

# TÈCNiques D'ANÀLISI DE MATERIALS CRISTAL·LINS

Geologia UAB · Dr. Joan F. Piniella · 2005-2006

## 1. Introducció

- 1.1. Visió global de l'assignatura
- 1.2. Tipus de materials susceptibles de ser analitzats. Recordatori del concepte de cristal·linitat
- 1.3. Informació que s'extreu de les tècniques. Concepte de determinació d'estructura cristal·lina
- 1.4. Tipus de problemes que es poden resoldre

## 2. Obtenció de la mostra que es vol analitzar

- 2.1. Recol·lecció de cristalls existents, naturals o artificials
- 2.2. Cristal·lització provocada
  - 2.2.1. Evaporació de dissolucions
  - 2.2.2. Variació de temperatura
  - 2.2.3. Difusió de vapor. Mètode de la gota penjant
  - 2.2.4. Reaccions de precipitació
  - 2.2.5. A partir de material fos
  - 2.2.6. Cristal·lització en gels
  - 2.2.7. Per sublimació

## 3. Els raigs X

- 3.1. Descobriment i naturalesa
- 3.2. Producció: tub, sincrotró, pastilla radioactiva
- 3.3. Espectre continu i espectre discontinu
  - 3.3.1. Llei de Duouanne-Hunt
  - 3.3.2. Llei de Moseley
- 3.4. Interaccions dels raigs X amb la matèria
  - 3.4.1. Efecte fotoelèctric, fluorescència
  - 3.4.2. Difusió elàstica
  - 3.4.3. Altres interaccions
- 3.5. Absorció macroscòpica. Coeficients d'absorció. Filtres
- 3.6. Aplicacions pràctiques de les interaccions entre els raigs X i la matèria

## 4. La difracció dels raigs X

- 4.1. Base teòrica. Matrius i vectors
- 4.2. Xarxa recíproca
- 4.3. Funció densitat electrònica
- 4.4. Geometria de la difracció: equació de Laue, construcció d'Ewald, llei de Bragg
- 4.5. Intensitat dels raigs difractats: funció factor d'estructura, transformació de Fourier
- 4.6. Llei de Friedel. Classes de Laue
- 4.7. Extincions sistemàtiques

## 5. Mètodes de difracció amb mostra monocristal·lina

- 5.1. Característiques generals. Tipus de mostra. Resultats
- 5.2. Mètodes clàssics: rotació-oscil·lació, Weissenberg, precessió, Laue
- 5.3. El difractòmetre automàtic. Goniòmetres. Detectores. Dispositiu de baixa temperatura
  - 5.3.1. Elecció i muntatge del cristall
  - 5.3.2. Centrament del cristall i determinació de la cel·la
  - 5.3.3. Controls d'orientació i d'intensitat
  - 5.3.4. Presa de dades. Emmagatzematge de la informació
  - 5.3.5. Mesura i indexació del monocristall
- 5.4. Reducció de dades: correccions de Lorentz, de polarització i d'absorció. Correcció del decaïment
- 5.5. Determinació de l'estructura cristal·lina
  - 5.5.1. Densitat calculada i Z. Determinació del grup espacial
  - 5.5.2. Resolució. El problema de les fases
  - 5.5.3. Afinament. Criteris d'avaluació
- 5.6. Anàlisi de resultats: distàncies, angles d'enllaç, angles de torsió, configuració absoluta, empaquetament
- 5.7. Dibuix i observació estereoscòpica d'estructures

## 6. Mètodes de difracció amb mostra policristal·lina

- 6.1. Característiques generals. Tipus de mostra. Resultats
- 6.2. Mètodes de registre fotogràfic. Cambra de Debye
- 6.3. El difractòmetre de pols. Goniòmetre. Detector. Dispositius
  - 6.3.1. Preparació de la mostra
  - 6.3.2. Presa de dades. Diagrama de difracció
- 6.4. Anàlisi qualitativa. El *Powder Diffraction File*
- 6.5. Anàlisi quantitativa
- 6.6. Ajust de perfils. El mètode de Rietveld

## **BIBLIOGRAFIA**

- Clegg, W. *Crystal Structure Determination*. Oxford University Press, 1998 (Oxford Chemistry Primer No 60)
- Cullity, B.D. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison Wesley, 1967
- Ducros, P. *Radiocristallographie*. Dunod, 1971
- International Union of Crystallography. *International Tables for Crystallography*. Diversos volums dedicats a diferents temes de treball en el camp de la cristal·lografia. Editorials i anys d'edició variats.
- Luger, P. *Modern X-Ray Analysis on Single Crystals*. W. de Gruyter, 1980
- Rodríguez Gallego, M. *La difracción de los rayos X*. Alhambra, 1982
- Stout, G.H., Jensen, L.H. *X-Ray Structure Determination. A Practical Guide*. Wiley, 1989

## **PRÀCTIQUES**

Ús dels programes informàtics utilitzats en cristal·lografia.

Difracció i identificació de les fases presents en una o dues mostres policristal·lines, subministrades pels professors o per l'alumne.

## **INFORMES**

Informe detallat relatiu a la pràctica de difracció.

Traducció al català o al castellà d'un o dos articles en anglès proposats pels professors, amb les figures i la bibliografia incloses. Cal adjuntar l'article original i la còpia d'algunes de les obres que s'hi citen.

## **AVALUACIÓ**

La nota final de l'assignatura és la millor de dos valors, A i B.

Nota A: la de l'examen final, sobre 10 punts.

Nota B: la que resulta de sumar la nota dels informes (màxim de 2 punts cadascun) amb la nota de l'examen final comptat sobre 6 punts.