



Resolución y Refinamiento de Estructuras Cristalinas a partir de Datos de Difracción de Rayos – X

O. Hernández Silva¹ y E. Reguera¹

¹ Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

Introducción

El conocimiento de la estructura cristalina de un material permite prever su comportamiento. Así mismo, optimizar el material para la aplicación prevista. Para comprender las relaciones entre estructura y propiedad es necesario conocer primero su estructura a nivel atómico y la única forma inequívoca posible de hacerlo es utilizando la difracción de rayos X. Esta técnica se usa con dos objetivos [1]:

- Determinar la estructura a nivel atómico del material sólido estudiado.
- Analíticamente, para la identificación y determinación de las fases presentes en una mezcla dada.

Según el estado en que se presenta el material de estudio, se puede generalmente diferenciar entre monocristales y policristales.

Los estudios cristalográficos realizados con monocristales han permitido el conocimiento de la distribución atómica en un gran número de materiales sólidos cristalinos. Sin embargo, no siempre es posible obtener cristales que puedan ser estudiados con las técnicas cristalográficas convencionales de monocristal, ya que en ocasiones el compuesto se resiste a dar cristales aceptables, por lo que se puede obtener información estructural sólo a partir de difractogramas de materiales policristalinos [2]. En este método la muestra se pulveriza lo más finamente posible de forma que esté constituida idealmente con partículas cristalinas en cualquier orientación. Aunque la mayoría de los cristales de la muestra no producen difracción, normalmente hay los suficientes cristales orientados correctamente para que la intensidad de la difracción sea lo bastante importante como para registrar la información de la reflexiones. Sin embargo, el éxito de ésta técnica suele ser limitada por la calidad de los datos experimentales [3].

Esto debido a que los datos de polvos carecen de una imagen de difracción tridimensional y sólo puede ser apreciado considerando que cada patrón de difracción de polvos representa una imagen en una dimensión de la red recíproca a diferencia de las tres dimensiones que conforman el de un monocristal, garantizando de esta manera una información más completa sobre la estructura cristalina [2]. Otra desventaja de los métodos policristalinos es que en ellos se superponen

los picos de difracción que corresponden a diferentes familias de planos cuyas distancias interplanares son iguales o aproximadamente iguales. En el Difractómetro de monocristales estas reflexiones se miden individualmente y esto permite la evaluación del modulo de factor de estructura de cada reflexión por separado [3].

Los alcances de este proyecto van enfocados a la determinación de estructuras cristalinas de materiales porosos moleculares, utilizando la técnica de difracción de rayos X en dependencia del estado en que se presente el material: monocristalino o policristalino, analizando las ventajas y desventajas de aplicar los métodos de resolución y refinamiento de estructuras a cada uno de estos. El aporte de este enfoque enriquecerá el conocimiento de estructura - propiedad para predecir sus aplicaciones e inducir la modificación racional de constituyentes a nivel molecular.

Metodología

- Adiestramiento en técnicas de resolución y refinamiento de estructuras monocristalinas y policristalinas, aplicando los métodos directos y el método de Patterson para la solución de estructuras y utilizando los programas de refinamiento WinGX y Fullprof para monocristales y policristales respectivamente.
- Resolución y refinamiento de estructuras cristalinas a partir de Datos de difracción de Rayos – X de monocristales y policristales.
- Aplicación de la Luz Sincrotrón para el estudio de los materiales cristalinos.

Referencias

- 1) Pechrsky, K.V.; Zavalij, Y.P.: “*Fundamentals of Powder Difraccion and structural Characterization of Materials.*” Springer Editorial. Second edition.
- 2) Cano, E.I., Vicente, J.: “*Rietveld Metod*” Universitat Jaume I. Publicacions, ed. III
- 3) Fuentes, L.: “*Introducción al Método Rietvel*” Centro de Investigación de Materiales Avanzados, S.C. Editorial IFUNAM, México D.F. 2002.