

Técnicas de caracterización estructural de los materiales

Profesores: Dra. Amaia Iza Mendia
Dr. Jon Etxeberria Uranga

Créditos: 4

Objetivos

Sentar las bases científicas y prácticas de la utilización de las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, microanálisis de dispersión de energías y microscopía electrónica de transmisión, tanto desde el uso optimizado de cada técnica, como de la preparación de las muestras a analizar.

Programa

PREPARACIÓN METALGRÁFICA

- 1. INTRODUCCIÓN.**
- 2. FUNDAMENTOS PREPARACIÓN METALGRÁFICA**
- 3. CORTE**
- 4. ENGASTE, EMBUTICIÓN**
- 5. PULIDO MECÁNICO: LIJADO (DESBASTE) - LAPEADO – PULIDO**
- 6. PULIDO ELECTROLÍTICO**
- 7. ATAQUE**

METALGRAFÍA CUANTITATIVA

- 1. INTRODUCCIÓN**
- 2. DETERMINACIÓN FRACCIÓN EN VOLUMEN**
- 3. DETERMINACIÓN TAMAÑO DE GRANO**
- 4. DETERMINACIÓN ESPACIADO INTERLAMINAR PERLITA**

DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD, DRX)

- 1. PROPIEDADES DE LOS RAYOS X**
 - 1.1. INTRODUCCIÓN**
 - 1.2. RADIACIÓN ELECTROMAGNÉTICA**
 - 1.3. RADIACIÓN CONTINUA**
 - 1.4. RADIACIÓN CARACTERÍSTICA**
 - 1.5. ABSORCIÓN. FILTROS**

