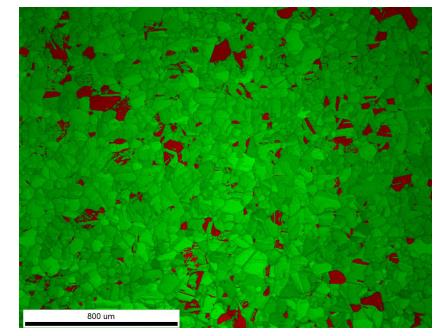
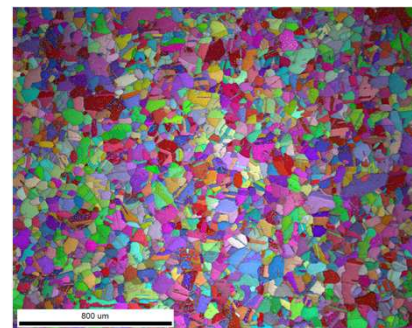
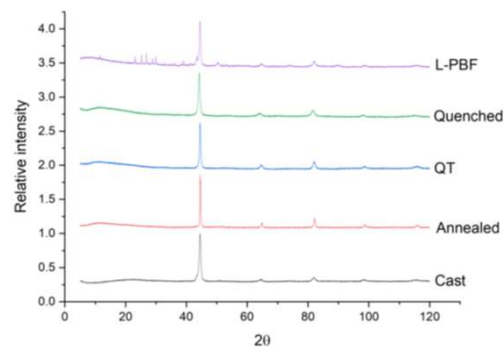


# Luento 6

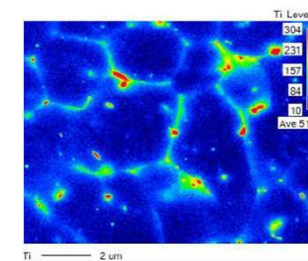
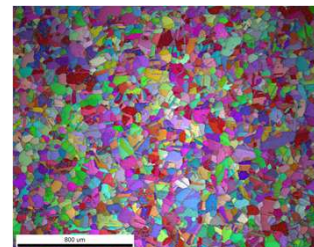
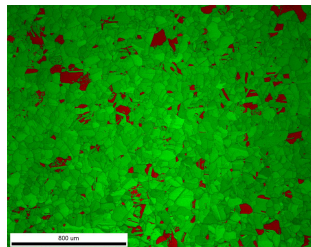
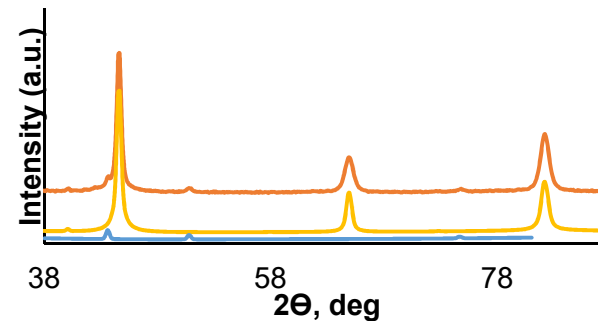
## Sisältö

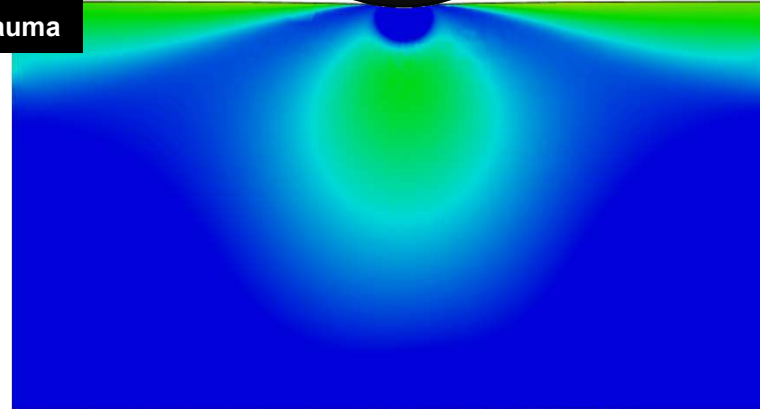
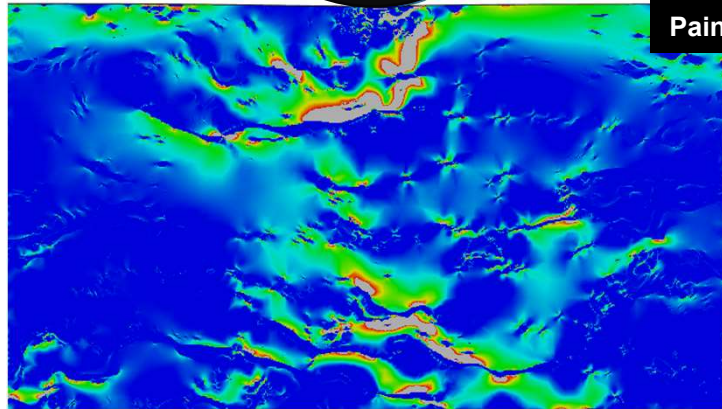
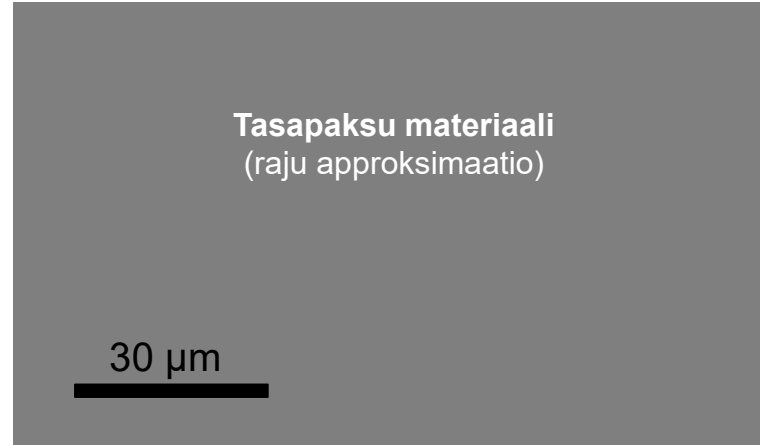
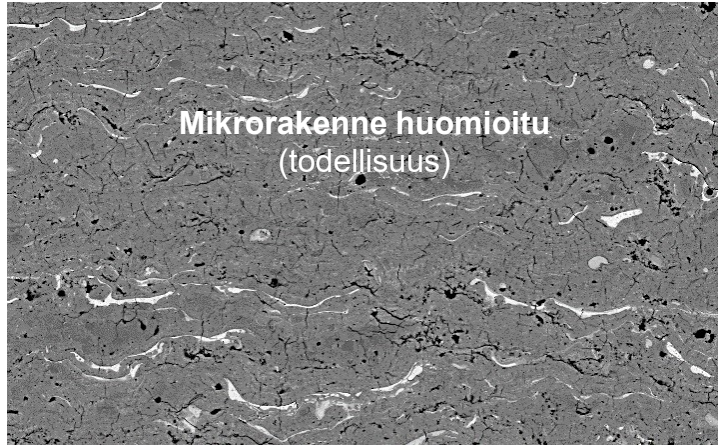
- Modernit materiaalisuunnittelu: mikrorakenne
- Röntgendiffraktio: röntgenputki, synkrotroni
- Elektronidiffraktio: pintakuvantaminen, läpivalaisu



# Soveltava materiaalitutkimus VTT:llä

- VTT (~ 2000 tutkijaa) tekee soveltavaa ja poikkitieteellistä tutkimusta
  - Materiaaleja tutkii ~ 200 henkeä, meidän ryhmässä ~ 2x20
- Sovellusalueet:
  - Uudet erikoislujat teräkset
  - Metallin 3D-printtaus
  - Akkumateriaalit
  - Biokomposiitit
  - ...





