

INTRODUCCIÓN AL ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

1.- RAYOS X: PROPIEDADES Y PRODUCCION

Introducción. Propiedades de los rayos X y su medida. El espectro continuo. El espectro característico. Absorción. Fluorescencia. Efecto Auger. Refracción. Producción de rayos X. Tubos de gas. Tubos de cátodo caliente. Diseño moderno de tubos de difracción. Radiación sincrotrón. Protección y seguridad. Monocromatización de rayos X. Técnicas de filtro simple, de filtro balanceado y de cristal monocromador.

2.- PRINCIPIOS FUNDAMENTALES DE LA DIFRACCION DE RAYOS X

La geometría de la difracción. Dispersión de rayos X por electrones y átomos. Dispersión por una hilera de átomos equidistantes. Condiciones para la dispersión por una red lineal de átomos. Difracción por una red cúbica simple. Ecuaciones de Laue. Ley de Bragg. Difracción en condiciones no ideales: la interferencia destructiva.

3.- EL PATRÓN DE DIFRACCIÓN DE POLVOS

El origen del patrón de difracción de sólidos policristalinos. Representación de patrones de difracción. Posición de los picos de difracción (celda unidad, otros factores). Forma de los picos. Intensidad de los picos (factores de polarización, de Lorentz, de temperatura, de dispersión atómica, de estructura, de multiplicidad, de absorción)

4.- INSTRUMENTACIÓN

Diffractometría. Diffractómetros de polvos. Colimación y monocromatización. Contadores: proporcionales, Geiger, de centelleo, de estado sólido. Analizadores multicanal. Diffractometría dispersiva en energía. Diffractometría en condiciones no-ambiente.

5.- FACTORES QUE AFECTAN LA CALIDAD DEL DIFRACTOGRAMA

Preparación de muestras: tamaño de partículas, área, espesor, posicionamiento. Adquisición de los datos: apertura del haz, potencia, barridos continuos y por pasos. Calidad de los datos experimentales. Factores que afectan la resolución. Errores experimentales.

6.- IDENTIFICACIÓN Y ANÁLISIS CUANTITATIVO DE FASES

Identificación de muestras desconocidas. Principios básicos: método de Hanawalt. The Powder Diffraction Files. Programas de búsqueda y bases de datos. Análisis de muestras compuestas. Métodos cuantitativos: patrón interno y externo. Método de sobreagregados. Determinación de fracción amorfa. Errores estadísticos en la medida de intensidades.

7.- DETERMINACIÓN Y REFINAMIENTO DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS

Indexado de cristales cúbicos y no cúbicos. Determinación de posiciones atómicas. Método de Rietveld. Fundamentos. Parámetros a refinar. Figuras de mérito y calidad del refinamiento. Condiciones experimentales necesarias. Determinación de parámetros de red y cuantificación de fases.

8- DIFRACCIÓN DE R-X Y MICROESTRUCTURA

Determinación del tamaño de cristalito y microdeformaciones. Análisis de superficies: incidencia rasante. Fundamentos e instrumentación. Reflectometría de rayos-X: espesor y densidad de películas delgadas. Medición de tensiones residuales.