1.6. PRODUCCIÓN DE RAYOS X

2. GEOMETRÍA DE LOS CRISTALES

2.1. SISTEMAS CRISTALINOS. REDES DE BRAVAIS

2.2. PUNTOS DE COORDINACIÓN

2.3. DIRECCIONES Y PLANOS CRISTALOGRAFICOS. ÍNDICES DE MILLER

3. DIFRACCIÓN I: LA LEY DE BRAGG

3.1. DIFRACCIÓN

3.2. LEY DE BRAGG

3.3. DIRECCIONES / ÁNGULOS DE DIFRACCIÓN

3.4. DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X

4. DIFRACCIÓN II: INTENSIDAD DE LOS HACES DIFRACTADOS

4.1. DISPERSIÓN POR UN ELECTRÓN

4.2. DISPERSIÓN POR UN ÁTOMO

4.3. DISPERSIÓN POR UNA CELDA UNIDAD

4.4. CÁLCULO DEL FACTOR DE ESTRUCTURA

4.5. ECUACIÓN Y CÁLCULO DE LA INTENSIDAD

5. APLICACIONES. MÉTODOS EXPERIMENTALES

6. PRACTICA EN EL DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO SEM

1. INTRODUCCIÓN. COMPARACIÓN MICROSCOPIA ÓPTICA – ELECTRÓNICA

2. COMPONENTES DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

2.1 CAÑÓN DE ELECTRONES (FILAMENTO)

2.2. COLUMNA ELECTRÓNICA (LENTE ELECTROMAGNÉTICAS)

2.3 STAGE, CÁMARA O PLATAFORMA PARA LA COLOCACIÓN Y MOVIMIENTO DE LAS MUESTRAS, DETECTORES.

2.4. DISPLAYS PARA VISUALIZAR LA IMAGEN

2.5 CIRCUITOS ELECTRÓNICOS – GENERADOR DEL BARRIDO

2.6 SISTEMA DE VACÍO

2.7 RESOLUCIÓN - CONTRASTE – PROFUNDIDAD DE CAMPO EN EL SEM

3. INTERACCIÓN DE LOS ELECTRONES CON LA MATERIA

3.1 PENETRACIÓN - VOLUMEN DE INTERACCIÓN

3.2 ELECTRONES SECUNDARIOS (SE)

3.3 INTERACCIONES ELÁSTICAS: ELECTRONES RETRODISPERSADOS (BSE)

3.4. EFECTO DE CARGA ELECTROSTÁTICA

3.5 EMISIÓN DE RAYOS X - ELECTRONES AUGER

3.6 OTRAS INTERACCIONES

3.7 RESOLUCIÓN ESPACIAL DE LAS DISTINTAS INTERACCIONES

4. SISTEMAS DE DETECCIÓN Y MODOS DE OPERACIÓN

4.1 DETECTOR DE ELECTRONES SECUNDARIOS (SE)

4.1 DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS (BSE)

5. EJEMPLOS PRÁCTICOS

6. PRACTICA EN EL SEM

ESPECTROSCOPIA DE ENERGÍAS DISPERSADAS DE RAYOS X. EDS

1. INTRODUCCIÓN

2. GENERACIÓN DE RAYOS X

2.1 RADIACIÓN CARACTERÍSTICA

2.2. RADIACIÓN CONTINUA

2.3 FLUORESCENCE YIELD

2.4 ABSORCIÓN DE RAYOS X – FLUORESCENCIA DE RAYOS X

3. SISTEMAS DE DETECCIÓN

3.1 DETECTOR

3.2. PROCESAMIENTO DE LOS PULSOS

3.3. RESOLUCIÓN

3.4 CALIBRACIÓN

4. INTERACCIÓN HAZ-MUESTRA

4.1. VOLUMEN DE INTERACCIÓN

5. OPERACIÓN DEL SEM-EDS

5.1. GEOMETRÍA

5.2. CORRIENTE –TAMAÑO DEL HAZ

6. ANÁLISIS CUALITATIVO

6.1 DECONVOLUCIÓN DE LOS PICOS

6.2. ARTEFACTOS ESPECTRALES

7. ANÁLISIS CUANTITATIVO

7.1 SUBSTRACCIÓN DEL BACKGROUND

7.2 CORRECCIÓN DE LA MATRIZ. K-RATIO

7.3 CORRECCIÓN ZAF

7.4 PELÍCULAS DELGADAS

8. MAPPING RAYOS X

9. ASPECTOS PRACTICOS

TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS, EBSD

1. INTRODUCCIÓN

2. FUNDAMENTOS

3. CONFIGURACIÓN EQUIPO

4. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

5. INDEXADO

5.1 ÍNDICE DE CONFIANZA

5.2 PROCESADO DE IMAGEN

5.3 DETECCIÓN DE BANDAS

5.4 INDEXADO

5.5 TRANSFORMADA DE HOUGH

6. VISUALIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA

6.1 MAPA DE CALIDAD DE IMAGEN

- 6.2 CONCEPTO DE GRANO MEDIDO MEDIANTE EBSD
- 6.3 MAPA DE LA FIGURA DE POLOS INVERSA
- 6.4 MAPA DE JUNTAS/SUBJUNTAS DE GRANO.
- 6.5 JUNTAS CSL.

7. ORIENTACIÓN CRISTALINA

- 7.1 ÁNGULOS DE EULER
- 7.2 EJE/ÁNGULO
- 7.3 VECTOR DE RODRIGUES
- 7.4 (HKL)[UVW]
- 7.5 FUNCIÓN DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIONES (ODF, TEXTURAS)
- 7.6 FIGURA DE POLOS
- 7.7 FUNCIÓN DE DISTRIBUCIÓN DE DESORIENTACIONES (MDF)

8. PROCEDIMIENTOS DE LIMPIEZA

9. APLICACIONES

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN TEM

1. INTRODUCCIÓN

2. FUNDAMENTOS

3. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

- 3.1 ELECTROPULIDO
- 3.2 BOMBARDEO IÓNICO
- 3.3 RÉPLICAS DE EXTRACCIÓN
- 3.4 FOCUSED ION BEAM, FIB

4. CAÑÓN DE ELECTRONES

- 4.1 TERMOIÓNICO
- 4.2 EMISIÓN DE CAMPO.

5. LENTES

5.1 LENTES ELECTROMAGNÉTICAS

5.2 LENTE CONDENSADORA

5.3 LENTE OBJETIVA

5.4 APERTURA OBJETIVA

- *Trabajo en modo imagen*
- *Trabajo en modo difracción*
- *Trabajo en modo campo claro/ oscuro*

5.5 LENTES INTERMEDIAS

5.6 LENTES PROYECTORAS

6. SISTEMA DE VACÍO

7. PORTAMUESTRAS

8. MODOS DE OPERACIÓN. APLICACIONES

8.1 TRABAJO EN MODO IMAGEN. CONTRASTE POR DIFRACCIÓN/CONTRASTE POR DIFERENCIA DE FASE.

8.2 TRABAJO EN MODO DIFRACCIÓN

8.3 TRABAJO EN MODO CAMPO OSCURO

8.4 MICROANÁLISIS

9. DIFRACCIÓN

9.1 INTRODUCCIÓN

9.2 GEOMETRÍA

- *Geometría de la difracción*
- *Red recíproca*
- *Construcción de la esfera de Ewald*
- *Vector g*
- *Parámetro de desviación, s*
- *Esfera de EWALD y Figuras de Difracción*

9.3 INTENSIDAD

- *Factor de estructura*

9.4 DIFRACCIÓN DE ELECTRONES

- *Interpretación figuras de difracción*
- *Líneas de Kikuchi*
- *Haz Convergente*
- *Figuras de Anillos*

10. APLICACIONES

Metodología de enseñanza y aprendizaje

Clases teóricas correspondientes a cada una de las técnicas junto con un tiempo adicional para el uso y manejo práctico de los equipos involucrados.