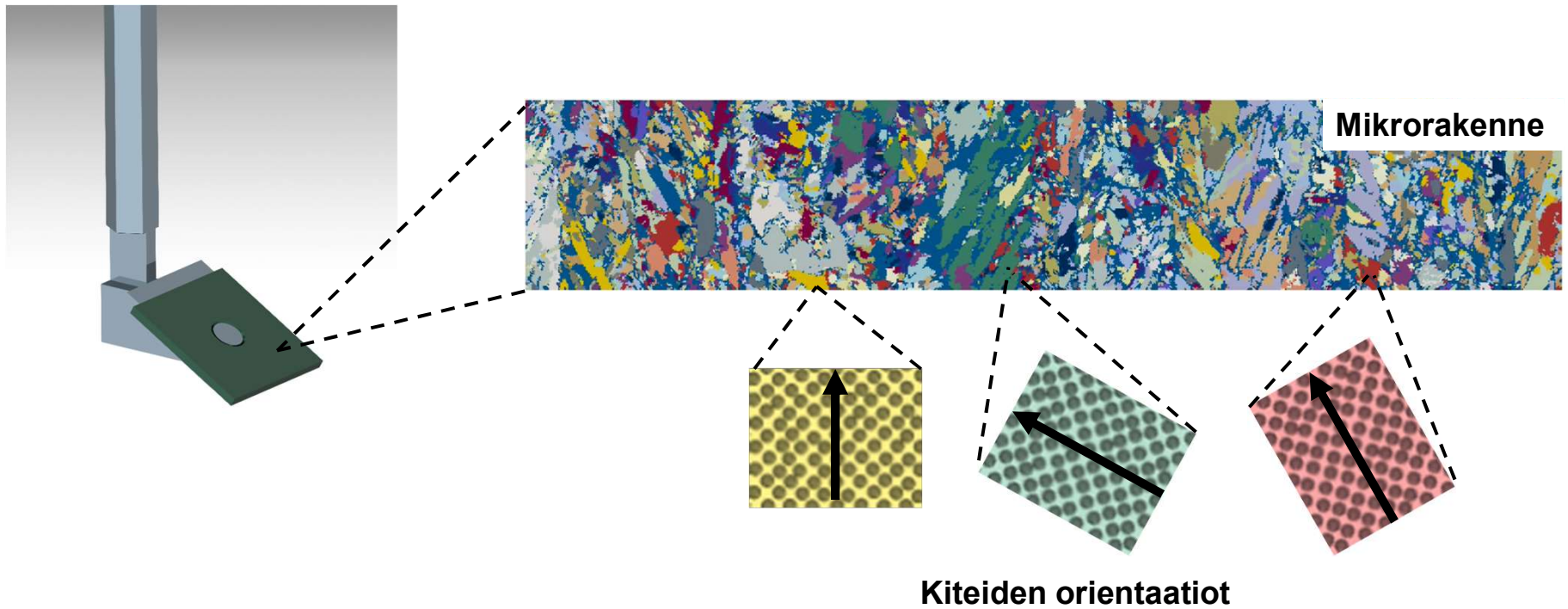


# Esimerkki: kestävämpi kyntöterä

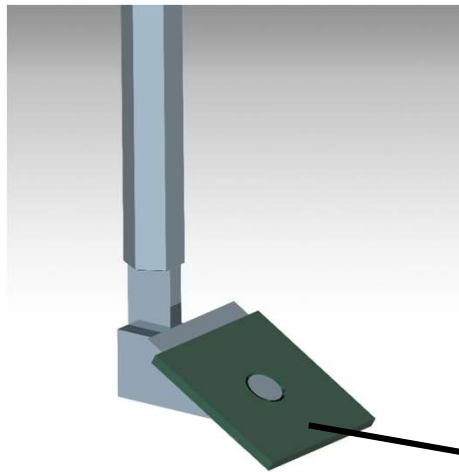


# Esimerkki: kestävämpi kyntöterä

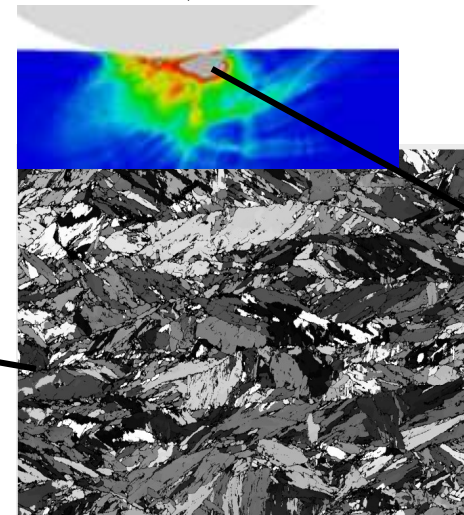
## Mikrorakenne



# Esimerkki: kestävämpi kyntöterä



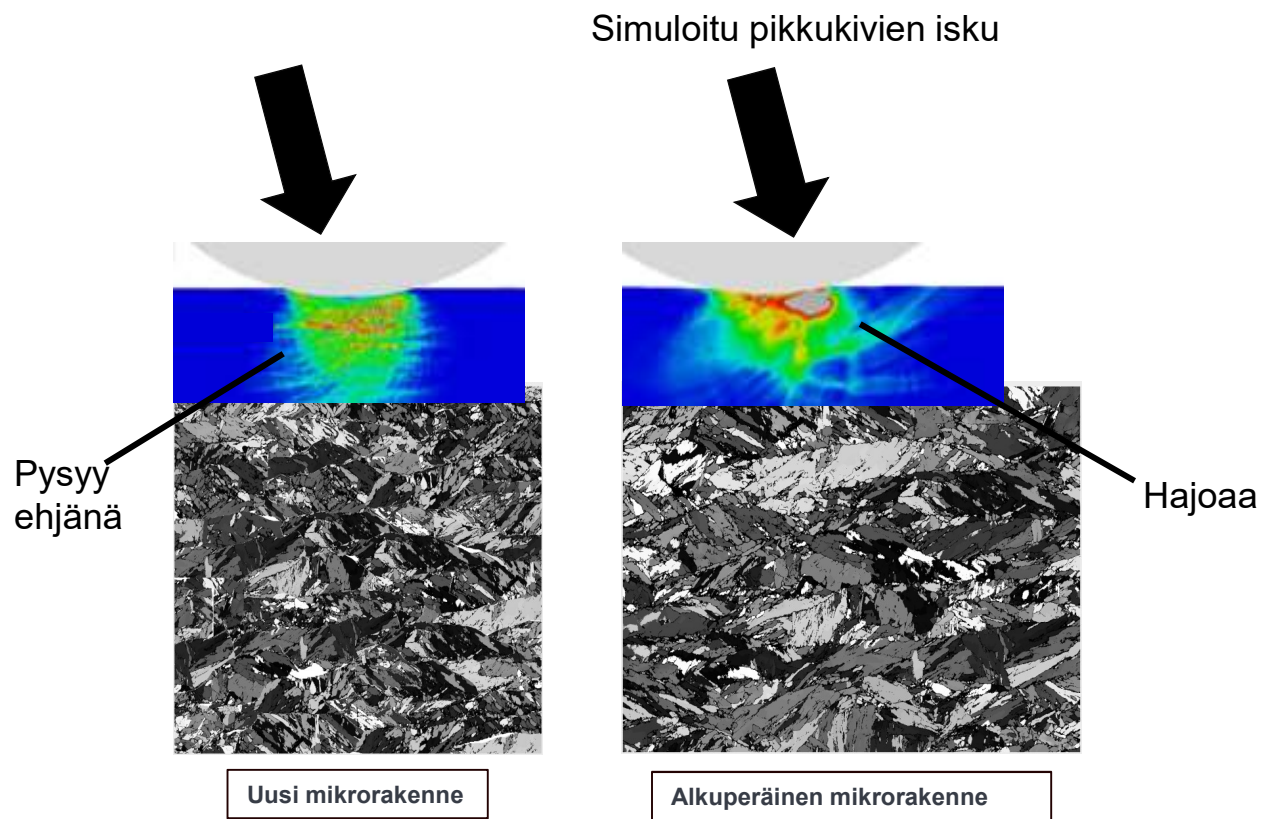
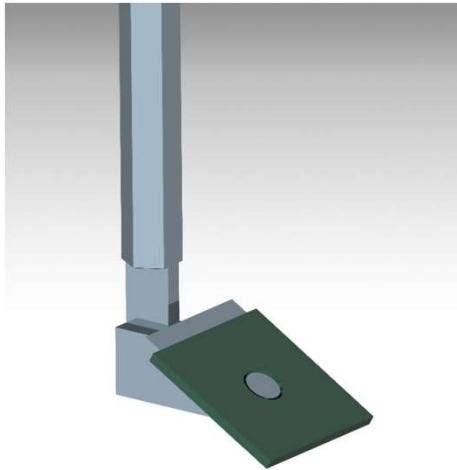
Simuloitu pikkukivien isku



