

ASIGNATURA: TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE ESTRUCTURA DE MATERIALES I: Microscopia electrónica y técnicas asociadas

Profesorado propuesto: CNME y CNIM (Paloma Adeva y David Morris) y CIEMAT (María González, preparación muestras por FIB)

PRESENTACIÓN DE LA ASIGNATURA: INTRODUCCIÓN MUY GENERAL DE LOS TEMAS A TRATAR (1h). Se indicará a los alumnos, de forma muy general, los temas a tratar: Técnicas difractométricas y espectroscópicas.

Se explicará la organización de la asignatura en cuanto a clases teóricas, prácticas en aulas y en microscopios y laboratorios.

Bloque I: Microscopia electrónica de transmisión

I.a) **Introducción: Difracción** (incluye una **clase teórica de 1h** y una **clase práctica de 1h** que consistirá en la visita al CAI de RX, se mostrarán los equipos a los alumnos y se le mostrará algún ejemplo concreto)

Aunque la asignatura, y en concreto este bloque, se fundamenta en la microscopia electrónica de transmisión y en la difracción de electrones. Se realizará una clase introductoria de difracción en la que se mencionará como, en función de la longitud de onda que se utilice, existen distintas técnicas difractométricas: difracción de RX, neutrones y electrones.

I.b) Difracción de electrones

Clases teóricas (3h): Se explicarán fundamentos de la difracción de electrones de área seleccionada y de difracción de electrones de haz convergente.

Clases prácticas:

- Clases prácticas en un aula (3h) en las que se plantearán ejemplos concretos con diagramas SAED y de microdifracción de distintos materiales (muestras policristalinas, nanopartículas, monocristal). Los alumnos aprenderán a indexar y a obtener información estructural de los diagramas de difracción de electrones.

- Clases prácticas en el CNME (2h): se enseñarán a los alumnos los microscopios disponibles en el CNME para llevar a cabo el estudio de difracción de electrones. Se organizarán sesiones prácticas en grupos reducidos en las que el alumno tendrá acceso al microscopio.

I.c) Microscopia electrónica de transmisión (TEM)

Clases teóricas (3h): Se realizará una sesión introductoria en la que se establecerán diferencia entre la microscopia electrónica de transmisión convencional y la microscopia electrónica de transmisión modo barrido (que se abordará en el siguiente apartado). Posteriormente, se tratarán principios básicos de la microscopia electrónica de transmisión y se sentarán las bases de la microscopia electrónica de alta resolución discutiéndose aspectos prácticos para la obtención de imágenes de alta resolución en materiales avanzados. Simulación de imagen

Clases prácticas (4 h):

- Clases prácticas en un aula (3h): se estudiarán imágenes de alta resolución correspondientes a distintos materiales (óxidos mixtos, nanopartículas metálicas...). Primero se estudiarán las imágenes de forma directa (distancias interplanares, transformadas de Fourier, visualización de defectos....). Cálculos de imagen.
- Clases prácticas en el CNME (2h): se enseñarán los microscopios más adecuados para llevar a cabo microscopia electrónica de alta resolución. Se organizarán sesiones prácticas en grupos reducidos en las que el alumno tendrá acceso al microscopio.

I.d) Microscopia electrónica de transmisión en modo barrido (STEM)

Clases teóricas (2h): Fundamentos y aplicaciones de STEM

Clases prácticas (1h):

- En el aula: se discutirá un ejemplo práctico y la información analítica que proporciona
- Clases prácticas en el CNME: se establecerá una sesión práctica en la que los alumnos tendrán acceso al estudio en modo STEM de una muestra.

Bloque III: Microscopia electrónica de aberración corregida

Una vez descritas las bases de la microscopia electrónica en los modos TEM y STEM se introducirán los fundamentos y aplicaciones de la microscopia electrónica de aberración corregida.

Clases teóricas (2h): Fundamentos de la microscopia electrónica de aberración corregida en lente objetivo (1h) y en sonda (1h).

Clases prácticas:

-En el aula (2h): seminarios en los que se abordarán ejemplos concretos de cómo las nuevas microscopias son capaces de caracterizar materiales con resolución atómica.

-En CNME: visita en grupos reducidos al microscopio con corrección de aberración en sonda ARM200 cFEG.

Bloque IV: Técnicas espectroscópicas asociadas a la microscopia electrónica

Se impartirán clase teóricas y prácticas de espectroscopias por dispersión de energía de rayos X (EDS) y pérdida de energía de electrones (EELS) ya que son técnicas disponibles, generalmente, en los microscopios electrónicos y que complementan la información estructural y/analítica que se obtiene en ellos. Se destacará su importancia en los microscopios con corrector de aberración.

Clases teóricas:3h

Clase prácticas:

- En el aula (2h): Interpretación de espectros.
- En el CNME (1h): Adquisición de espectros.

Bloque V: Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Se abordarán por una parte: a) aspectos básicos de la técnica poniendo de manifiesto la información que puede obtenerse acerca de la morfología y composición de las muestras y por otra parte b) se comentarán los avances más recientes en esta técnica.

Clases teóricas (2h): Fundamentos y aplicaciones de SEM

Clases prácticas (2h):

- Clases prácticas en el CNME (2h): se impartirán dos sesiones prácticas en grupos reducidos en un microscopio SEM convencional y en dos microscopios de nueva generación.

Bloque VI: Preparación de muestras para su visualización en un microscopio electrónico

Puesto que el punto de partida para la observación en el microscopio electrónico es “La muestra” es fundamental saber cómo hay que prepararla. De acuerdo con el tipo de microscopio y el tipo de muestra que quiera observarse el tipo de preparación también varía. En este apartado se realizará un seminario de 1h para centrar los aspectos anteriores y se realizarán posteriormente sesiones prácticas con distintos tipos de muestras e instrumentación (3h).