

## Técnicas para el estudio de materiales

El objetivo del curso es introducir al estudiante en diferentes técnicas experimentales para el estudio de materiales, y con ello también un acercamiento a distintos tipos de materiales (semiconductores, superconductores, nanomateriales, amorfos, polímeros, etc) a través de la aplicación de estas técnicas. El mismo, se divide en seis módulos seleccionados entre todos los módulos aprobados, comprendiendo distintos tipos de técnicas de caracterización que abarcan desde la morfología del material (microscopía electrónica, DLS y absorción de gases) hasta las propiedades que éstos exhiben (ópticas, vibracionales, estructurales, térmicas, eléctricas, magnéticas y mecánicas). Cada módulo tendrá una duración de dos o tres semanas según se establece a continuación, en las cuales se describirá la técnica, el potencial de la misma, y se trabajarán algunos ejemplos de su aplicación. De ser posible, se mostrará la técnica en el laboratorio.

### **Público objetivo:**

El curso está enfocado a estudiantes de grado y posgrado de las carreras de física y química. Los estudiantes de grado deberán tener aprobado el curso de física del estado sólido o materias afines en otras carreras de grado.

**Responsable:** Sofía Favre

**Docentes Involucrados:** Sofía Favre (PEDECIBA Física), Javier Pereyra (PEDECIBA Física), Ivana Aguiar (PEDECIBA Química), María Eugenia Pérez (PEDECIBA Química), Álvaro Olivera (Técnico del TEM-CURE), Mauricio Rodríguez (PEDECIBA Química), Livia Arizaga (PEDECIBA Química), Andrea De León (PEDECIBA Química), Mariano Romero (PEDECIBA Química), Santiago Botasini (PEDECIBA Química).

### **Programa:**

#### ***Módulo 1 – Propiedades Térmicas. (2 semanas)***

Análisis térmico, técnicas disponibles y breve descripción de los equipos usados. Calorimetría Diferencial de Barrido. Cinéticas de reacción, obtención de sus parámetros más relevantes como la energía de activación del proceso. Tratamiento de datos. Técnicas híbridas. Ejemplos en Materiales Amorfos, cambios de fase, transición vítrea y cristalización. Dr. Mauricio Rodríguez.

#### ***Módulo 2 – Propiedades ópticas. (2 semanas)***

Propiedades ópticas de materiales, conductores y semiconductores. Técnicas de caracterización por Fotoluminiscencia, Transmitancia y Reflectancia óptica e interpretación de los resultados. Ejemplo de aplicación a materiales semiconductores para celdas solares y materiales nanoestructurados. Dr. Javier Pereyra.

### ***Módulo 3 – Propiedades eléctricas, mecánicas y magnéticas a bajas temperatura. (2 semanas)***

Descripción del sistema de criogenia utilizado para alcanzar y regular bajas temperaturas: criostato cerrado a base de Helio. Aplicación del mismo para medidas de resistencia eléctrica y curvas corriente voltaje (método de cuatro puntas), y susceptibilidad magnética en función de la temperatura (susceptómetro magnético). Por último, se realiza una breve descripción de medidas de atenuación y velocidad en función de la temperatura. Se trabajaran ejemplos sobre ferroeléctricos y superconductores, realizando una medida sobre estos últimos. Dra. Sofía Favre.

### ***Módulo 4 – Espectroscopía vibracional. (3 semanas)***

Técnicas de FTIR y Espectroscopía Raman. Ejemplos en compuestos de coordinación o polímeros (dónde se pueden ver variados grupos funcionales), y sólidos inorgánicos como polifosfatos, alumbres, etc. Estudio de portadores de carga en semiconductores orgánicos y sus nanocompósitos mediante microscopía Raman confocal. Análisis de la complementariedad de ambas técnicas. Dra. Livia Arizaga y Dr. Mariano Romero.