Hajoaa

Alkuperäinen mikrorakenne

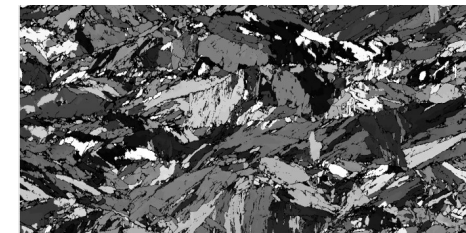
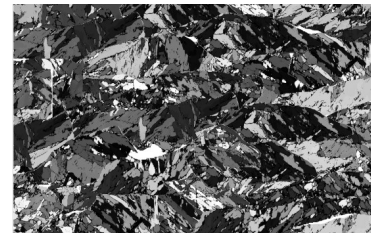
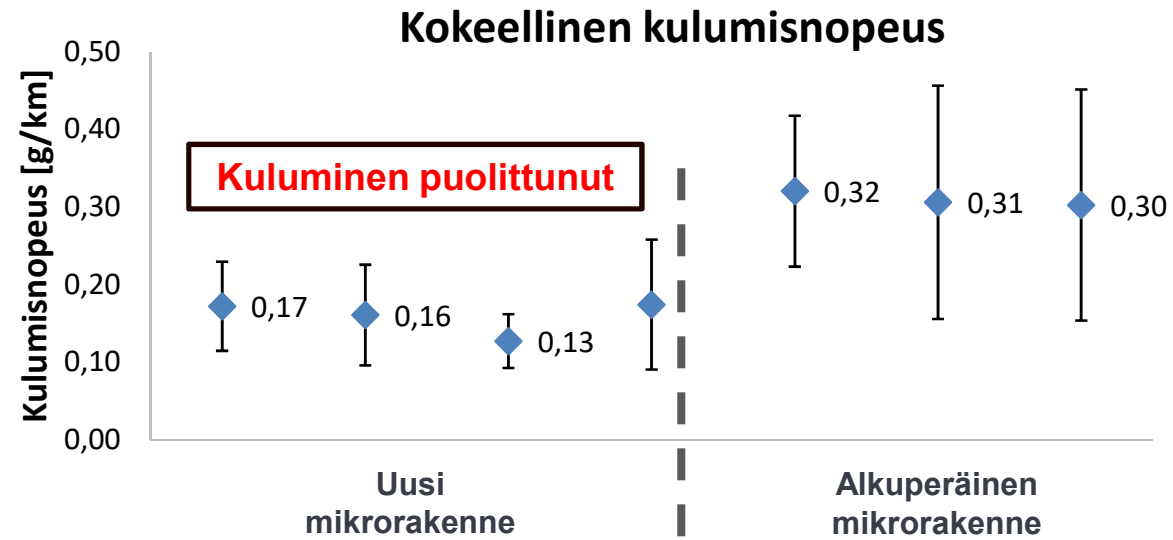
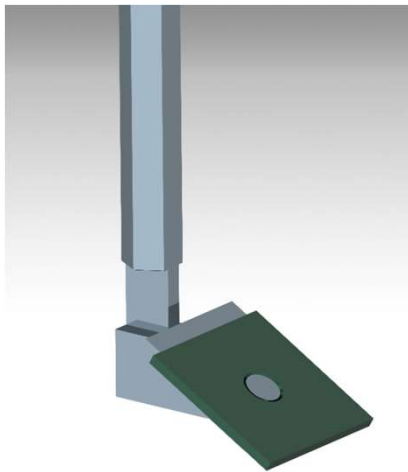
# Esimerkki: kestävämpi kyntöterä





# Esimerkki: kestävämpi kyntöterä

## Uusi materiaali



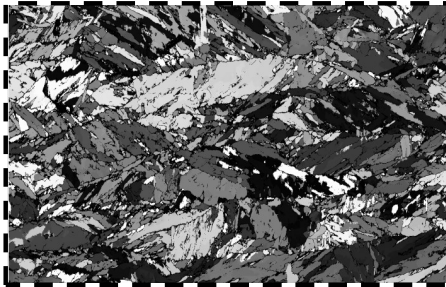


# Moderni materiaalin suunnittelu

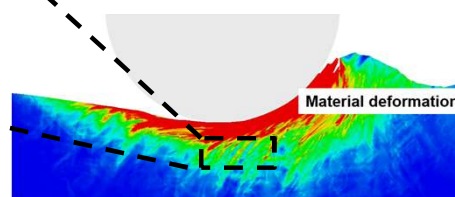
*Tätä varten tarvitaan kokeellisia menetelmiä määrittämään*

- *Bravais-hilat (FCC/BCC/HCP/...)*
- *Kiteiden koko/muoto/suuntautuminen*
- *Alkuainejakauma*
- ...

*Mikrorakenteen suunnittelu*



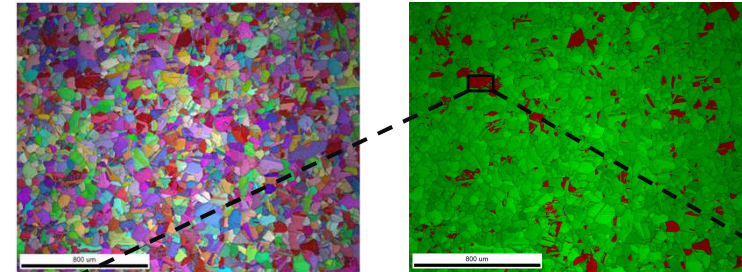
*Materiaalin vaste*



# Kiteisen aineen mittaussuomenetelmät eri skaaloilla

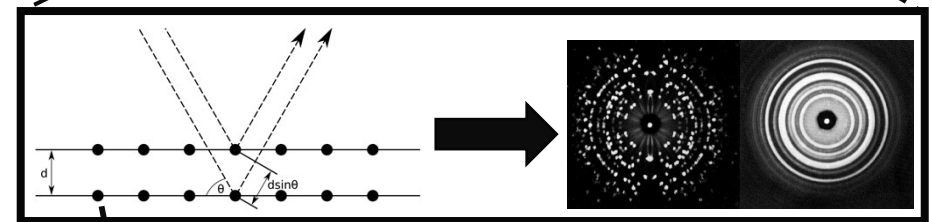
## Monikiteisyys, faasien jakauma

- Pyyhkäisy-elektronimikroskopia (SEM)
- Röntgentomografia
- Optinen mikrosopia



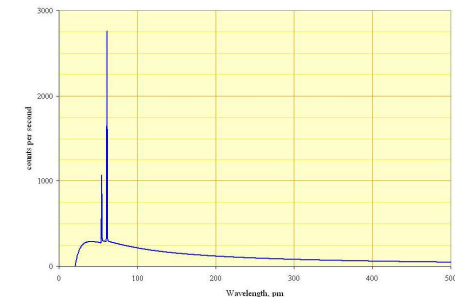
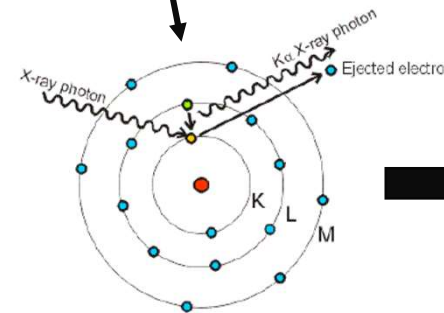
## Hilarakenne

- Diffraktiomenetelmät (röntgen, e<sup>-</sup>, n)



## Atomi/molekyylitaso

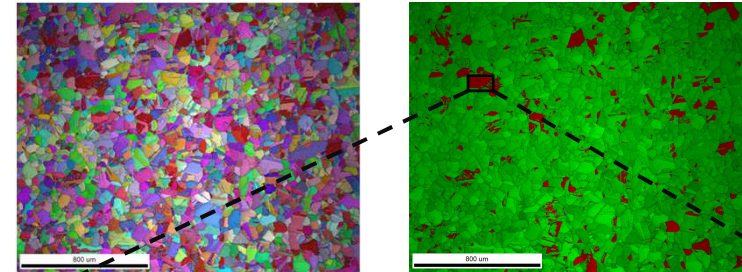
- Spin-resonanssi (e<sup>-</sup>/ydin)
- Molekyylispektroskopia (Raman, infrapuna)
- Atomispektroskopia (e<sup>-</sup>/röntgen)



# Kiteisen aineen mittaussuomenetelmät eri skaaloilla

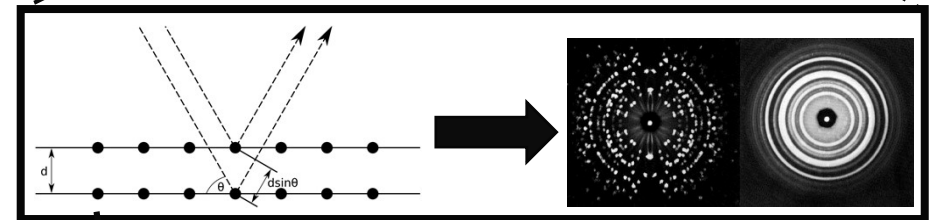
## Monikiteisyys, faasien jakauma

- Pyyhkäisy-elektronimikroskopia (SEM)
- Röntgentomografia
- Optinen mikrosopia



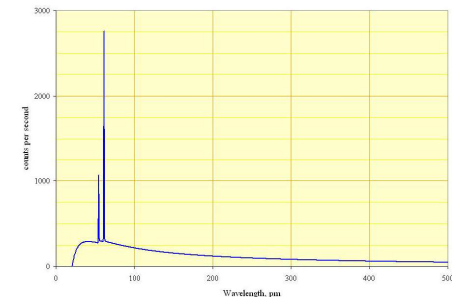
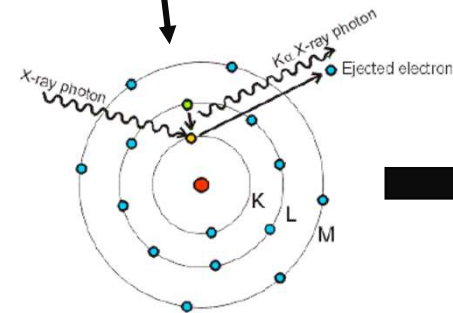
## Hilarakenne

