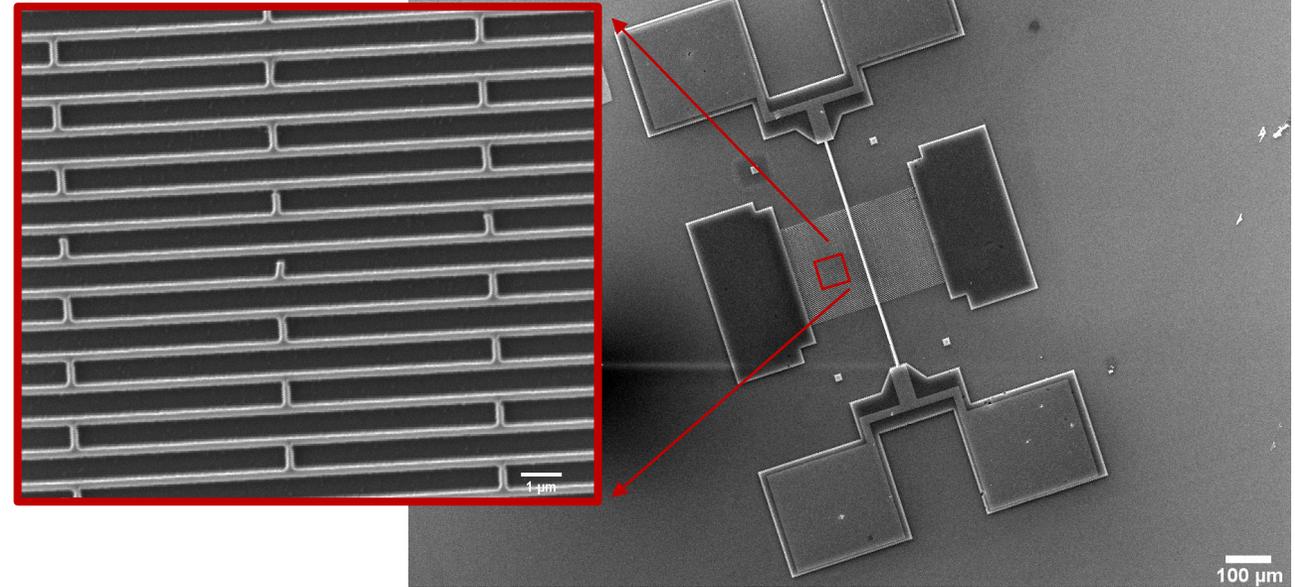
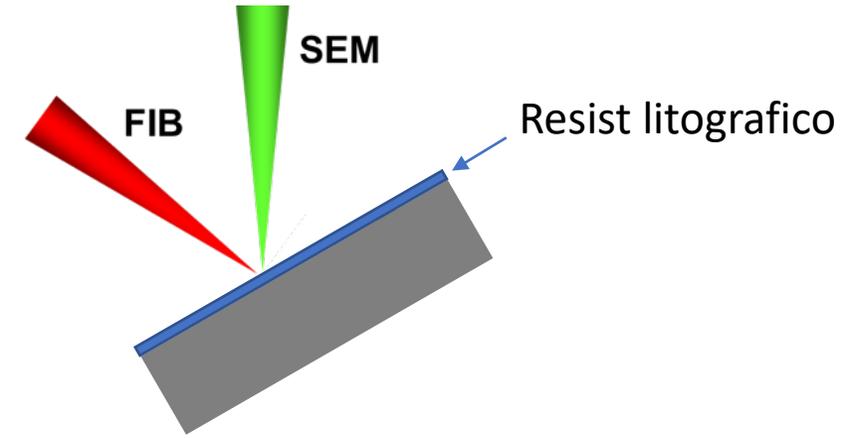
# Nanofabbricazione per deposizione