### ***Módulo 5 – Microscopia Electrónica. (3 semanas)***

Microscopías electrónicas de transmisión y de barrido (TEM y SEM) y técnicas relacionadas. Funcionamiento básico de los equipos, prestaciones y consideraciones para estudios de materiales inorgánicos y biológicos con enfoque en nanomateriales. Ejemplos de uso.

Observación remota de muestras de nanomateriales en TEM. Obtención de imágenes de campo claro y campo oscuro y análisis de espectrometría de rayos X. Procesamiento de imágenes y de espectros. Dra. Ivana Aguiar, Dra. María Eugenia Pérez y Álvaro Olivera.

### ***Módulo 6 – Propiedades Texturales y Morfología. (2.5 semanas)***

Caracterización de sólidos mediante la adsorción superficial de gases. Obtención de isotermas de adsorción-desorción de gases. Determinación de superficie específica, porosidad y distribución de tamaños de poros. Breve descripción de los equipos volumétricos de adsorción de gases. Ejemplos de aplicación a diferentes materiales. Dra. Andrea De León.

Determinación del tamaño de nanopartículas por dispersión de luz (DLS) y carga superficial mediante potencial Z. Fundamentos de las técnicas. Ejemplos con nanopartículas. Aplicaciones. Dr. Santiago Botasini.

### ***Módulo 7 – Difracción de rayos x aplicado a materiales. (2 semanas)***

Descripción de la técnica de difracción de rayos X. Se describirán los elementos básicos de la difracción de rayos X de un sólido cristalino, incluyendo los factores de correcciones instrumentales y térmicas que deben considerarse. Se introducirán ejemplos de aplicación de la técnica en el estudio de materiales. Se realizaran medidas experimentales en un difractómetro de polvo sobre muestras proporcionadas por el docente o el estudiante, se realizará un análisis de las mismas. Dra. Sofía Favre.

**Cronograma.** Se propone un cronograma tentativo, de ser necesario, puede rotarse la semana en la que se da el modulo.

Semana	Temario	Docente	Bibliografía/Lugar
1	Módulo 1	Dr. Mauricio Rodríguez	1-3
2			Fac. Química
3	Módulo 2	Dr. Javier Pereyra	4-8
4			Fac. Ingeniería
	Turismo		
5	Módulo 3 o Módulo 7	Dra. Sofia Favre	9-13 o 16-30
6			Fac. Ingeniería
7	Módulo 4	Dra. Livia Arizaga y Dr. Mariano Romero	14-15
8			Fac. Química
9			
10	Módulo 5	Dra. Ivana Aguiar, Dra. María Eugenia Pérez y Álvaro Olivera	16-29
11			Fac. Química
12			CURE
13	Módulo 6	Dra. Andrea De León y Dr. Santiago Botasini	20-25
14			Fac. Química
15			Fac. Ciencias

**Horario:** 6 horas semanales.

**Créditos:** 15 Créditos

**Aprobación:** Entrega de problemas por cada módulo del curso.

**Examen:** Examen oral sobre el curso.

**Bibliografía:**

**Módulo 1.**

- [1] W. W. Wendlandt, Thermal Analysis, John Wiley & Sons, 1986.
- [2] Höhne, Günther, Hemminger, Wolfgang F., Flammersheim, H.-J., Differential Scanning Calorimetry, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003.
- [3] Jerzy Zarzycki , Glasses and the Vitreous State, Cambridge University Press,1991.

**Módulo 2.**

- [4] The Physics of Thin Film Optical Spectra. An Introduction. O. Stenzel Springer International Publishing, 2nd ed.
- [5] Optical properties of Solids. M. Fox,. Oxford University Press, 2010 2nd ed.

[6] G. Guerguerian, F. Elhordoy, C.J. Pereyra, R.E. Marotti, F. Martín, D. Leinen, J.R. Ramos-Barrado, E.A. Dalchiale, ZnO/Cu 2O heterostructure nanopillar arrays: Synthesis, structural and optical properties, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 45 (2012). doi:10.1088/0022-3727/45/24/245301.

