



CITIUS

Centro de Investigación, Tecnología e Innovación

INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS UTILIZADAS EN LOS LABORATORIOS DE RAYOS X DEL CITIUS



POR:
Francisco Rodríguez Padial
Técnico de Laboratorio de Rayos X

ÁREA DE RAYOS-X DEL CITIUS

Dos Laboratorios en el ala derecha de la 1ª Planta



Personal

● Responsables Técnicos

Francisco Rodríguez Padial



José Antonio Alfaro Cabello



● Responsables Científicos

Patricia Aparicio Fernández

Miguel Ángel Castro Arroyo

Equipación Experimental dotada de fuentes de radiación-X

● Difractómetros de Rayos-X

D8I



D8C



EAGLE



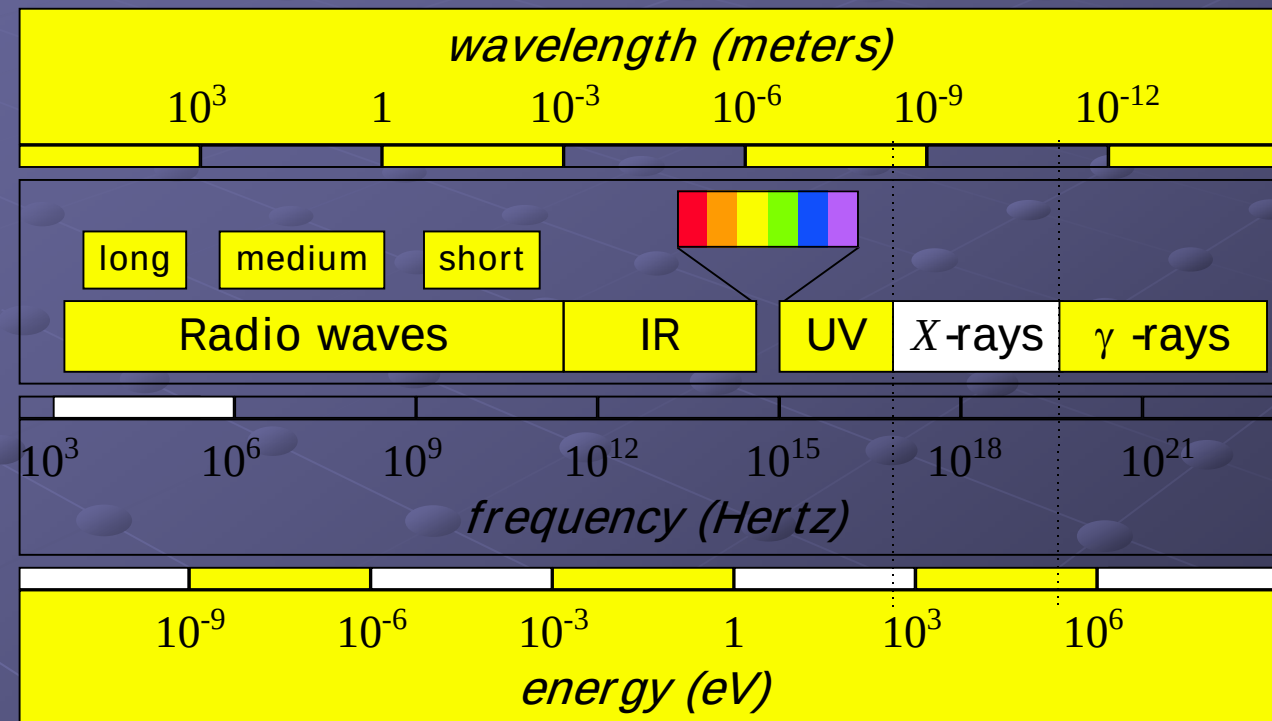
FRX



● Fluorescencia de Rayos-X

Qué es la Radiación-X

The electromagnetic spectrum

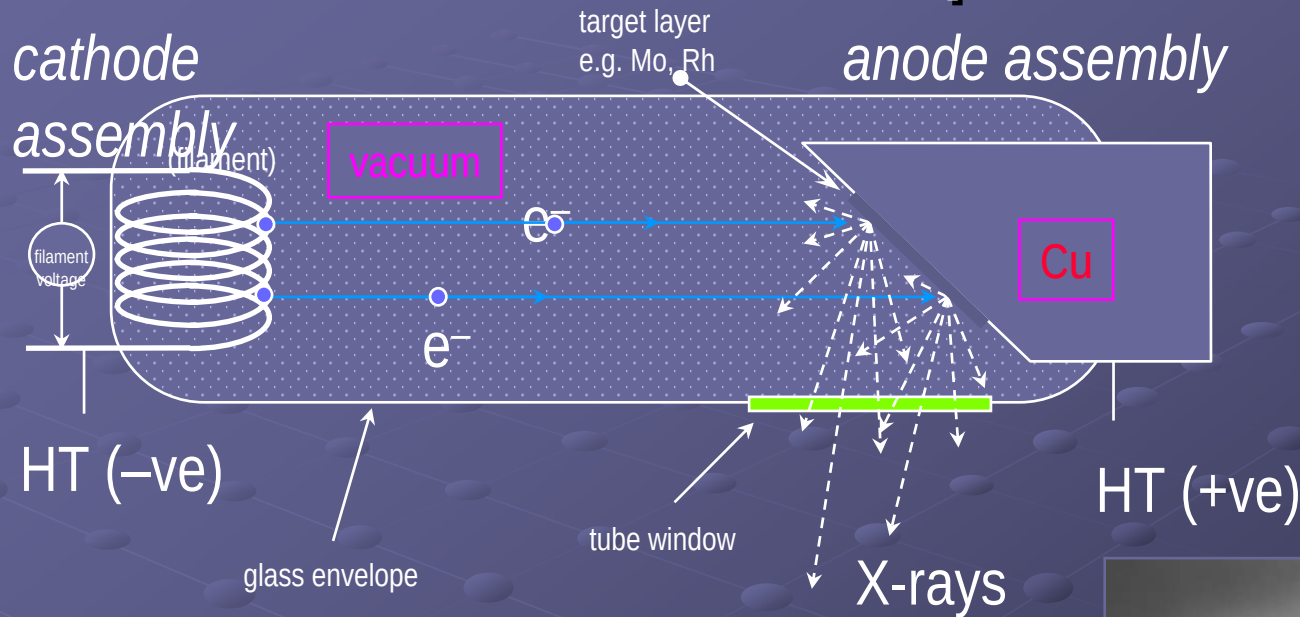


- Región del espectro electromagnético

- Entre las radiaciones ultravioleta y gamma

- Longitudes de ondas entre 10^{-11} y 10^{-8} metros

Cómo se produce

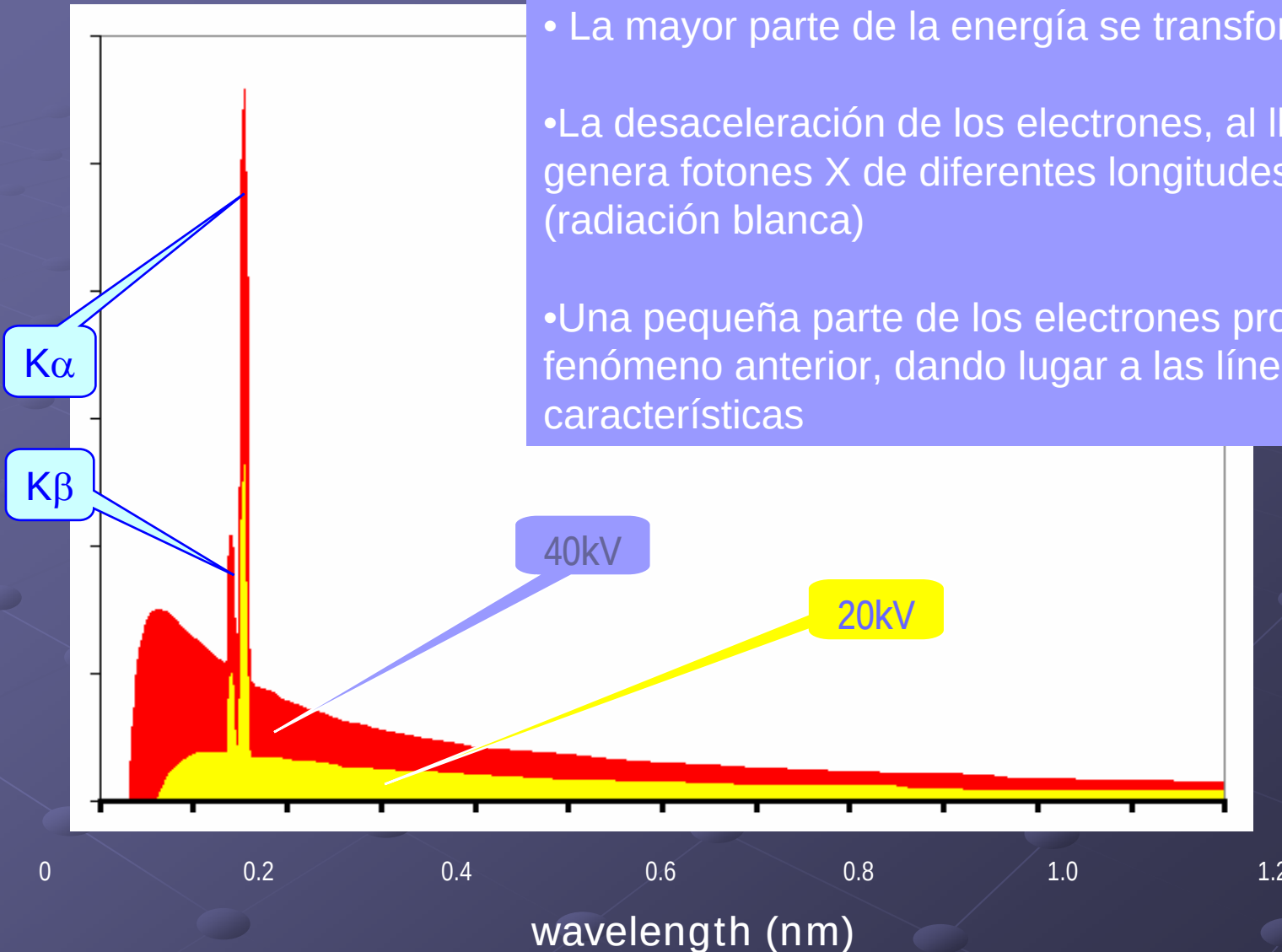


- Electrones acelerados impactan sobre un blanco
- Los átomos del blanco sufren procesos de excitación
- En el proceso de relajación emiten fotones X