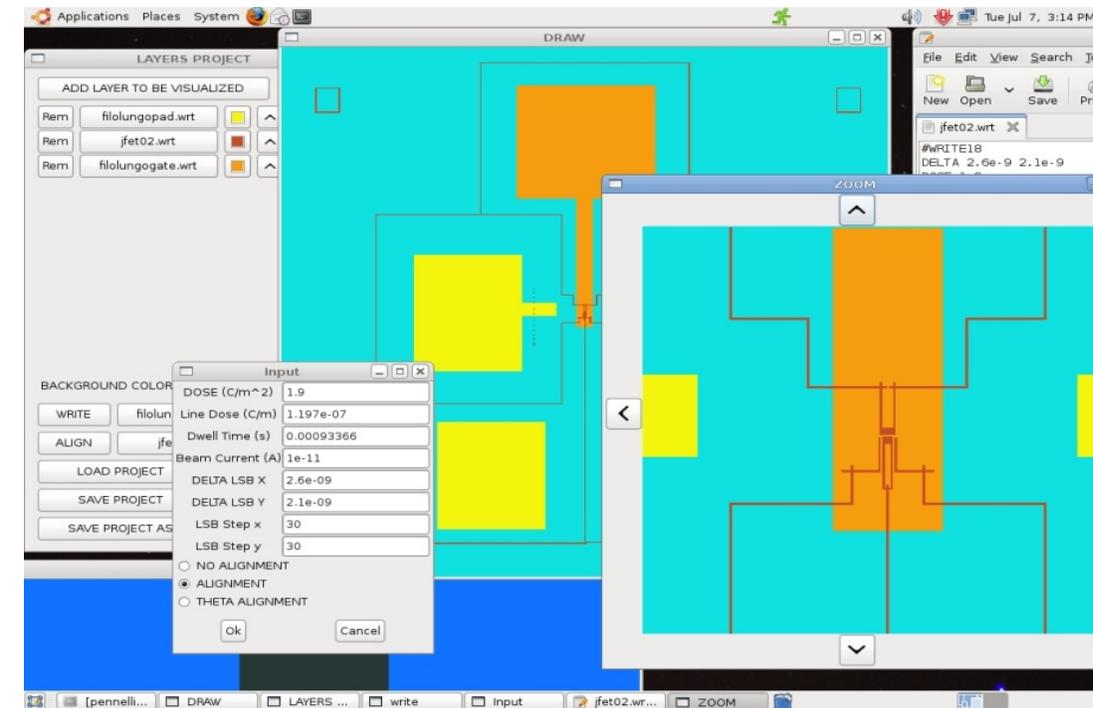
Small House

- Platinum IBID

# Nanofabbricazione per litografia elettronica/ionica



Esempio di dispositivo



Software di controllo: pattern generator (tecnologia sviluppata presso DII)

# Filiera (microscopia, microanalisi) e Sviluppo (micro-nanofabbricazione).

CISUP ESEM – FEG FEI Quanta 450 FEG

CISUP HR FEG-TEM 200kV JEOL JEM-F200

>>> Dual Beam

<https://cisup.unipi.it/labs/fei-quanta-450-esem-feg/>

<https://cisup.unipi.it/labs/hr-feg-tem-jeol-jemf200/>

<https://www.zeiss.com/microscopy/int/products/fib-sem-instruments/crossbeam.html>



