



Difracción y  
Fluorescencia  
de Rayos X

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

**Análisis mediante Difracción de Rayos X .**

**Responsable:** Jesús Manuel Merino Garrido.

**Técnico:** Carlos Díez-Ufano.

**Teléfono:** 914 887 348.

**Email** [cat.drxfrx@urjc.es](mailto:cat.drxfrx@urjc.es)

[jesus.merino@urjc.es](mailto:jesus.merino@urjc.es)

### **Principios de la Técnica**

#### **Principios de la técnica: Difracción de Rayos X-monocristal**

La difracción de rayos X de monocristal es una técnica instrumental no destructiva para la determinación de estructuras cristalinas, es un método cristalográfico para la determinación de estructuras a nivel atómico.

Cuando el haz de rayos X incide sobre la muestra cristalina se produce el fenómeno de difracción debido a que la longitud de onda de esta radiación es del mismo orden de magnitud que las distancias interatómicas. Las intensidades y posiciones de los rayos difractados nos permiten obtener el mapa tridimensional de densidades electrónicas de la muestra después del tratamiento matemático de los datos recogidos.

A partir de este mapa se infiere un modelo atómico que posteriormente debe ser comparado con los datos experimentales y refinado hasta que se alcancen unos buenos factores de acuerdo y se conozca con la mayor precisión posible tanto la naturaleza como la posición de los átomos que componen el sólido cristalino analizado.

Como requisito para el análisis es necesario contar con una muestra monocristalina de tamaño adecuado (al menos 0,2-0,4 mm en dos de sus tres dimensiones, dependiendo de su composición química y morfología). La información que se obtiene se refiere únicamente al monocristal analizado, pero puede no ser representativo de toda la muestra en el caso de que ésta sea heterogénea.

#### **Principios de la técnica: Difracción de Rayos X-policristal.**

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.

### Descripción del Servicio/Ensayos que ofrece .

#### Aplicaciones.

La técnica se utiliza en las áreas de Investigación Química, Bioquímica y Farmacéutica, así como en Ciencia de Materiales, resulta muy útil ya que permite conocer tanto la estequiometría de los compuestos como la disposición de los átomos en el sólido. La resolución de la estructura de un sólido a nivel atómico supone un método de caracterización inequívoco para nuevos compuestos y puede explicar las propiedades físicas y químicas de nuevos materiales.

#### Personal

**Responsable Técnico:** Jesús Manuel Merino Garrido.

**Técnicos:** Carlos Díaz-Ufano.

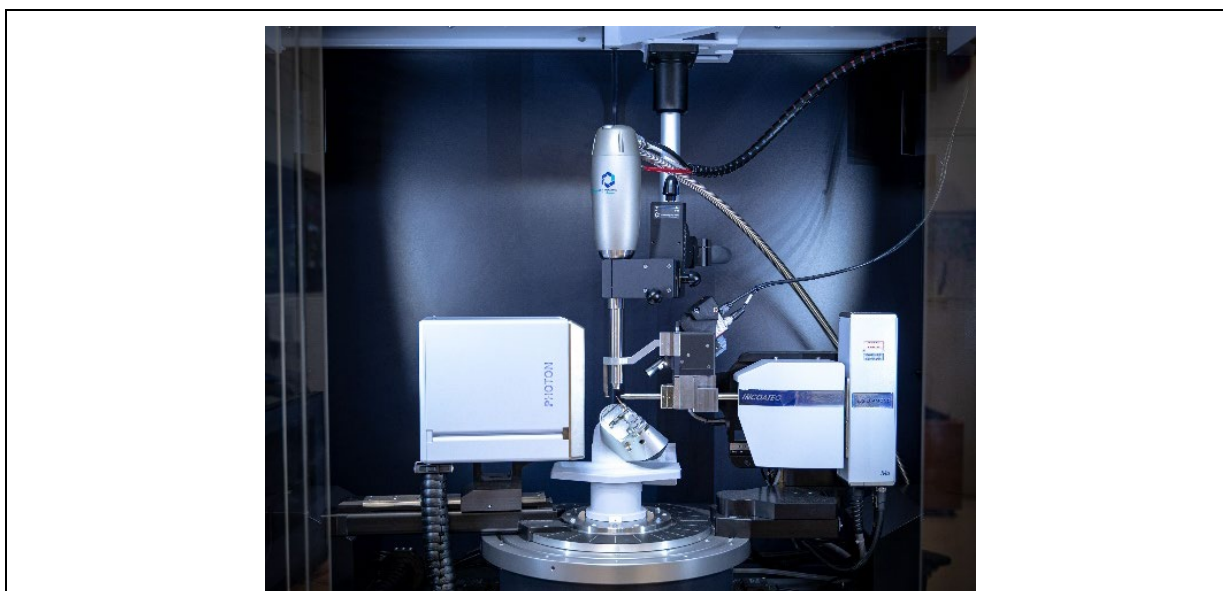
#### Equipos Disponibles.

La unidad cuenta con:

**Difractómetro de monocristal Bruker D8 VENTURE** , equipado con un tubo de Mo y fuente de diamante, goniómetro Kappa de 4 círculos con movimiento motorizado, detector CPAD Photon III y sistema de baja temperatura (CRYOSTREAM 800).

Se pueden realizar los siguientes ensayos:

- Comprobación de la cristalinidad de una muestra.
- Cálculo de los parámetros de red de una fase cristalina, con la posibilidad de comparar con diversas bases de datos.
- Indexación de las caras de un cristal y orientación cristalina.
- Recogida de datos para resolución estructural.
- Medidas a temperatura ambiente o a baja temperatura (100 K).



**Difractómetro de rayos X de polvo Empyrean** de Panalytical, con geometría  $\theta/\theta$ , con los siguientes accesorios:

- Detector ultrarrápido Wonder.
- Cámara de alta temperatura XRK 900 de Anton Para.
- Cambiador de muestras automático de 15 posiciones.
- Conjunto de óptica y detección de haz difractado para haz paralelo (Thin Film).
- Plataformas con spinner, transmisión y multipropósito (MPSS).



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

- Cámara de alta temperatura XRK 900 de Anton Para.
- 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.



#### **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 cm<sup>2</sup>.