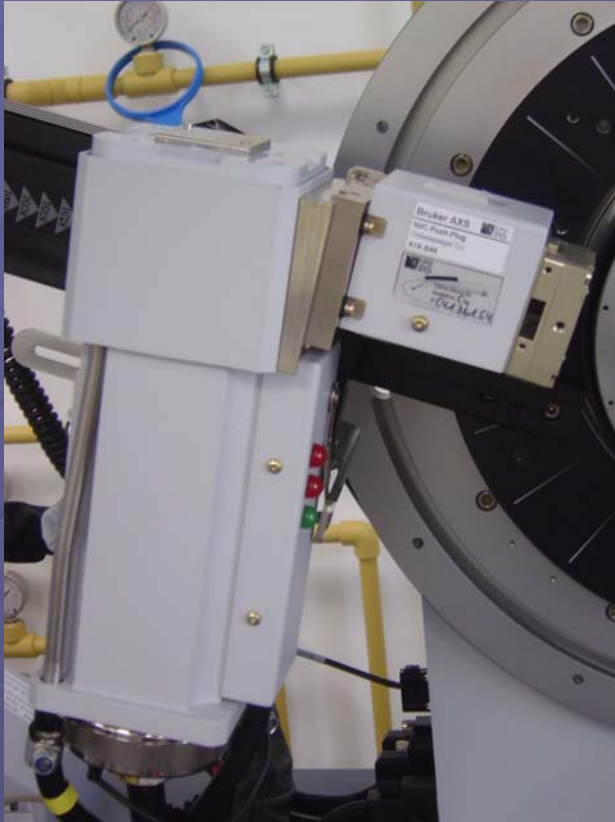


Radiación emitida

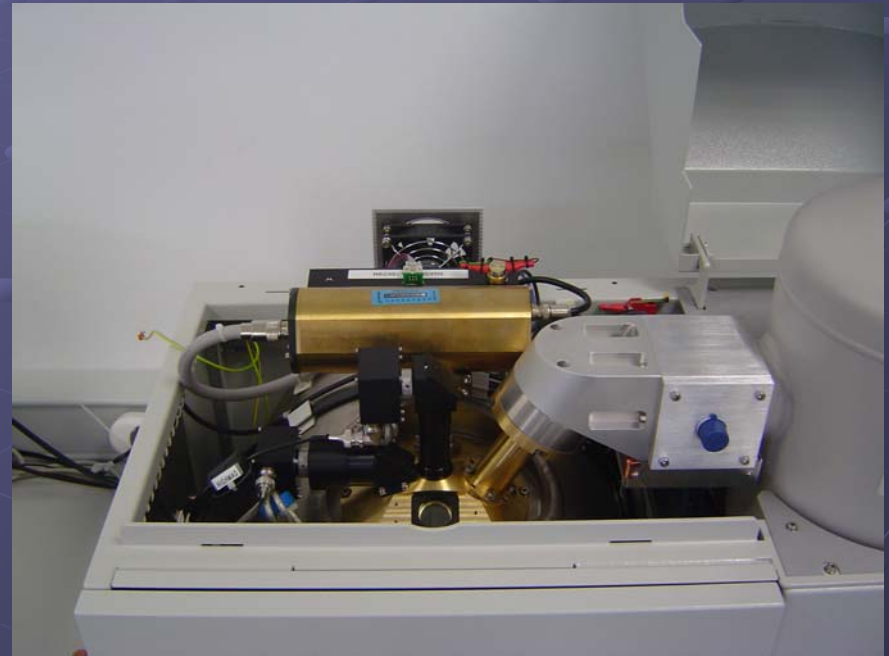
- La mayor parte de la energía se transforma en calor
- La desaceleración de los electrones, al llegar al blanco, genera fotones X de diferentes longitudes de ondas (radiación blanca)
- Una pequeña parte de los electrones provoca el fenómeno anterior, dando lugar a las líneas de rayos-X características



Nuestras fuentes de rayos-X



- Tubo del D8C (anticátodo de Cu)



- Tubo del EAGLE (anticátodo de Rh)

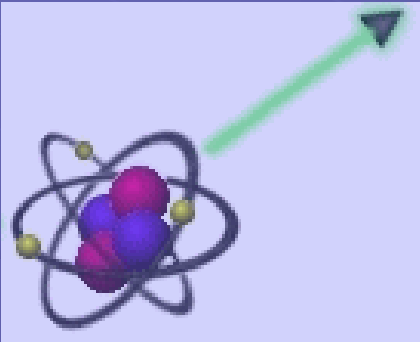
Equipamiento necesario



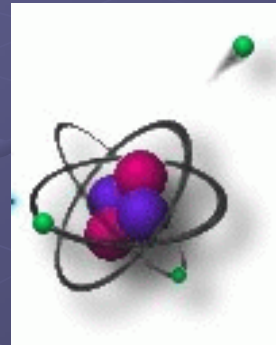
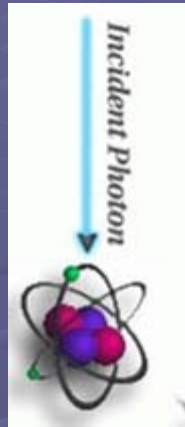
- Sistema de refrigeración: refrigeradora y líneas de conducción