- Diffraktiomenetelmät (röntgen, e<sup>-</sup>, n)



## Atomi/molekyylitaso

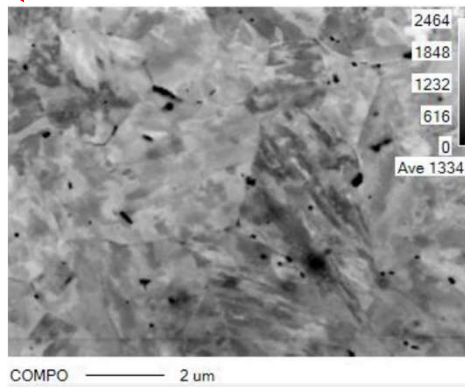
- Spin-resonanssi (e<sup>-</sup>/ydin)
- Molekyylispektroskopia (Raman, infrapuna)
- **Atomispektroskopia (e<sup>-</sup>/röntgen)**



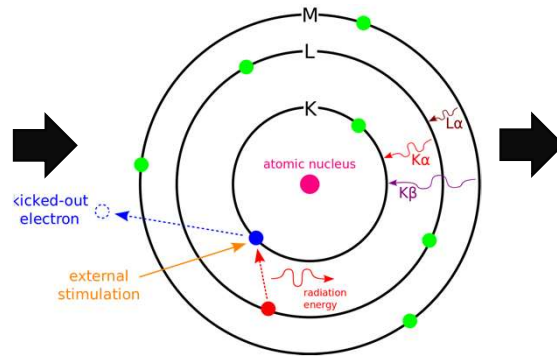
# Atomispektroskopia

e-/röntgen

Teräsnäyte

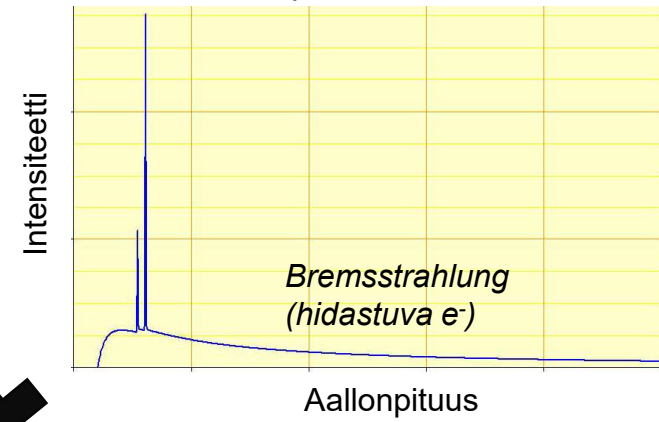


Viritystila  
(Simon kappale 5)

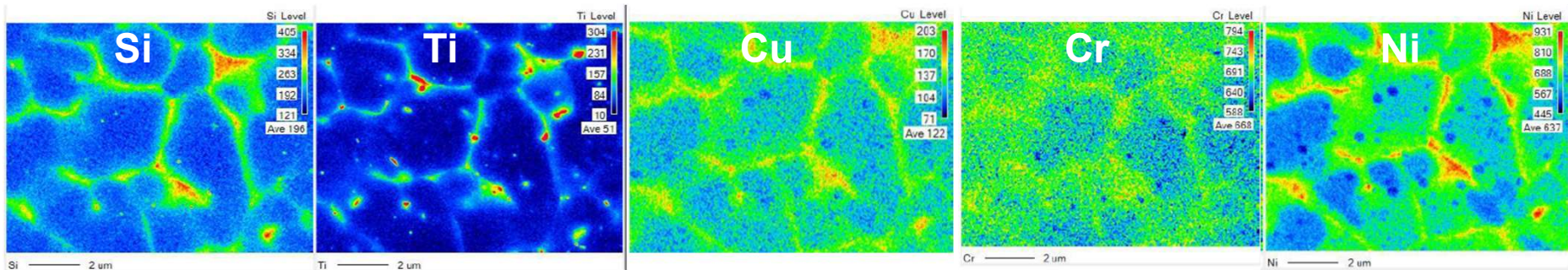


Emissiospektri

Karakteristiset piikit



Alkuainejakauma

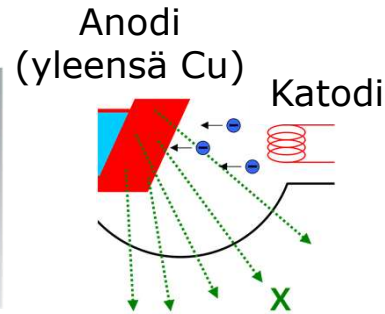




# Röntgensäteiden tuottaminen

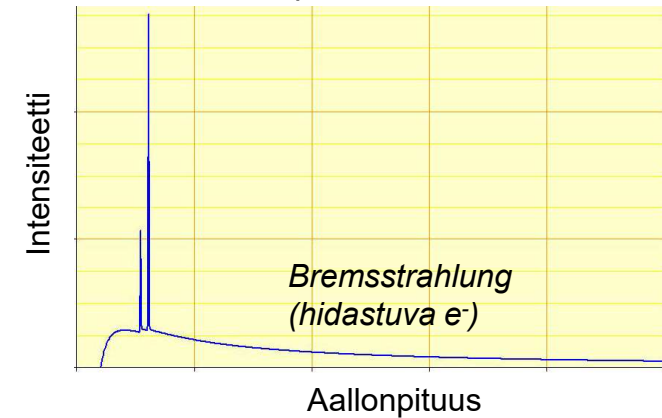
## a) Röntgenputkessa

- + Halpa
- + Nopea
- + Helppo
- Epätarkka



## Emissiospektri

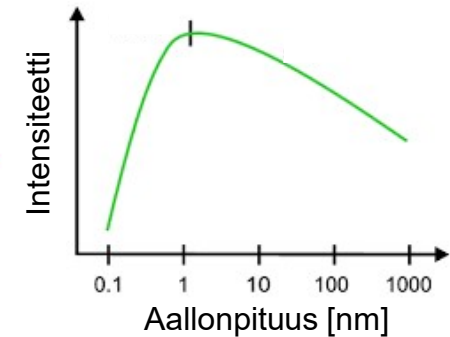
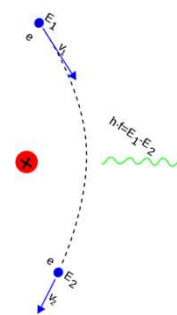
Karakteristiset piikit



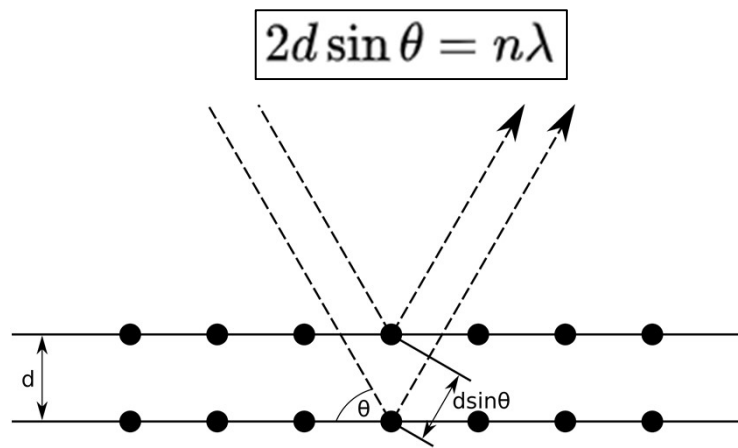
## b) Synkrotronissa

- + Joustava
- + Voimakas signaali
- Tarkkaa dataa, kidevirheet, ...