Criterios y procedimientos de evaluación

Los alumnos realizarán trabajos de carácter individual en los que se analice la idoneidad y el alcance de la utilización de las diversas técnicas de caracterización microestructural que se describen en el curso en el desarrollo de los proyectos de investigación en los que se trabaja. La calificación final se determinará en función del contenido, profundidad y conclusiones alcanzadas.

Bibliografía

- METALLOGRAPHIC POLISHING BY MECHANICAL METHODS. SAMUELS (PITMAN-1967)
- SURFACE PREPARATION AND MICROSCOPY OF MATERIALS. BOUSFIELD (JHON WILEY-1994)
- METALOG GUIDE. STRUERS.
- METALS HANDBOOK
- CERAMIC AND CERAMIC COMPOSITES: MATERIALOGRAPHIC PREPARATION. (ELSEVIER. 1999)
- PRACTICA METALOGRAFICA. (G.L KEHL 1963)
- SPECIMEN PREPARATION IN MATERIALS SCIENCE (P.J. GOODHEW 1973)
- QUANTITATIVE METALLOGRAPHY. C. M. SELLARS. CURSO MASTER EN METALURGIA.
- PRACTICAL MICROSCOPICAL METALLOGRAPHY. GREAVES, AND WRIGHTON
- ELEMENTS OF X-RAY DIFFRACTION. B. D. CULLITY
- SCANNING ELECTRON MICROSCOPY: PHYSICS OF IMAGE FORMATION AND MICROANALYSIS. L. REIMER. ED. SPRINGER. 1998
- THE PRINCIPLES AND PRACTICE OF ELECTRON MICROSCOPY. I. M. WATT. ED. CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS. 1996
- MICROSCOPY OF MATERIALS. D.K BOWEN AND C.R. HALL. 1975
- ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION IN MATERIALS SCIENCE. EDITED BY ADAM H. SCHWARTZ, MUKUL KUMAR, AND BRENT L. ADAMS. KLUWER ACADEMIC/PLENUM PUBLISHERS. NEW YORK, 2000.
- OIM ANALYSIS. USERS MANUAL. TSL, EDAX, 2001

- D.J. DINGLEY AND D.P. FIELD. ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION AND ORIENTATION IMAGING MICROSCOPY. MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY, V 13, N 1, 1997, P 69.
- TEM BY EDINGTON ED. PHILIPS TECHNICAL LIBRARY, 1974
 - 4 VOLÚMENES
 - THE OPERATION AND CALIBRATION OF THE ELECTRON MICROSCOPE
 - ELECTRON DIFFRACTION IN THE ELECTRON MICROSCOPE
 - INTERPRETATION OF TRANSMISSION ELECTRON MICROGRAPHS
 - TYPICAL ELECTRON MICROSCOPE INVESTIGATIONS
- ELECTRON MICROSCOPY OF MATERIALS. AN INTRODUCTION BY MANFRED VON HEIMENDAHL. ED. ACADEMIC PRESS, 1980
- [HTTP://FEIC.COM/SUPPORT/TEM](http://FEIC.COM/SUPPORT/TEM)
- [HTTP://WWW.MATTER.ORG.UK/TEM](http://WWW.MATTER.ORG.UK/TEM)
- [HTTP://WWW.MATTER.ORG.UK/DIFFRACTION](http://WWW.MATTER.ORG.UK/DIFFRACTION)
- SPECIMEN PREPARATION FOR TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY OF MATERIALS. PETER J. GOODHEW. ROYAL MICROSCOPICAL SOCIETY. MICROSCOPY HANDBOOKS 03. OXFORD UNIVERSITY PRESS, 1984.
- TEM MICROSCOPY OF MATERIALS. G. THOMAS, M. GOERINGE, J. WILLEY SONS
- ELECTRON OPTICAL APPLICATION IN MATERIALS SCIENCE. L.E. MURR. MC GRAW HILL SERIES.
- P.B. HIRSCH ET AL. – ELECTRON MICROSCOPY OF THIN CRYSTALS (BUTTERWORTHS), 1965.
- S. AMELINCKS ET AL. – MODERN DIFFRACTION AND IMAGING TECHNIQUES IN MATERIAL SCIENCE (NORTH-HOLLAND), 1970.
- U. VALDRÉ – ELECTRON MICROSCOPY IN MATERIALS SCIENCE (ACADEMIC PRESS), 1970.
- G. THOMAS – TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY OF METALS (WILEY), 1962.
- K.W. ANDREWS ET AL. – INTERPRETATION OF ELECTRON DIFFRACTION PATTERNS (HILGER), 1971.
- M.H. LORETTO & R.E. SMALLMAN – DEFECT ANALYSIS IN ELECTRON MICROSCOPY. SCIENCE PAPERBACKS, CHAPMAN AND HALL, LONDON, 1975.
- DAVID B. WILLIAMS AND C. BARRY CARTER-TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY (PLENUM PRESS. NEW YORK AND LONDON), 1996.