La interacción de los Rayos-X con la materia

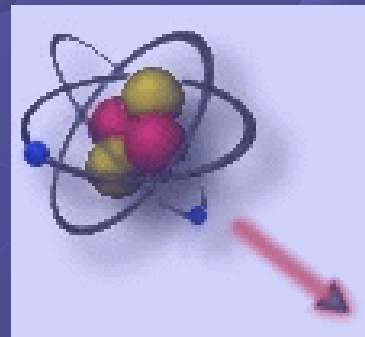
$$\Delta E = 0$$



Fenómenos
de difracción

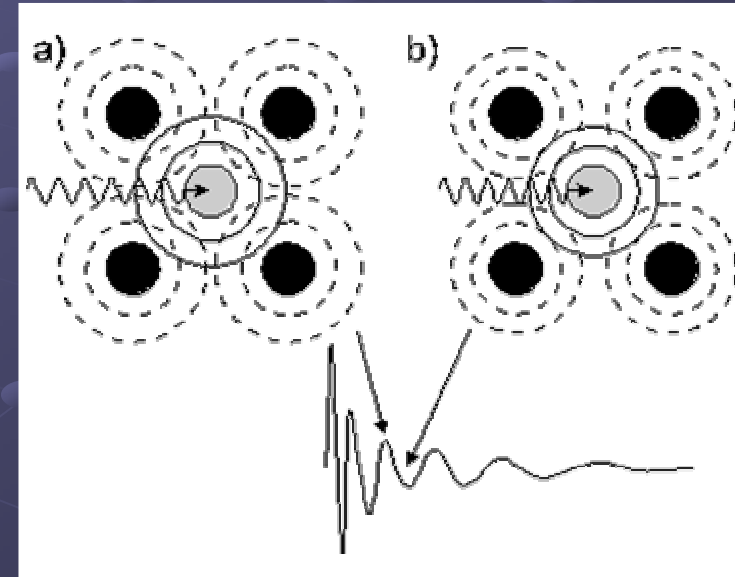


XPS. Efecto
fotoeléctrico



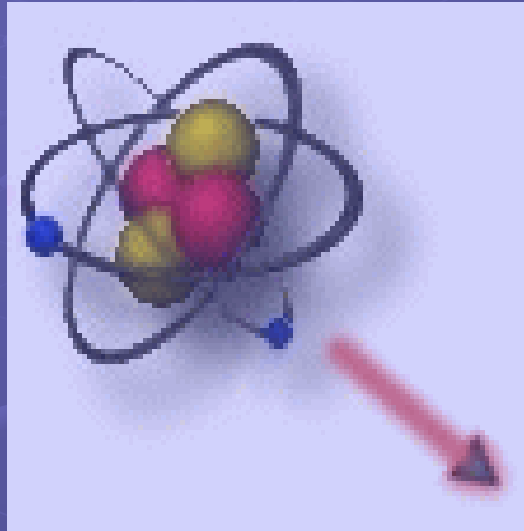
Fluorescencia

$$\Delta E \neq 0$$

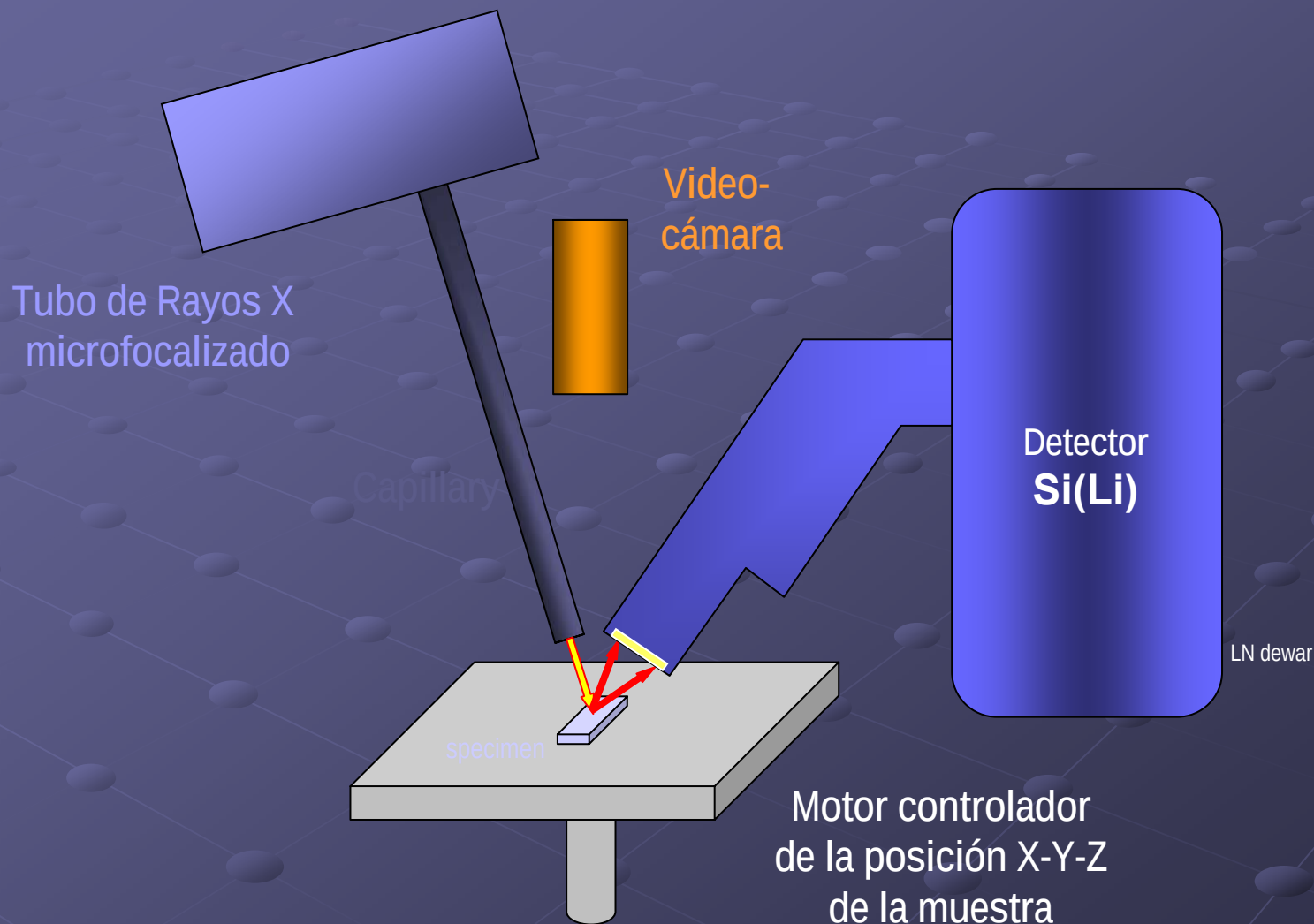


Absorción de Rayos-X en
sistemas condensados

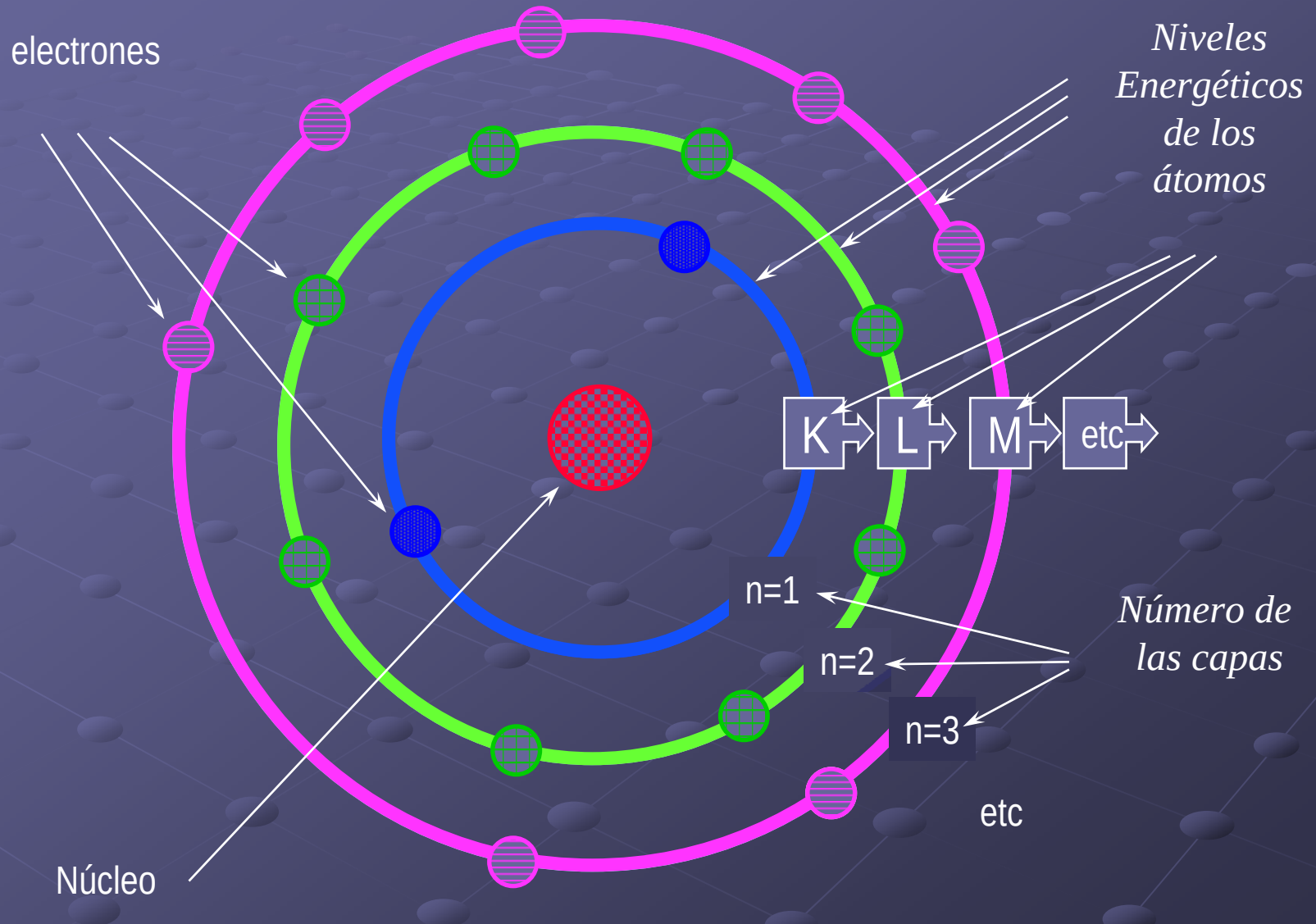
Fluorescencia