Advanced Photon Source  
(Argonne National Lab)



# Diffraktio yksittäisessä kiteessä

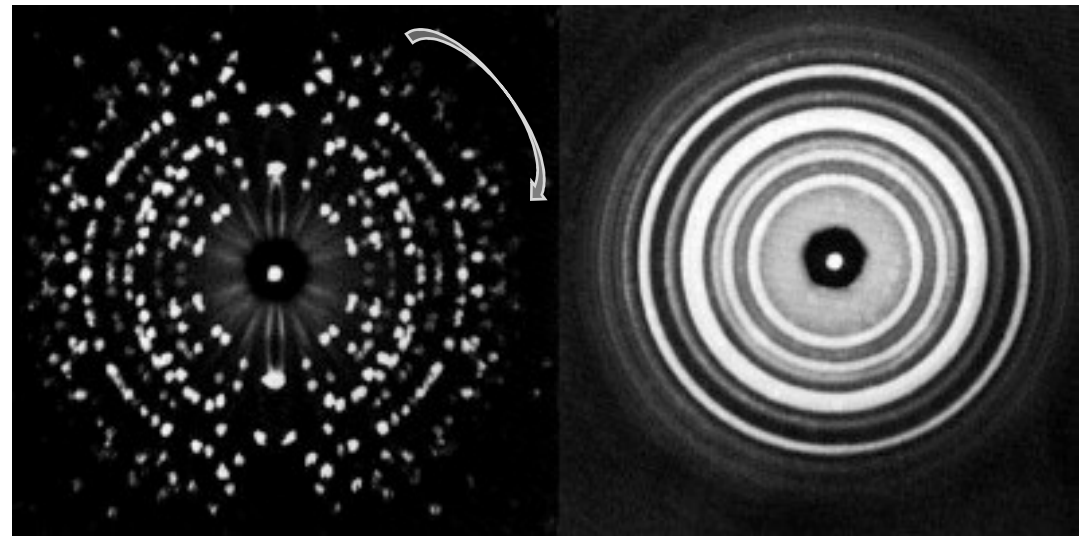


Hankala muodostaa diffraktiota →

- a) Laue-menetelmä (vain yksittäisille kiteille)
- b) Pulveridiffraktio (myös monikiteille)
- c) Synkrotroniröntgendiffraktio (ei tarvitse pulverisoida)

FCC (Alumiini)

FCC (Alumiini), pulverisoitu



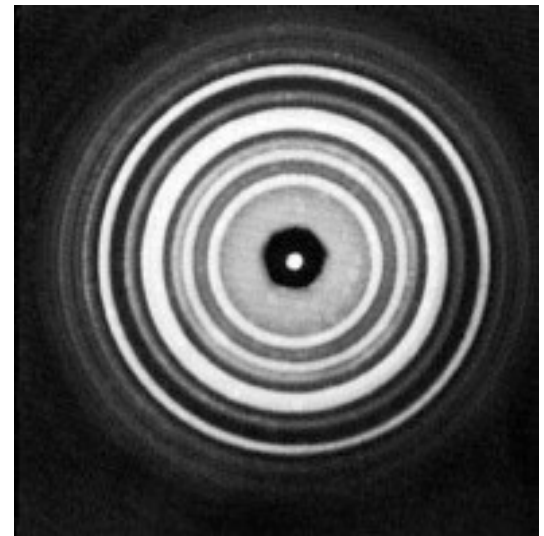
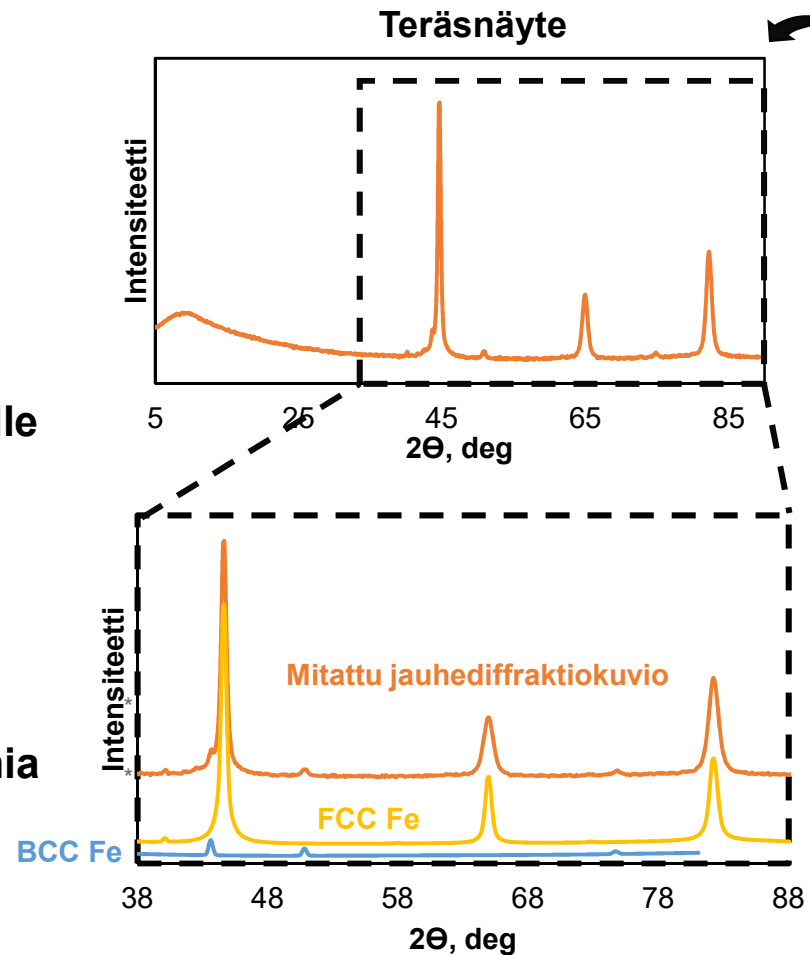
# Pulveridiffraktio

## Pulverisointi

- Integroidaan “sylinterisymmetria” pois
- Määritetään piikkien
  - a) kulmat  $2\theta \Leftrightarrow d_{hkl}$
  - b) korkeudet. Uniikkeja alkuaineelle ja hilyypille
- Verrataan tietokantaan

## Yleensä monta faasia

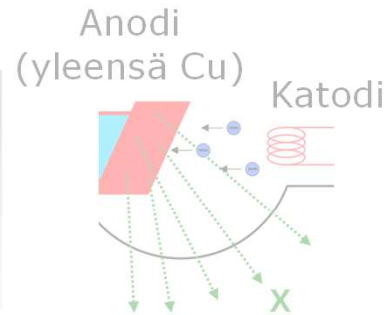
- Lineaarikombinaatio “alkeis”intensiiteettijakaumia  
**(Rietveld-menetelmä)**



# Röntgensäteiden tuottaminen

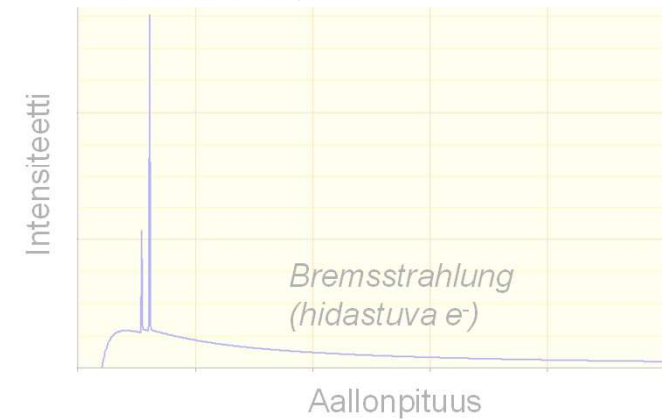
## a) Röntgenputkessa

- + Halpa
- + Nopea
- + Helppo
- Epätarkka



## Emissiospektri

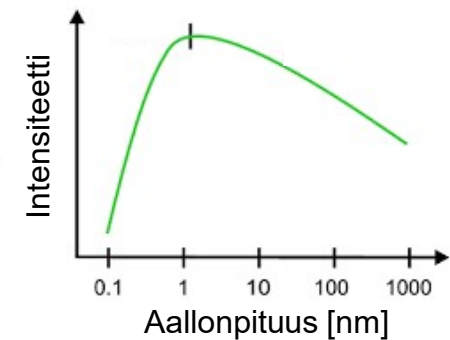
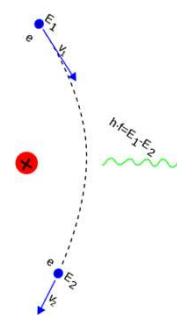
Karakteristiset piikit



## b) Synkrotronissa

- + Joustava
- + Voimakas signaali
- Tarkkaa dataa, kidevirheet, ...

