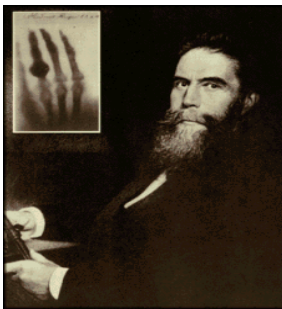


LABORATORIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X es una de las más ampliamente usadas en el estudio de la materia sólida, aunque también encuentra aplicaciones en análisis de estados desordenados. Constituye una metodología veterana, aunque no para de renovarse continuamente. Sus orígenes se remontan a principios del siglo XX (Laue, 1912, W.H. Bragg y W.L. Bragg, 1915), quienes diseñaron experiencias de difracción y reflexión de rayos X por materia cristalina que permitieron mostrar la naturaleza electromagnética de esta radiación.

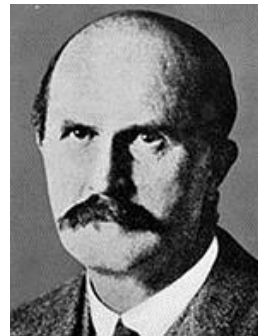
Wilhelm Röntgen (1885)
descubrió los rayos X



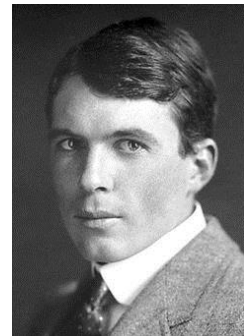
Max von Laue (1912)



Father
William H. Bragg in 1915.



Son
William L. Bragg in 1915



La principal aportación de estos científicos fue la famosa ley de Bragg,

$$\lambda = 2 d_{nh nk nl} \text{sen}\theta$$

que permite deducir las distancias interplanares (d_{hkl}) de los cristales a partir del ángulo (θ) al que reflejan los rayos X de longitud de onda λ . En esta ecuación los planos cristalinos están representados por los índices de Miller (hkl) y n es un número entero que indica el retraso con el que interfieren las ondas reflejadas por planos sucesivos. En general la ecuación se simplifica

$$\lambda = 2 d_{HKL} \text{sen}\theta$$

indicando los símbolos HKL ($H = nh$, $K = nk$, $L = nL$) los índices de las reflexiones típicas de cada fase cristalina.

Pronto se dedujo que el fenómeno de difracción de los rayos X estaba condicionado por el número y distribución de los electrones que intervienen en la estructura cristalina. El estudio de la función densidad electrónica ($\rho_{(x,y,z)}$) de los cristales, al ser periódica, resultó ser un instrumento valioso para el estudio de la naturaleza cristalina que pudo ser analizada con resolución insospechada antes de la segunda mitad del siglo XX.

Para el estudio de la función ($\rho_{(x,y,z)}$) se utilizan sumatorias de Fourier, por lo que su uso requiere necesariamente el uso de programas de cálculo. Realmente esta metodología no se ha desarrollado plenamente hasta el último cuarto del siglo pasado.

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \sum_h \sum_k \sum_l |F_{hkl}| e^{-2\pi i(hx + ky + lz - \alpha'_{hkl})}$$

En la expresión anterior $|F_{hkl}|$ es la media experimental de la amplitud de la reflexión hkl y α'_{hkl} es su ángulo de fase (que normalmente debe ser calculado mediante algoritmos ciertamente complicados). V es el volumen de la celdilla unidad.

En la actualidad, la difracción de rayos X tienen muchas aplicaciones en el estudio de la materia sólida: Unas veces a partir de mezclas de polvo mono o policristalinas y otras a partir de cristales con menos de un milímetro de diámetro, pueden realizarse estudios no destructivos de diversos tipos:

- Análisis cualitativo.
- Análisis cuantitativo
- Análisis microtextural
 - Tamaño de cristalito= mosaico= dominio coherente. Cristalinidad.
 - Deformación no homogénea (*strain*)
 - Tensores de dilatación térmica(termodifracción)
- Cambios de fase (reacciones en estado sólido, procesos secuenciales)
- Análisis estructural. Posiciones atómicas, oscilaciones atómicas de carácter térmico, desorden posicional, etc.)

Para los cuatro primeros apartados se suele utilizar el 'difractómetro de polvo' que, como su nombre indica utiliza muestras policristalinas, mientras que para el análisis estructural es preferible utilizar el difractómetro de cristal único. El programa X Powder (www.xpowder.com) facilita este tipo de análisis con la ayuda de la base de datos PDF2.DAT del ICDD ([E-mail:info@icdd.com](mailto:info@icdd.com) <http://www.icdd.com>).