Información General de un Experimento FRX

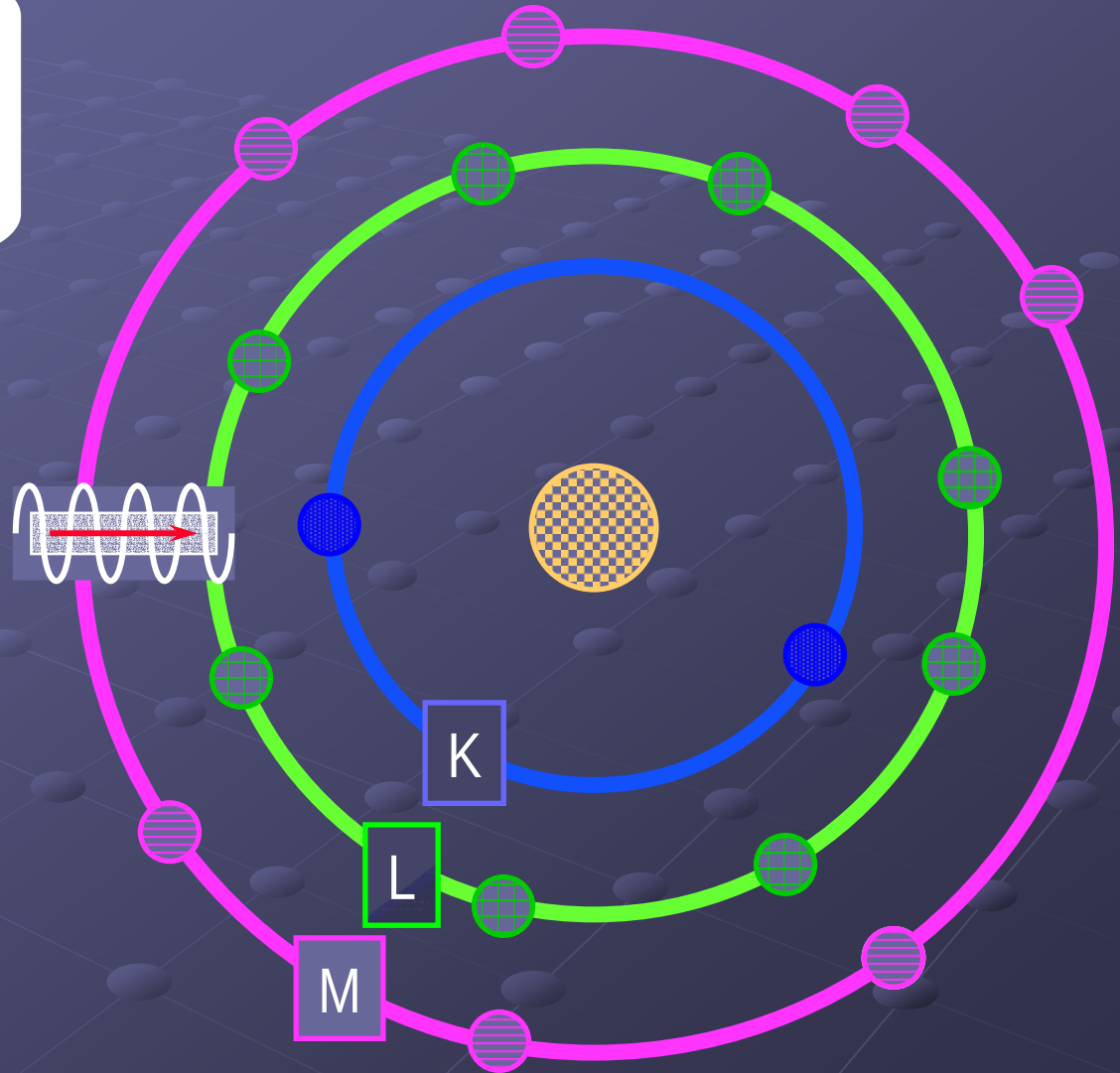


Estructura simplificada de un átomo

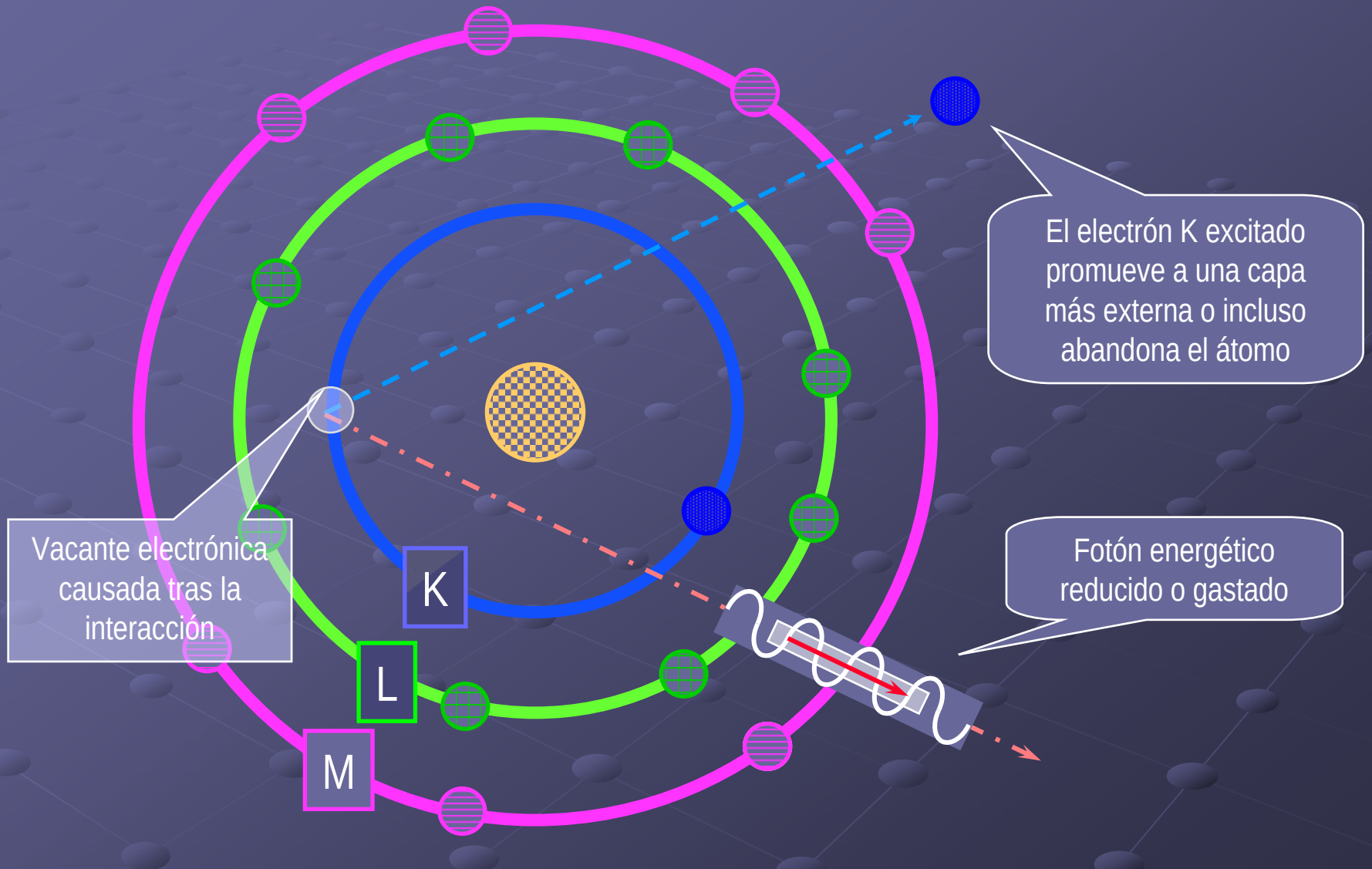


Interacción observada en la FRX (1)

Fotón energético con energía mayor que los electrones de la capa K de un átomo presente en la muestra

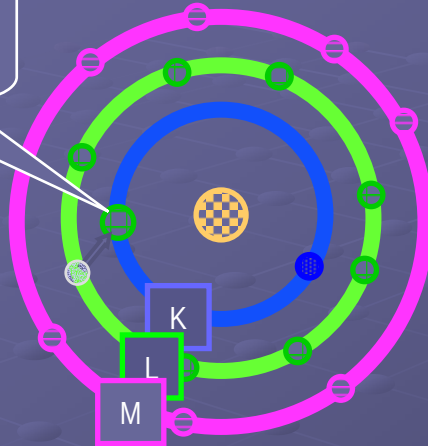


Interacción observada en la FRX (2)

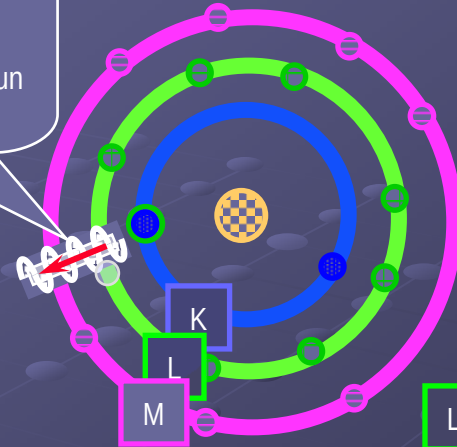