Advanced Photon Source  
(Argonne National Lab)



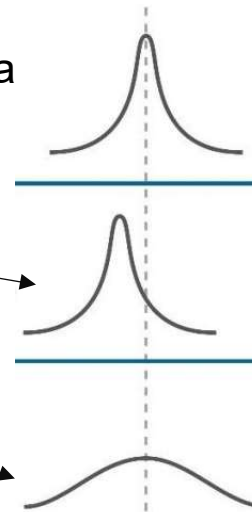
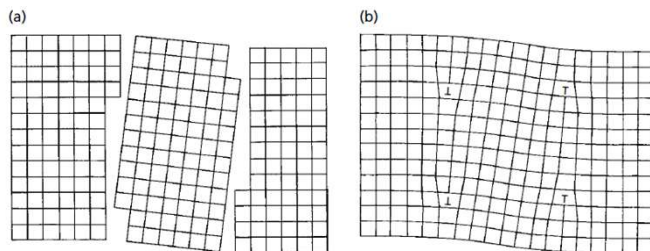


# Diffraktiopiikkien leventyminen

Todellisuudessa diffraktiopiikeillä on äärellinen leveys.  
Tämä johtuu siitä että

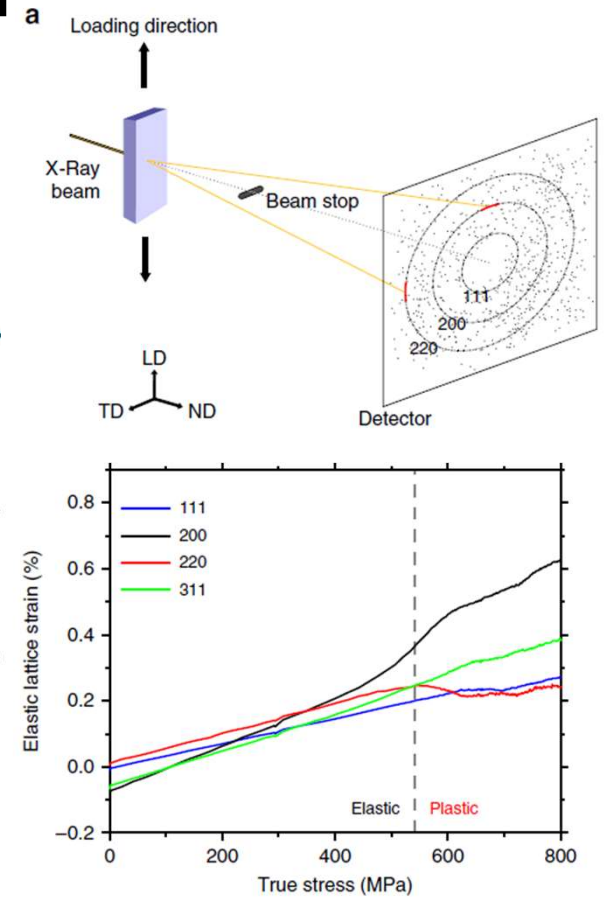
- a) Tulevat röntgensäteet eivät ole yhdensuuntaisia
- b) Kiteet ovat suhteellisen pieniä (alle 100 nm)
- c) Kiteissä on jäännösvenymiä
- d) Kiteessä on virheitä

Erityisesti c) & d) voidaan tutkia röntgensironnalla synkrotronissa.



Chen, Wen, et al. *Nature communications* 10.1 (2019): 1-12.

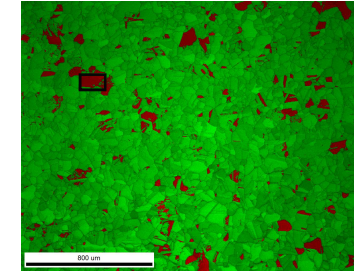
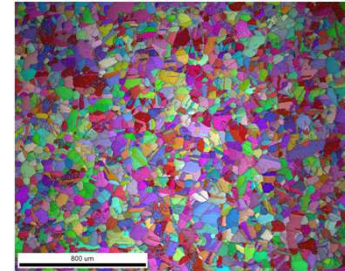
(Advanced Photon Source @ Argonne National Laboratory)



# Kiteisen aineen mittaussuomenetelmät eri skaaloilla

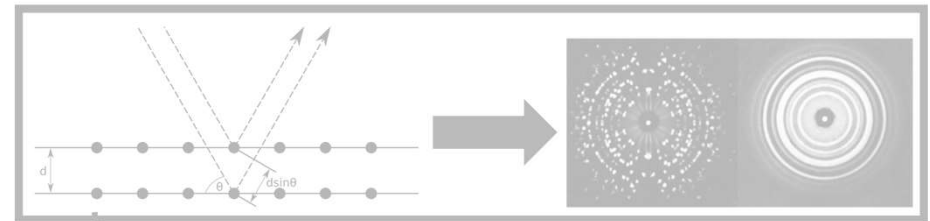
## Monikiteisyys, faasien jakauma

- Pyyhkäisy-elektronimikroskoopi (SEM)
- Röntgentomografia
- Optinen mikrosopia



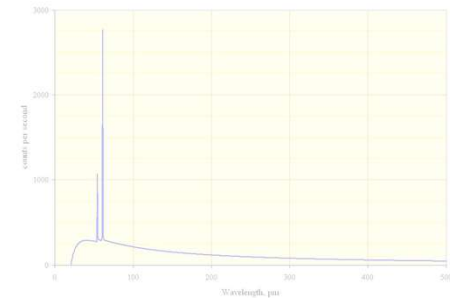
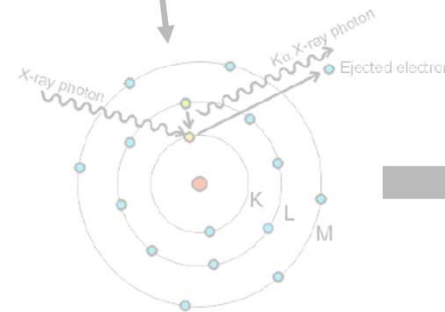
## Hilarakenne

- Diffraktiomenetelmät (röntgen, e<sup>-</sup>, n)



## Atomi/molekyylitaso

- Spin-resonanssi (e<sup>-</sup>/ydin)
- Molekyylispektroskopia (Raman, infrapuna)
- Atomispektroskopia (e<sup>-</sup>/röntgen)



# Elektronien sironta

Elektronit siroavat voimakkaasti heti aineen pinnasta (1-100 nm)

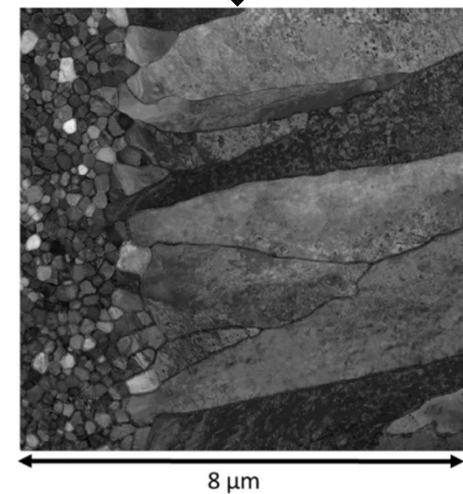
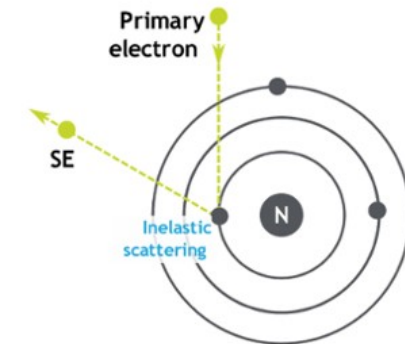
- Tehdään a) poikkileike ja tutkitaan näytteen pintaa,
- b) ohut näyte (max 100 nm)

Elektronisuihku voidaan kohdistaa rajattuun alueeseen

- Voidaan muodostaa 2D kuva aineesta

Yleisin laite: Pyyhkäisyelektronimikroskooppi (SEM).

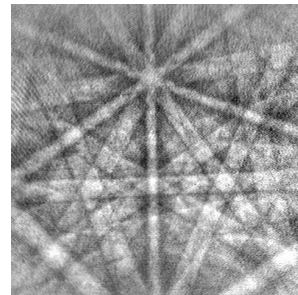
- Elektronisuihku potkii pois elektroneja poikkileikkeen pinnalta
- Harmaasävykuva jossa näkyy esim. kiteiden rajat, faasit, ...