El análisis por difracción de rayos X se utiliza sobre cualquier material sólido. Es ampliamente utilizado en materiales inorgánicos, superconductores, orgánicos, cementos, minerales, materiales corrosivos, metales y aleaciones, polímeros, detergentes, pigmentos, materiales forenses, productos farmacéuticos, zeolitas, cerámicas, explosivos, etc.

LABORATORIO DE MONUMENTOS

El equipo de investigación “*Estudio y Conservación de los materiales de construcción en el Patrimonio Arquitectónico*” (integrado en el Grupo RNM 179), desde su creación en 1988, se dedica al estudio de las características y propiedades de los diferentes materiales de construcción de los edificios históricos, al análisis de los factores y mecanismos que condicionan su deterioro, y a la investigación y desarrollo científico de las técnicas y metodologías que permitan la restauración y conservación del Patrimonio Arquitectónico.

El grupo colabora, asimismo, con los profesionales encargados de la conservación y restauración de diversos edificios históricos realizando tanto el diagnóstico previo, como el seguimiento científico y control de las intervenciones.



Para el desarrollo de las actividades investigadoras y de asesoría se dispone de una amplia gama de instrumentación analítica, moderna y sofisticada que permite ofrecer soluciones fiables y concretas en cualquier proceso de rehabilitación y conservación de edificios históricos.

El equipamiento que se utiliza se encuentra en el Departamento de Mineralogía y Petrología, en el Centro Andaluz del Medio Ambiente (CEAMA), o bien en el Centro de Instrumentación Científica de la Universidad de Granada.

Porosímetro de inyección de mercurio



El laboratorio dispone, entre otros, de los siguientes instrumentos: porosímetro de inyección de mercurio, equipo de adsorción de nitrógeno, colorímetro, ultrasonidos. El director del equipo es el Prof. Dr. Eduardo M. Sebastián Pardo (rolando@ugr.es).

Equipo de adsorción de nitrógeno

LABORATORIO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

El laboratorio de Fluorescencia de Rayos X cuenta con un equipo S4 XPLOER de BRUKER. Se trata de un moderno espectrómetro secuencial de fluorescencia de rayos-x por longitudes de onda dispersiva para análisis cualitativo, cuantitativo y semicuantitativo. Permite analizar todos los elementos desde el Berilio al Uranio en muestras sólidas, en polvo y líquidas. Es un aparato muy robusto y compacto, construido en un sólo armario.

Dispone de un cargador de muestras que está basado en un concepto modular con la mayor de las flexibilidades para adaptar el espectrómetro a cualquier proceso de automatización acorde con las necesidades analíticas. Dicho cargador proporciona reproducibilidad óptima mediante el posicionado de los portamuestras en la misma superficie de referencia del espectrómetro. La muestra gira a 30 rpm para compensar los defectos de la no-homogeneidad.



LABORATORIO DE ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

El laboratorio de determinación de tamaño de grano está equipado con un analizador SediGraph 5100 en combinación con un muestreador automático MasterTech 51 que permite la determinación del tamaño de partícula en distintos tipos de sedimentos u otros materiales particulados. Esta determinación se realiza por el método de sedimentación de acuerdo con la ley de Stokes.



Para medir la velocidad de sedimentación de cada partícula el Sdigraph 5100 usa un haz colimador de baja energía de rayos-X.

Todo el sistema está automatizado, de modo que las muestras se introducen en la cámara de mezcla y el proceso analítico se programa desde un ordenador. Todos los parámetros, incluyendo el número de Reynolds se determinan automáticamente, eliminando así

errores como resultado de la entrada manual que habitualmente utilizan otros sistemas.

LABORATORIO DE GEOQUÍMICA

El laboratorio de geoquímica está equipado con dos vitrinas de gases para ataque ácido de muestras y utilización de diferentes tipos de reactivos.

Este laboratorio se dedica fundamentalmente a la preparación de muestras en disolución para su posterior análisis por Absorción atómica (AA) y Espectrometría de masas con antorcha de plasma (ICP-MS), y a la separación mineral mediante ataque químico secuencial y por líquidos densos.

Está equipado además con balanzas de precisión, estufas y hornos, ultracentrífuga y material de laboratorio diverso.