[7] G. Guerguerian, F. Elhordoy, C.J. Pereyra, R.E. Marotti, F. Martín, D. Leinen, E.A. Ramos-Barrado, J.R. Dalchiale, F. Martín, ZnO nanorod/CdS nanocrystal core/shell-type heterostructures for solar cell applications, *Nanotechnology.* 22 (2011). doi:10.1088/0957-4484/22/50/505401.

[8] M. Berruet, C.J. Pereyra, G.H. Mhlongo, M.S. Dhlamini, K.T. Hillie, M. Vázquez, R.E. Marotti, Optical and structural properties of nanostructured ZnO thin films deposited onto FTO/glass substrate by a solution-based technique, *Opt. Mater. (Amst).* 35 (2013). doi:10.1016/j.optmat.2013.08.018.

### **Módulo 3.**

[9] R. Truell, C. Elbaum and B. B. Chick, 1969. *Ultrasonic methods in solid state physics*. New York: Academic Press, 464p.

[10] W. Rehwald, 1973. The study of structural phase transition by means of ultrasonic experiments. *Adv, Phys.* **22**, 721-755.

[11] Poole, Ch., Farach, H. and Creswick, R. *Superconductivity*. 2nd. California: Academic Press, (2007).

[12] Nikolo, M. *Am. J. Phys.* 1995, vol. 63, p. 57.

[13] Folly, W. S. D. Tesis (Maestría), Universidade Federal do Rio de Janeiro, (1998).

### **Módulo 4.**

[14] Nakamoto, K., & Czernuszewicz, R. S. (1993). [11] Infrared spectroscopy. In *Methods in enzymology* (Vol. 226, pp. 259-289). Academic Press.

[15] Kazuo Nakamoto, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part A: Theory and Applications in Inorganic Chemistry*, Sixth Edition, 2009, John Wiley & Sons.

[16] Ewen Smith & Geoffrey Dent, *Modern Raman Spectroscopy – A Practical Approach*, 2005, John Wiley & Sons.

### **Módulo 5.**

[17] “Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science”, Williams, David B., Carter, C. Barry, 2009.

[18] “Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis”, Goldstein, J.I., Newbury, D.E., Michael, J.R., Ritchie, N.W.M., Scott, J.H.J., Joy, D.C., 2018.

[19] “Introducción a la nanotecnología”, Charles Poole, Frank Owens, 2007.

### **Módulo 6.**

- [20] Dynamic Light Scattering. B. J. Berne and R. Pecora, John Wiley, New York, 1976, pp. 376.
- [21] B. J. Frisken, Revisiting the method of cumulants for the analysis of dynamic light-scattering data, Vol. 40, No. 24 APPLIED OPTICS, 2001, 4087.
- [22] A. Ono, H. Togashi, Angew. Chem. Int. Ed. 43 (2004) 4300–4302.
- [23] F. Rouquerol, J. Rouquerol, K.S.W. Sing, P. Llewellyn, G. Maurin. Adsorption by Powders and Porous Solids: principles, methodology and applications. 2nd Ed., Elsevier/Academic Press, Amsterdam, 2014.
- [24] S. Lowell, J.E. Shields. Powder Surface Area and Porosity. 2nd Ed., Chapman and Hall, London, 1984.
- [25] K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquerol, T. Siemieniewska, Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. Pure Appl. Chem. 57, 1985, 603-619.

### **Módulo 7.**

- [26] Kittel, C., McEuen, P., & McEuen, P. (1996). *Introduction to solid state physics* (Vol. 8, pp. 105-130). New York: Wiley.
- [27] Apuntes del curso de difracción de rayos x. Daniel Ariosa. 2009.
- [28] Cullity, B.D. - Elements of X-Ray Diffraction. Addison Wesley, Pub. Co. Inc., 1967.
- [29] Giacovazzo - Fundamentals of Crystallography (Second Edition), International Union of Crystallography, 2002.
- [30] Ladd, MFC, Palmer R.A. - Structure Determination by X-ray crystallography, 1993.