ESEM – FEG @ DICI



Dual Beam

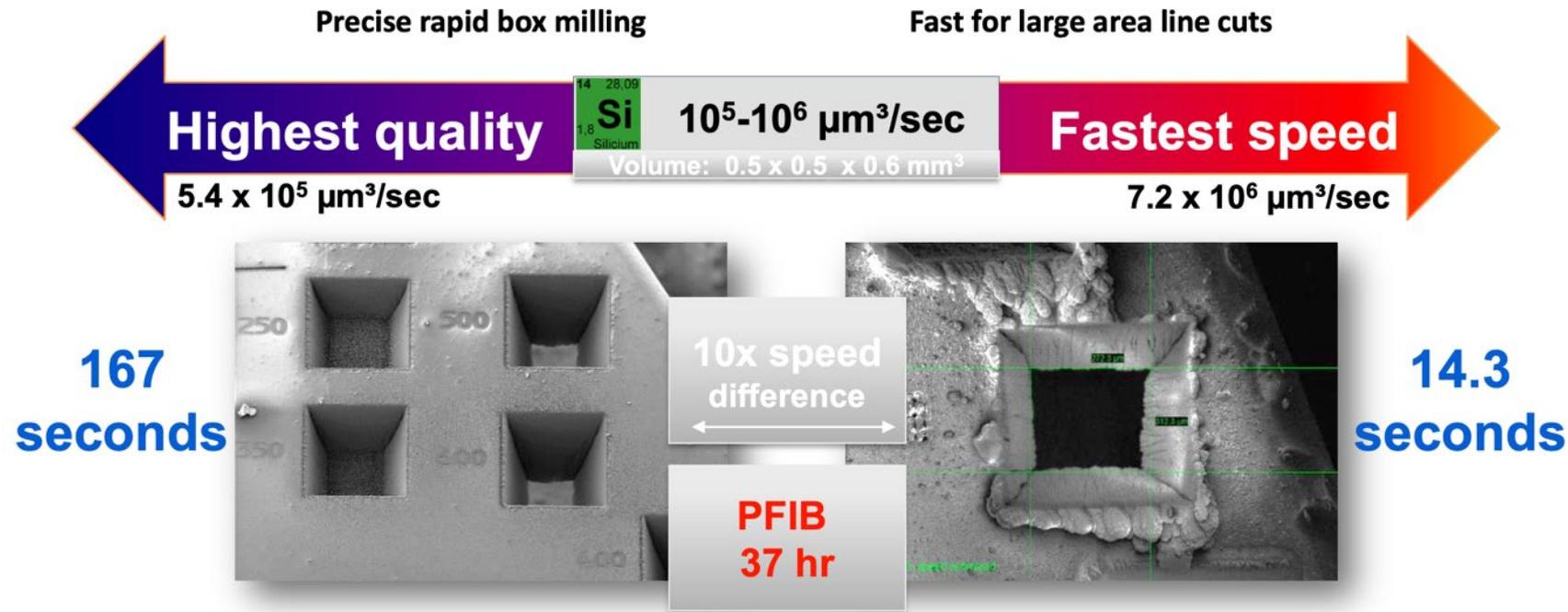


HR TEM – FEG @ DST

# Modularità

Integrabile con colonna femto-laser per ablazione rapida di zone sepolte in matrice

Varie porte libere per detector addizionali (n = 6/18) e stage per prove *in situ*



## Unicità

Tecnologie con brevetto registrato, o in via di registrazione riguardano prestazioni esclusive della colonna elettronica e dei suoi rilevatori.

CROSSBEAM 550 della Zeiss è l'unico in commercio ad essere predisposto per la integrazione del Sistema di ablazione (femto)laser in camera separata (brevetto ZEISS) per l'avvicinamento rapido (10x) alle ROIs sepolte in matrice.

... e ancora ....

- Zeiss leader nella microscopia correlativa
- Rete di assistenza capillare
- WS e scuole tematiche

# La configurazione

## FESEM-FIB CROSSBEAM 550 con Colonna FEG Gemini II e Colonna Ion Sculpture

- Tensioni accelerazione da **0,02 a 30kV**
- Risoluzioni: **0.8 nm @15kV, 1.6 nm @1kV (FEG) ; 3.0nm @ 30kV (FIB)**
- Corrente massima FEG = **100nA**, e FIB = **100nA**
- Camera con diametro interno 330 mm
- Tavolino super eucentrico a **6 assi** motorizzati:
  - ✓ X/Y=100mm Z=50mm, Z'=13mm (sesto asse per super-eucentricità), T=-4° - 70°, R=360°
- Rivelatori inclusi:
  - ✓ **Inlens SE**: rivelatore per SE ad alta risoluzione in colonna
  - ✓ **In-Chamber SE**: rivelatore in camera per immagini di elettroni secondary (ET-SE)
  - ✓ **Inlens EsB**: rivelatore di BSE ad alta risoluzione in colonna con filtro di energia
  - ✓ **aBSD1**: rivelatore BSE Pneumatico retraibile anulare a 6 settori
- Sistema da vuoto automatico di tipo **oil free**
- **Air Lock da 80 mm** per caricamento rapido senza apertura della porta principale
- **Multi GIS\*** a 4 canali + Charge compensator integrato
- Spettroscopia EDS: **EDX Avanzato con detector** 100mm<sup>2</sup>
- **Preparativa lamelle TEM**: Micromanipolatore, porta campione per lamelle
- **Beam blanker** complete unit per litografia elettronica e ionica
- **Plasma Cleaner**
- **Floodgun** per milling di campioni non conduttivi
- **Tandem Decel**
- Dual Joystick e Control Panel
- Compressore e Centralina di raffreddamento
- Acquisizione immagini fino a 50k x 40k pixel:
- 1 PC con Microsoft® Windows® 10 e n.2 monitor 24"
- **Atlas per Crossbeam (licenza principale) con pacchetto 3D tomography**
- **Atlas 5NPVE Engine** per litografia elettronica e ionica avanzate
- Installazione, Corso di formazione e Garanzia di **24** mesi



**Impatto**

# Sottoscrizioni, reti, centri e gruppi di ricerca

## Sottoscrizioni:

60 in Ateneo (personale di 5 dipartimenti e 24 SSD)

## Reti attive o attivabili:

- IIT Center for Nanotechnology and Innovation@NEST
- Centro di Cristallografia (CRIST) – Università di Firenze
- Center for Trace Analyses (CeTrA) della Università Ca' Foscari, Venezia
- CISIM – Centro Interdipartimentale di Scienza e Ingegneria dei Materiali – Università di Pisa
- Rete SIA (Sistema Interlaboratorio Antartico) – Programma Nazionale di Ricerche in Antartide (PNRA)