Interacción observada en la FRX (3)

Un electrón de la capa L se transfiere a la vacante...

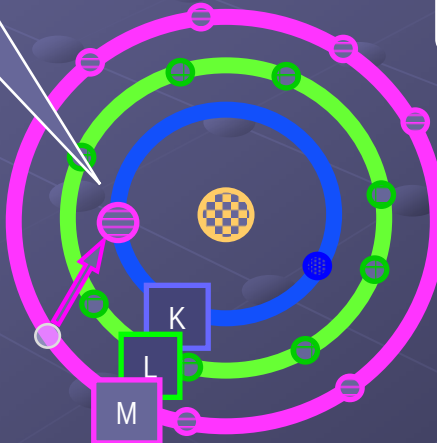


La energía potencial en exceso del electrón transferido $[E_L - E_K]$ se convierte en un fotón X "K α "

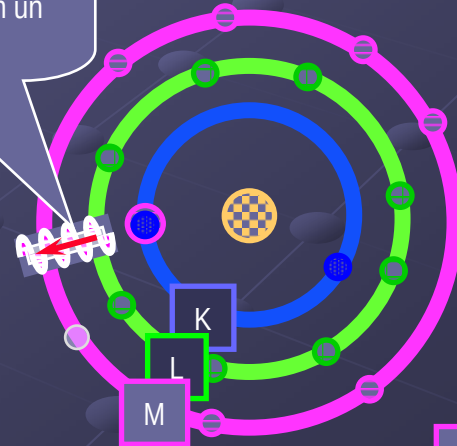


$$L - K \Rightarrow K\alpha$$

Un electrón de la capa M se transfiere para rellenar la vacante creada en la capa K...