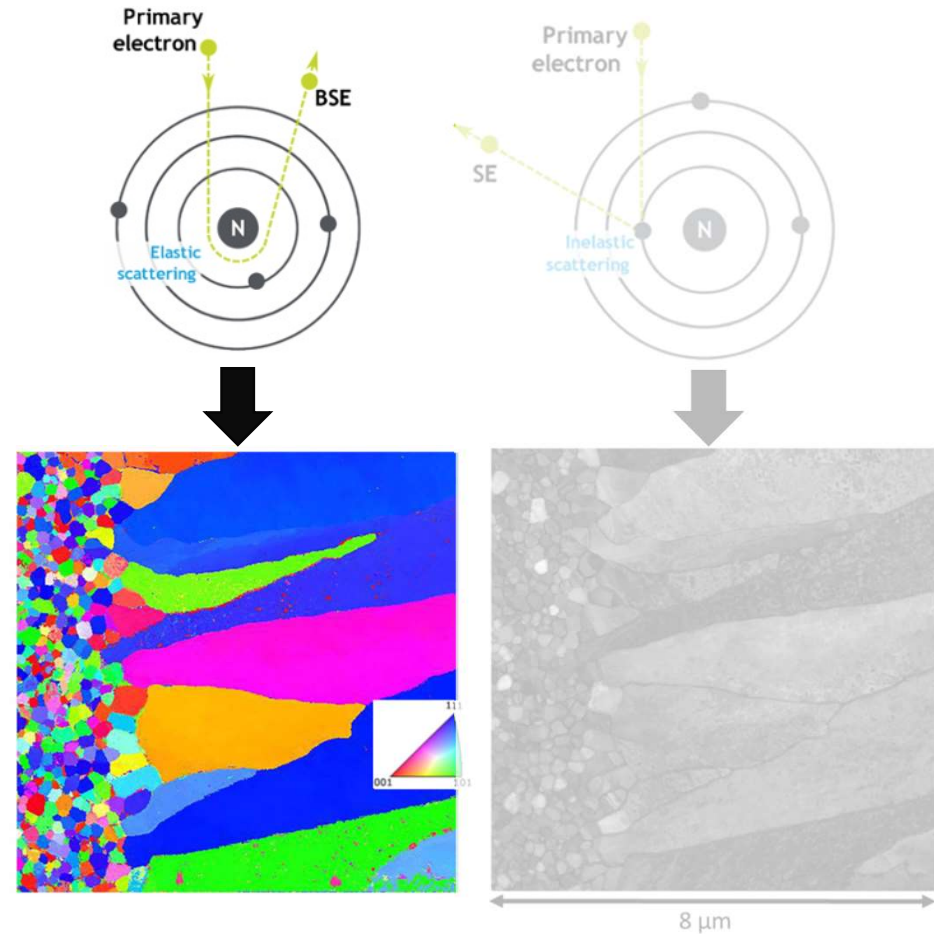
# Elektronien takaisinsirontadiffraktio (SEMissä)

Pyyhkäisyelektronimikroskoopilla voidaan myös mitata takaisin sironneita elektroneita: electron backscatter diffraction (EBSD)

Elektronien diffraktiossa sama periaate kuin röntgenillä, mutta epäelastisuus monimutkaistaa diffraktiokuvioita



e<sup>-</sup> diffraktiokuva

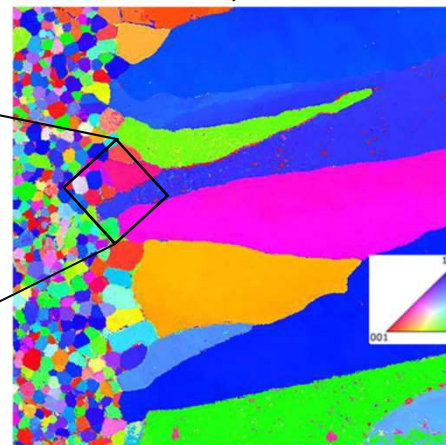
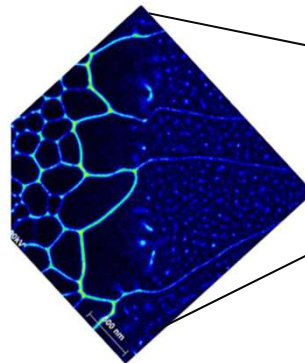
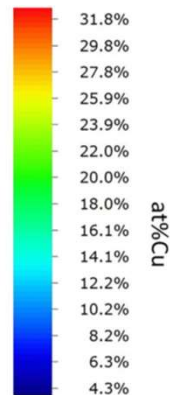
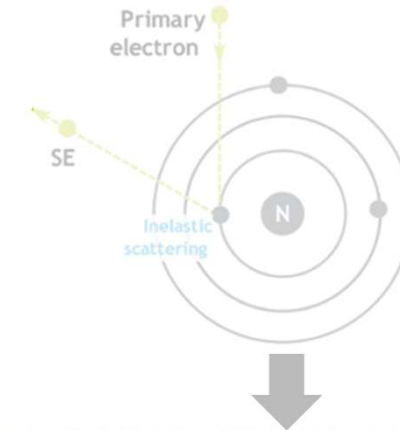
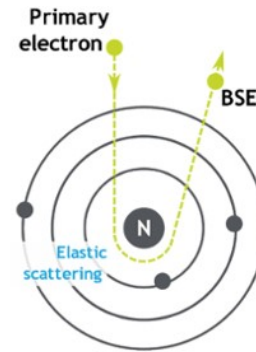
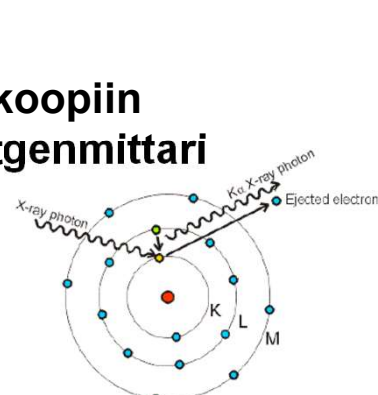




# Alkuainekartotus (SEMissä)

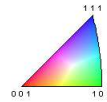
Pyyhkäiselektronimikroskoopiin  
kytketään usein myös röntgenmittari

→ alkuaineiden tunnistus  
(EDS)

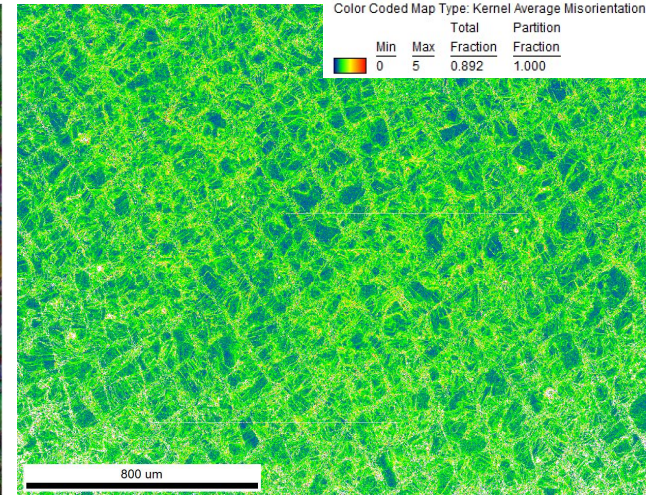
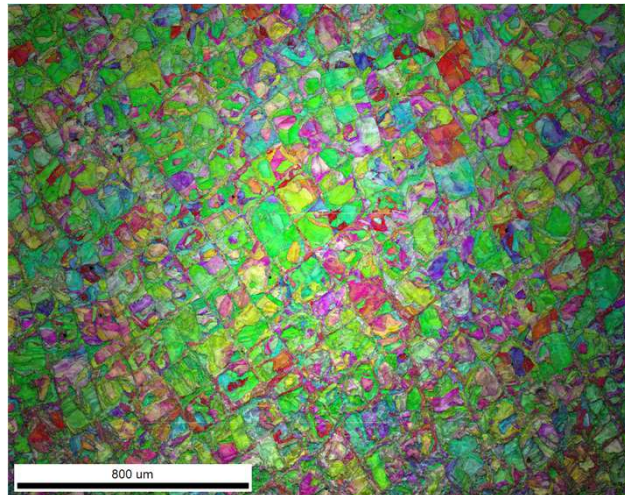
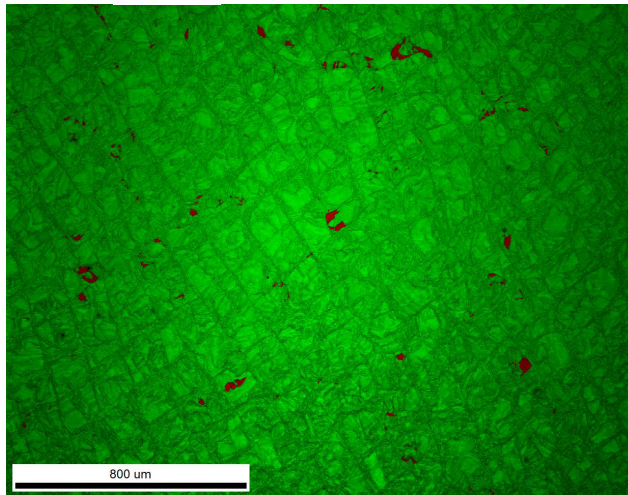


