



Difracción y
Fluorescencia
de Rayos X

Nombre de la UNIDAD/Técnica: Técnicas Instrumentales / Difracción y Fluorescencia de Rayos X.

Responsable: Jesús Manuel Merino Garrido

Teléfono: 914 887 348

Email cat.drxfx@urjc.es

jesus.merino@urjc.es

Principios de la Técnica

Difracción de rayos X de policristal: es una técnica de caracterización estructural para muestras sólidas de estructura cristalina, basada en las interferencias constructivas cuando se hace incidir un haz de rayos X de una cierta longitud de onda del orden de las distancias interatómicas del sólido que se quiera estudiar.

La ley que rige la difracción es la llamada ley de Bragg ($n\lambda=2d\sin\theta$); de ahí que los ángulos de desviación estén íntimamente relacionados con la distancia entre planos de las redes cristalinas; por ello, el diagrama de difracción (difractograma) de una sustancia es característico de la disposición u ordenamiento de los átomos que la componen. La señal de difracción emitida por un sólido cristalino es una huella de su estructura y la intensidad de las líneas de difracción es función de la concentración de las diferentes fases cristalinas.

Comparando los difractogramas experimentales con los patrones de difracción registrados en las diferentes bases de datos existentes (COB, ICDD, etc...) se puede llevar a cabo la identificación de las fases cristalinas existentes en la muestra.

Fluorescencia de rayos X de dispersión de longitudes de onda: Es un método de análisis químico elemental. La técnica de Fluorescencia de Rayos X se basa, en líneas generales, en el estudio de las emisiones de fluorescencia de rayos X generados después de la excitación de una muestra mediante una fuente de rayos X. Los átomos presentes en la muestra analizada son excitados de modo que los electrones de las capas internas son arrancados o promocionados a niveles de energía superiores. Los electrones de otras capas minimizan su energía ocupando los huecos electrónicos que quedan libres, de modo que la energía asociada a dichas transiciones se re-emiten en forma de fotones. A estas emisiones se las conoce como emisiones de fluorescencia o radiación secundaria y presentan unas longitudes de onda características del átomo que las genera, permitiendo su identificación cualitativa y una intensidad que depende directamente de la concentración de dicho átomo en la muestra. Con la medida de las intensidades emitidas se pueden hacer estimaciones cuantitativas del contenido de cada elemento en la muestra analizada.

Descripción del Servicio/Ensayos que ofrece

Difracción de Rayos X:

- **Barrido theta/2theta**, óptimo para analizar muestras policristalinas que se presentan en polvo o puedan molerse, también pueden medirse láminas metálicas con una superficie plana. Es conveniente hacer este tipo de ensayo cuando se quieran determinar parámetros cristalográficos como son el espaciado entre planos, el tamaño de cristal y el parámetro de red, así como llevar a cabo, en caso de que sea posible una resolución estructural por el Método Rietveld.
- **Barrido theta/2theta con temperatura**, óptimo para muestras en polvo en las que se quiera hacer un estudio de las transiciones de fases cristalinas presentes en una muestra o el comportamiento de las mismas con la temperatura.

- **Ensayo de incidencia rasante**, óptimo para caracterizar recubrimientos en la superficie de una muestra.

Los tres tipos de barridos son óptimos para identificar las fases cristalinas presentes en la muestra.

Presentación de las muestras para difracción de rayos X:

- Caso estándar: la muestra será reducida a polvo por el cliente, siendo el tamaño óptimo de partícula entre 10- 20 micras (no es requisito indispensable para abordar el análisis) y una cantidad suficiente de muestra para cubrir la superficie de un portamuestras de dimensiones 15x20x1.8 mm.
- Si la muestra presenta un alto contenido en humedad o restos de disolventes, que no hayan sido eliminados, se ha de comunicar expresamente en la solicitud y se procederá con las muestras de manera específica.

Si la muestra es un sólido sin opción a ser molido (aleaciones metálicas, polímeros ó minerales), sólo podrá ser analizado si presente una superficie ligeramente plana de 1 cm².

Fluorescencia de Rayos X:

Análisis químico cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en muestras sólidas y líquidas.

- **Rango de análisis:** Análisis de elementos químicos desde el flúor (número atómico 9) hasta el uranio (número atómico 92).
- **Rango de concentraciones:** Se extiende desde el 100 % al 0.0001 % en peso (partes por millón, ppm, mg/Kg) de cada elemento.

Presentación de las muestras para fluorescencia de rayos X:

- Sólidos y aleaciones metálicas: deberán presentar una superficie plana y pulida, de dimensiones entre 45-35 mm de diámetro.
- Muestras en polvo: es recomendable un tamaño homogéneo de partícula, entre 10-20 micras y una cantidad suficiente de muestra para cubrir un portamuestras de 27mm de diámetro.
- Muestras líquidas acuosas: solo se podrán analizar si son ligeramente básicas o ácidas.
 - Para muestras con disolventes orgánicos, será necesario comprobar por parte del técnico de la unidad la compatibilidad del disolvente con el portamuestras utilizado.
 - El volumen mínimo requerido para muestras líquidas es de 5 ml.

Equipos Disponibles

Difractómetro X'Pert PRO de Panalytical, con geometría $\theta/2\theta$, con los siguientes accesorios:

- Cámara de alta temperatura XRK 900 de Anton Paar
- Cambiador de muestras automático de 15 posiciones.
- Detector ultrarrápido X'Celerator y monocromador secundario para el mismo.
- Conjunto de óptica y detección de haz difractado para haz paralelo (Thin Film) y plataforma portamuestras multipropósito, MPSS.



Espectrómetro de fluorescencia de rayos X de Panalytical, modelo MagiX.

- Espectrómetro por dispersión de longitudes de onda, con generador de Rayos X de 4 kW y ánodo de rodio.
- Dotado de 3 colimadores primarios intercambiables, cambiador de cristales bi-direccional con hasta 8 posiciones, 5 cristales analizadores (FLi 200, FLi 220, PE 002, Ge III y PX1).
- Dos detectores: Centelleo y flujo gaseoso.
- Determinación cuantitativa de aleaciones de aluminio y de aceros de alta y baja aleación.
- Determinación cualitativa y semicuantitativa de todo tipo de muestras mediante la aplicación IQ+ de Panalytical.



Bases de datos cristalográficas:

- PDF-2 de la ICDD
- COD (Crystallography Open Database) (libre)