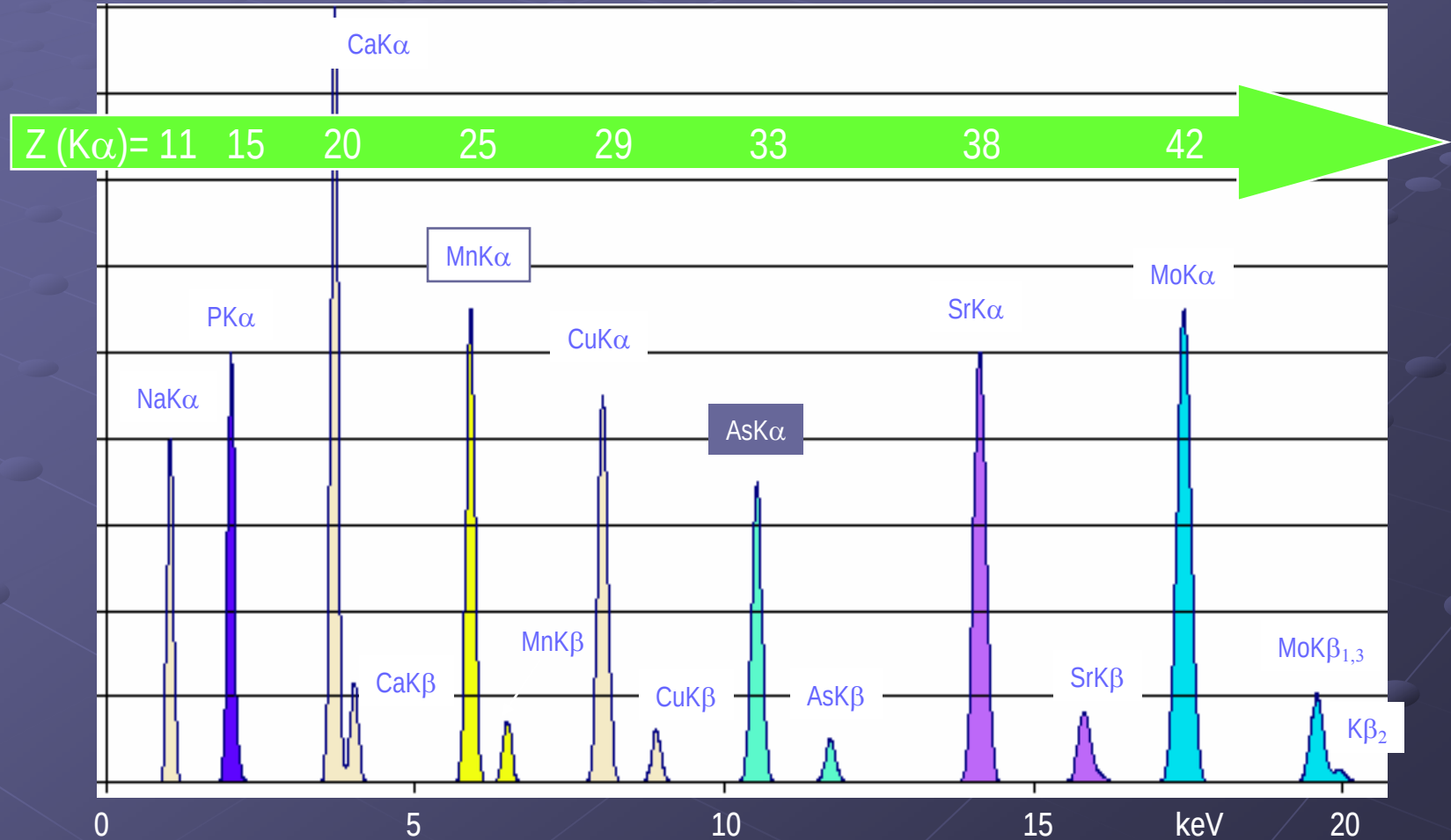


El exceso de energía potencial del electrón transferido $[E_M - E_K]$ se convierte en un fotón "K β "