# Esimerkki: korkeaentropiaseos

## Elektronien takaisinsirontakuva



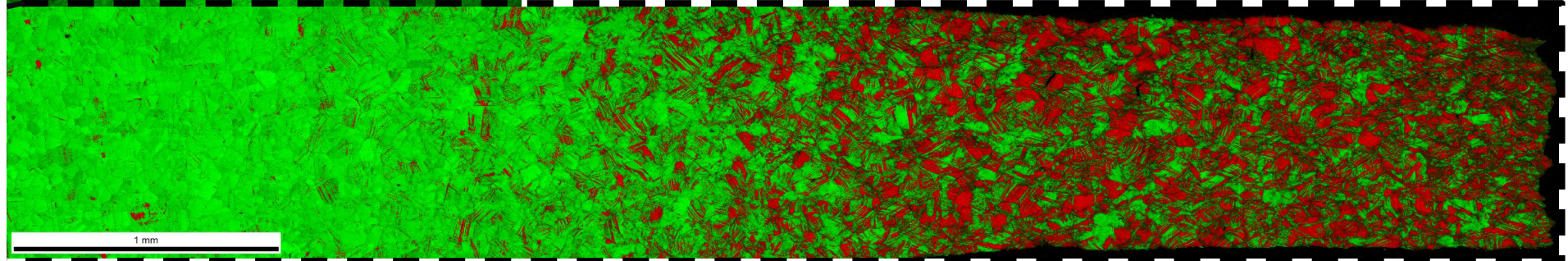
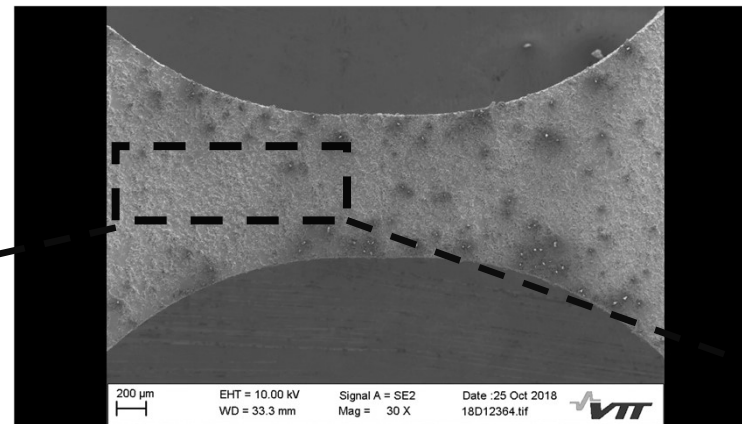
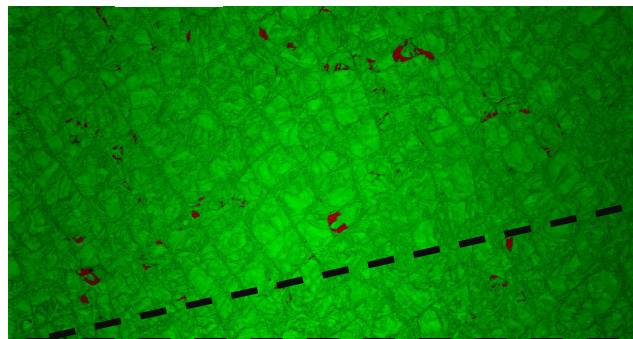
Kiteen “epätäydellisyys”  
(kidevirheet)





# Esimerkki: korkeaentropiaseos

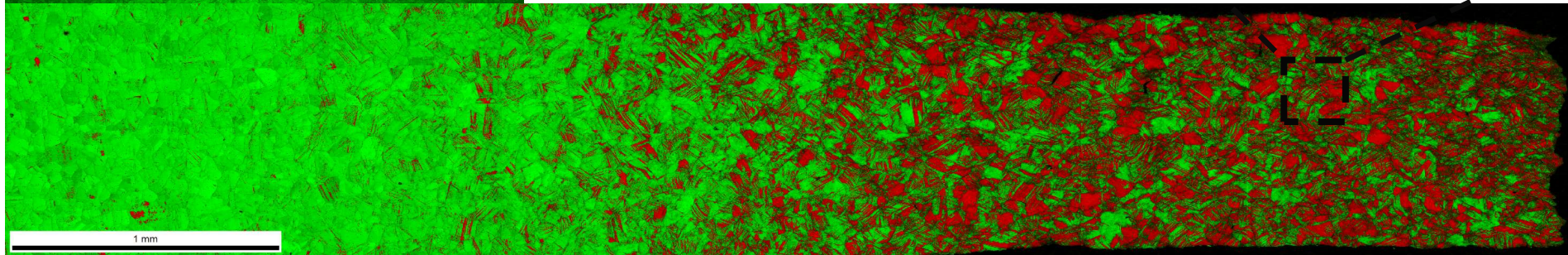
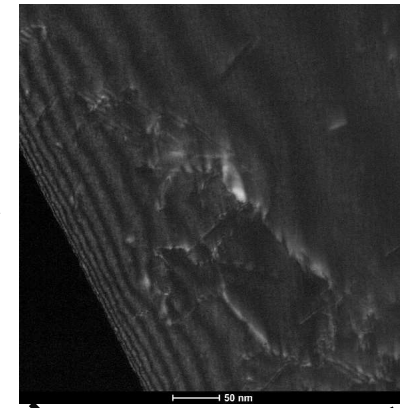
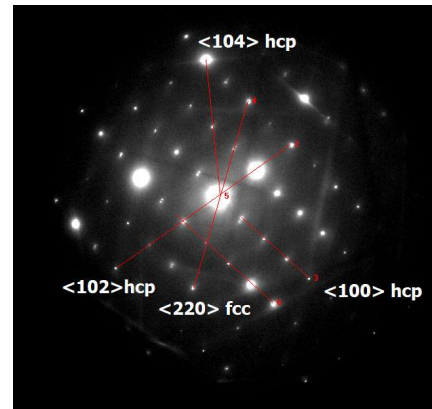
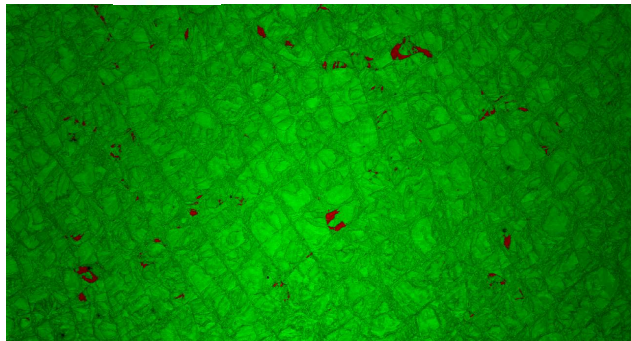
Vetokoe. FCC  $\rightarrow$  HCP “imee” deformaatioenergiaa



# Esimerkki: korkeaentropiaseos

## Elektronidiffraktio läpivalaisussa

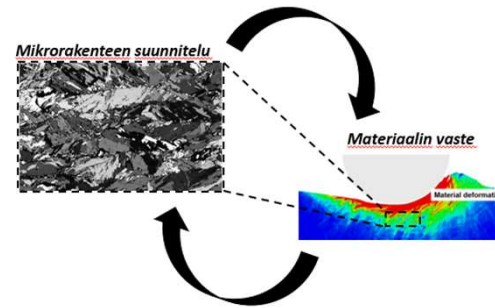
 HCP  
 FCC



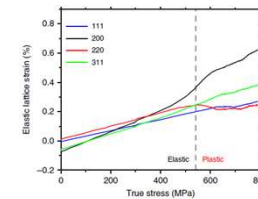
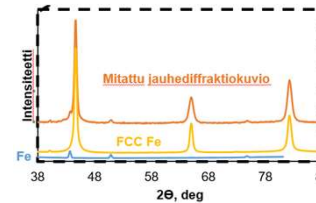


# Yhteenveto

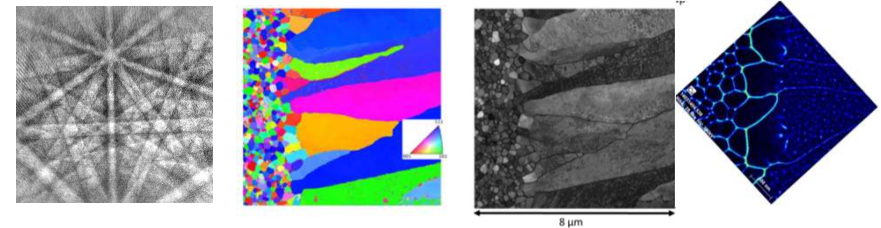
Moderni materiaalikehitys pohjautuu mikrorakenteen suunnitteluun



Röntgensirontaan antaa tietoa koko näytteestä: pulveridiffraktio vs. synkrotroni



Elektronisironta antaa paikallista tietoa näytteen pinnasta tai ohuesta näytteestä (voidaan muodostaa kuva)



Paljon menetelmiä mitä ei käyty läpi