## Altri centri e gruppi di ricerca che han manifestato interesse:

- ASI, Agenzia Spaziale Italiana
- INGV Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia – sez. di Pisa, Pisa
- CNR-IPCF Consiglio Nazionale delle Ricerche Istituto Processi Chimico-Fisici – Messina
- IAPS-INAF Istituto Astrofisica e Planetologia Spaziali, Istituto Nazionale di Astrofisica – Roma
- Dipartimento di Scienza dei Materiali, Università di Milano Bicocca, Milano
- Piattaforma di Microscopia, Università di Milano Bicocca, Milano
- Dipartimento di Scienze Fisiche del Territorio e dell'Ambiente, Università di Siena, Siena
- Dipartimento di Scienze Biologiche, Geologiche e Ambientali, Università di Bologna, Bologna
- Dipartimento di Scienze della Terra e Ambiente, Università di Pavia, Pavia
- Dipartimento di Scienze e Tecnologie, Università di Napoli "Parthenope", Napoli
- CNR-IGG Consiglio Nazionale delle Ricerche Istituto di Geoscienze e Georisorse, Pisa
- INFN - Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, VIRGO, Pisa
- ELETTRA Sincrotrone Trieste, Linea SYRMEP e TomoLAB, Trieste



ISTITUTO NAZIONALE DI ASTROFISICA  
ISTITUTO DI ASTROFISICA E PLANETOLOGIA SPAZIALI DI ROMA



Elettra and FERMI lightsources



UNIVERSITÀ  
DEGLI STUDI  
FIRENZE



ALMA MATER STUDIORUM  
UNIVERSITÀ DI BOLOGNA



Università di Pavia



UNIVERSITÀ  
DI SIENA 1240

# Fattibilità



# Sostenibilità

## Piano di utilizzo

**Finalità:** facility al servizio della ricerca, formazione e terza missione di/per l'Ateneo, ma anche, di ricercatori di enti di ricerca esterni e terzi.

**Modalità di uso:** un regolamento normerà le attività del laboratorio conformemente al regolamento del CISUP.

**Tipologia di utenze:** ricercatori UniPi, ricercatori UniPi per attività non istituzionale, ricercatori di enti di ricerca esterni, terzi.

**Tariffario:** diversificato per tipo di utenza con sistema di prenotazione on-line.

**Monte ore di utilizzo** (al netto di assistenza tecnica, sviluppo, festività): ~800 ore anno, analogamente a lab FEI QUANTA 450 ESEM-FEG del CISUP - strumento analogo e di filiera di cui uno dei proponenti (LF) è il responsabile.

## Piano finanziario

**Costo Strumento:** ~1.2 M€ (trattabile)  
 contratto (2021) > saldo (2022)? OK  
 consegna: <5 mesi da contratto

**Funzionamento:** ~40 k€, include:  
 - contratto di manutenzione ~28 k€ + IVA, a partire dal terzo anno, cmq trattabile  
 - materiale di consumo ~6 k€

**Ammortamento:** 800 ore di lavoro (4 hr/day/40 w)  
**(calcolo conservativo)** tariffa base di 50 €/ora  
 = 40 k€/anno

## Manutenzione Dual Beam

Prestazioni	Tipo di contratto			
	Preventive	Preventive plus	Advanced	Premium
<b>1 Manutenzione Ordinaria</b>				
Manutenzione Preventiva all'anno secondo protocollo Zeiss	✓	✓	✓	✓
N.1 Kit Materiali per manutenzione (aperture, multihole, tenute UHV)	✓	✓	✓	✓
N.1 Sorgente FEG Schottky TFE 174C	✓	✓	✓	✓
Sorgente Ga+	✓	✓	✓	✓
Verifiche operative	✓	✓	✓	✓
Certificato di calibrazione	✓	✓	✓	✓
<b>2 Manutenzione Straordinaria</b>				
Interventi per ripristino funzionamento su richiesta		n.2	✓	✓
Verifiche operative		✓	✓	✓
<b>3 Parti di ricambio</b>				
Ricambi necessari per ripristino funzionamento				✓
<b>4 Assistenza da remoto</b>				
Supporto telefonico	✓	✓	✓	✓
Diagnostica e interventi in connessione remota	✓	✓	✓	✓
<b>6 Manutenzione predittiva</b>				
Servizio Zeiss Predictive : richiede connessione Internet (Non disponibile per serie 15xx, Supra e Ultra)	✓	✓	✓	✓
<b>7 Tempi di assistenza</b>				
Priorità di intervento		✓	✓	✓
<b>8 Sconti per attività extracontrattuali</b>				
Manodopera	15%	15%	15%	15%
Parti di ricambio	5%	5%	10%	include
	€19.900	€27.720	€37.800	€47.250