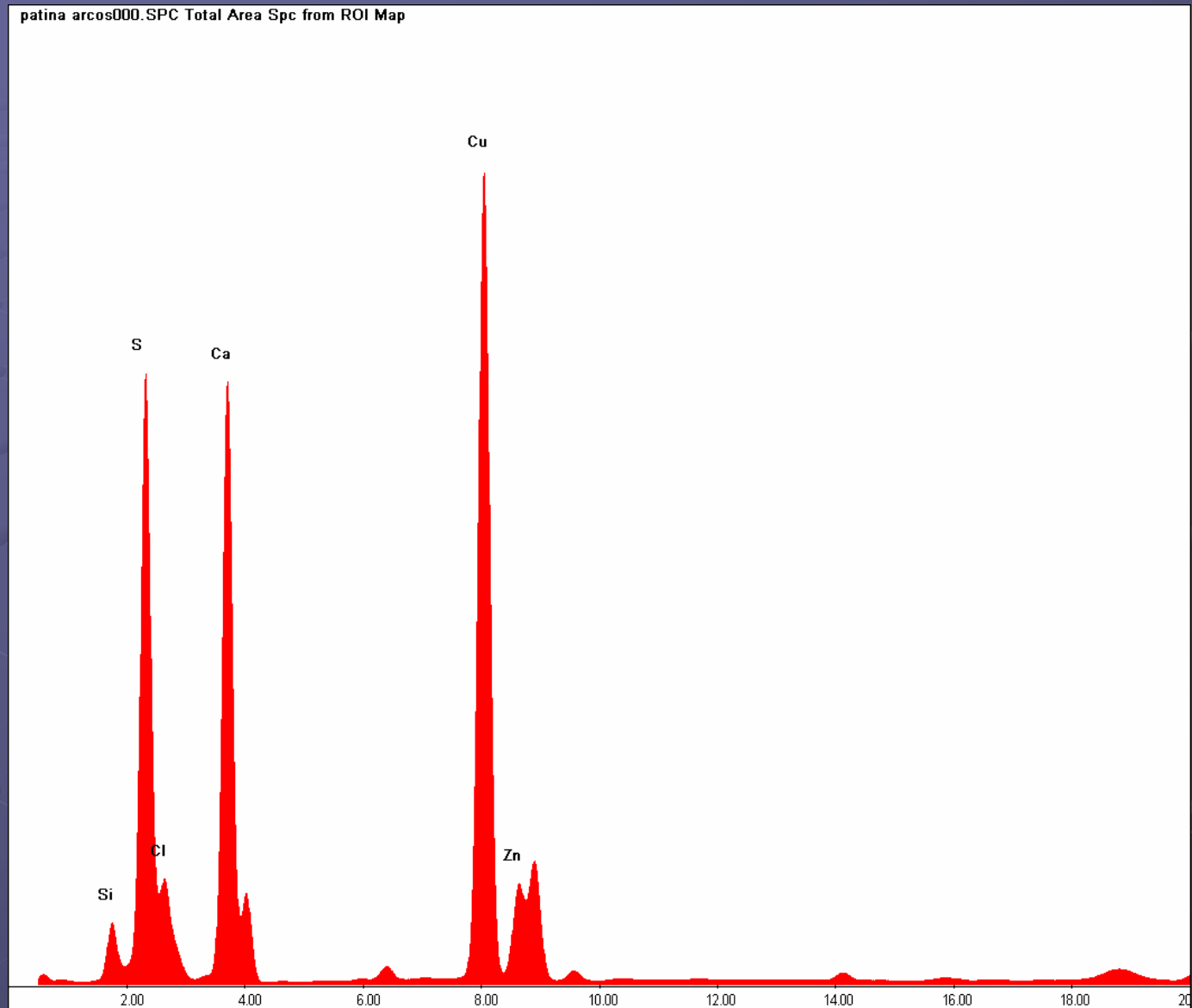


$$M - K \Rightarrow K\beta$$

Energías características y Número atómico



Una ilustración práctica

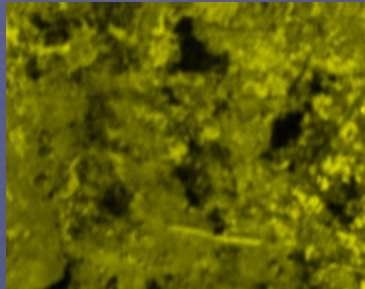


Una ilustración práctica

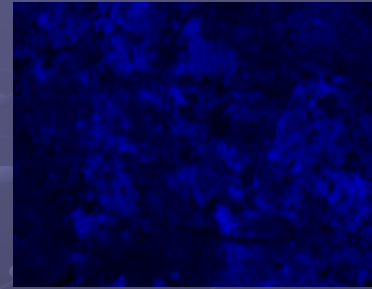
Muestra



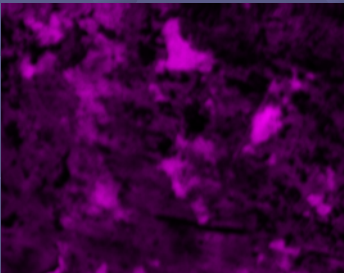
Calcio



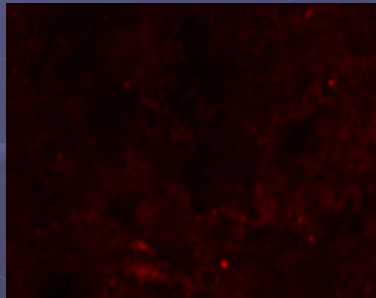
Cloro



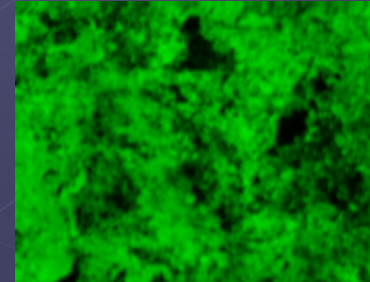
Cobre



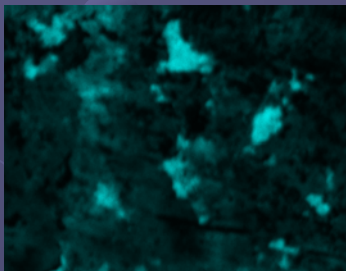
Silicio



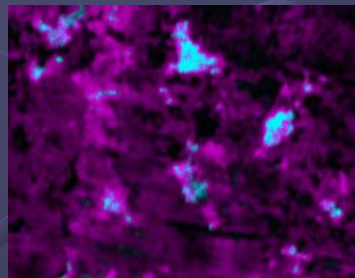
Azufre



Cinc



Cobre y cinc



Muestras que se pueden medir: Tipos y características

- Muestras sólidas
- Muestras voluminosas
- Elementos a partir del Na

Ventajas de la FRX como técnica analítica

- Tener un amplio campo de aplicación, ya que es aplicable a cualquier elemento químico con número atómico mayor que 4 (berilio), aunque en los espectros comerciales la zona de aplicación está limitada hasta el número atómico 9 (flúor).
- Relativa simplicidad del espectro de emisión de rayos-X, ya que en general cada elemento presenta pocas líneas y su posición no depende del tipo de compuesto en el que se encuentre el elemento.
- No existen prácticamente interferencias espectrales, y en caso de existir hay muchas formas de evitarlas o corregirlas.

Campos de aplicación de la FRX

- Su campo de aplicación es muy amplio y englobaría a la Ciencia de Materiales, Química Inorgánica, Cristalografía, Mineralogía, Geología, Química Analítica, Edafología, Química Industrial, Metalurgia, Cerámica y Materiales de Construcción, Arquometría, Ciencias Ambientales, ...
- Las muestras pueden estar en forma de sólidos, pastillas, polvos, líquidos y películas finas.
- El material puede ser metal, mineral, cerámico, vidrio, plástico, tela, papel o prácticamente de cualquier tipo.
- La forma y el tamaño puede ser muy variable.
- La muestra puede ser depositada en papel de filtro, celulosa, resinas de cambio catiónico,...
- El método puede ser aplicado en condiciones especiales como altas y bajas temperaturas, atmósferas especiales, etc.