## **Piano risorse umane**

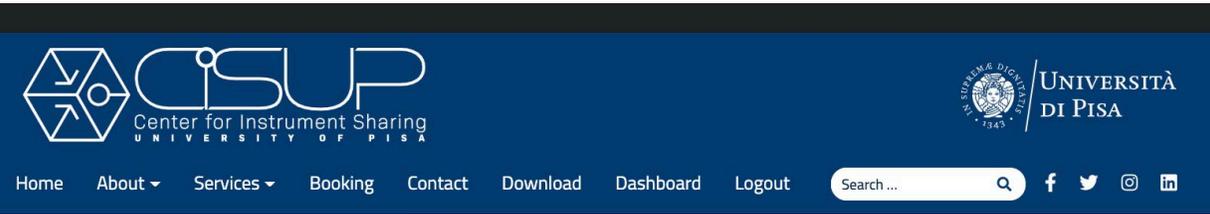
**Lab head:** individuato tra i proponenti per la gestione del laboratorio, la formazione del personale tecnico e la formazione e abilitazione all'uso autonomo di utenti esperti.

**Personale tecnico per funzionamento di base:** reso disponibile dalla struttura ospitante.

**Personale tecnico specializzato:** sebbene l'avvio del laboratorio non lo richieda, andrà poi previsto il reclutamento di un tecnico, anche part-time, per il servizio relativo ad alcune metodologie analitiche specialistiche, che prevediamo costituiscano circa il 40% del lavoro svolto dallo strumento.

# Visione

# CISUP Core Facility ... for ... Electron microscopy, Microanalyses & Nanofabrication?



Home About Services Booking Contact Download Dashboard Logout Search...

**OPERETTA: A new publication in the International Journal of Molecular Sciences**

A new publication for the OPERETTA's staff : Ablation of Acid Ceramidase Impairs Autophagy and Mitochondria Activity in Melanoma Cells. Keywords: acid ceramidase; adjuvant therapy; melanoma; autophagy; cancer biology; ceramides Abstract: Cutaneous melanoma is often resistant to therapy due to its high plasticity, as well...

[Read More...](#)



**CISUP**

The Center for Instrument Sharing of the University laboratory platform offering access to a wide range of physical science researchers.

CISUP gathers **466 faculty members** and technical staff from the CISUP mission of research, education and service at the national level.

Support our mission: [JOIN CISUP!](#)



- MASS SPECTROMETRY
- MATERIAL ANALYSIS
- MICROSCOPY
- NANOLAYERING
- NMR SPECTROSCOPY
- ULTRASOUND



- + XRM
- + XPS
- + EPMA
- + AP?



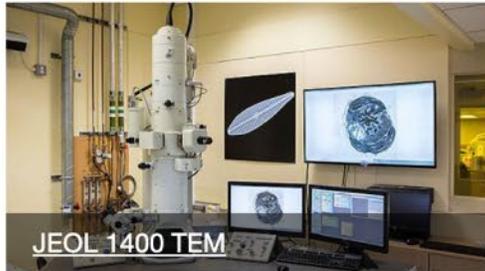
... qualcosa del genere!



## PEMC equipment

The available equipment offered by the PEMC

## Available equipment



JEOL 1400 TEM



JEOL 6610 LV SEM



JEOL 7001 FE SEM



Zeiss Crossbeam 550 FIB-SEM

## Proposta Dual Beam – Parole chiave:

- Grande strumentazione di base
- Filiera e sviluppo (microscopia, microanalisi, nanotecnologie)
- Versatilità
- Interdisciplinarietà
- Alte prestazioni
- Modularità
- Fattibilità e Sostenibilità

Info @

Luigi Folco (DST) [luigi.folco@unipi.it](mailto:luigi.folco@unipi.it)

Giovanni Pennelli (DII) [giovanni.pennelli@unipi.it](mailto:giovanni.pennelli@unipi.it)

Stefano Roddaro (DF) [stefano.roddaro@unipi.it](mailto:stefano.roddaro@unipi.it)

Alessandro Tredicucci (DF) [alessandro.tredicucci@unipi.it](mailto:alessandro.tredicucci@unipi.it)

<https://www.zeiss.com/microscopy/int/products/fib-sem-instruments/crossbeam.html>