

## Difracție de raze X

Cuvinte cheie: analiză structurală pe solide, difracție de raze X pe pulberi și pe monocristale, structură cristalină

### DESCRIERE

Difracția de raze X este o tehnică analitică de caracterizare a materialelor solide, organice sau anorganice, intensitățile de difracție fiind generate în urma interacțiunilor radiațiilor X cu electronii atomilor din rețea.

În funcție de modul în care se prezintă compușii pe care dorim să-i investigăm, apelăm la difracția pe pulberi cristaline sau la difracția de raze X pe monocristale. Informațiile extrase prin cele două tehnici difractometrice sunt utilizate pentru caracterizarea structurală a rețelei cristaline.

Un avantaj important al difracției de raze X este rapiditatea obținerii de informații, metoda este nedistructivă și necesită o cantitate mică de probă. Informațiile extrase din difractogramele de raze X pe pulberi sunt:

- ✓ **Analiza calitativă de faze cristaline:** se bazează pe faptul că fiecare fază cristalină are o difractogramă specifică
- ✓ **Analiza de faze cantitative:** dacă într-o probă avem mai multe faze, în funcție de numărul și intensitatea liniilor de difracție se poate stabili valoarea procentuală a fiecărei faze identificată în proba examinată
- ✓ **Analiza microstructurală:** determinarea dimensiunilor cristalelor, a tensiunilor din rețea și a probabilităților de defecte
- ✓ **Determinarea gradului de cristalinitate:** rezultă din raportul dintre aria maximelor de difracție și aria totală care include atât maximele de difracție, cât și aria halourilor fazei amorfe
- ✓ **Determinarea structurii cristaline din pulberi**

În cazul difracției de raze X pe monocristal se obține structura cristalină a compusului investigat.

### APLICAȚII

**Domenii de aplicabilitate:** cercetare-dezvoltare, optimizare de produse industriale, verificarea purității și detecția de impurități, evaluarea stabilității la diferite condiții de mediu etc.

**Sisteme:**

- i. compuși cristalini organici și anorganici:** compuși bioactivi naturali și de sinteză, sisteme (bio)moleculare care pot fi cristalizate, structuri metal-organice, minerale
- ii. materiale amorfe:** polimeri, biopolimeri și compozite

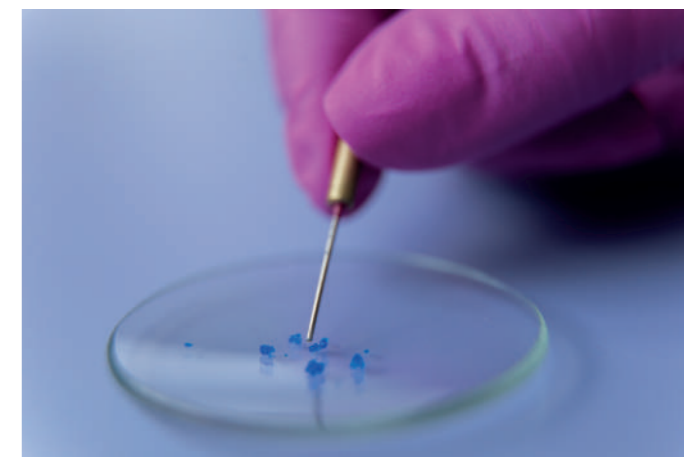
polimerice, grafene și compozite pe bază de grafene, sticle, materiale ceramice și compozite ale acestora

Industria: industria farmaceutică, industria suplimentelor alimentare, dispozitive medicale, industria chimică, mediu / depoluare, sănătate - nanomedicină

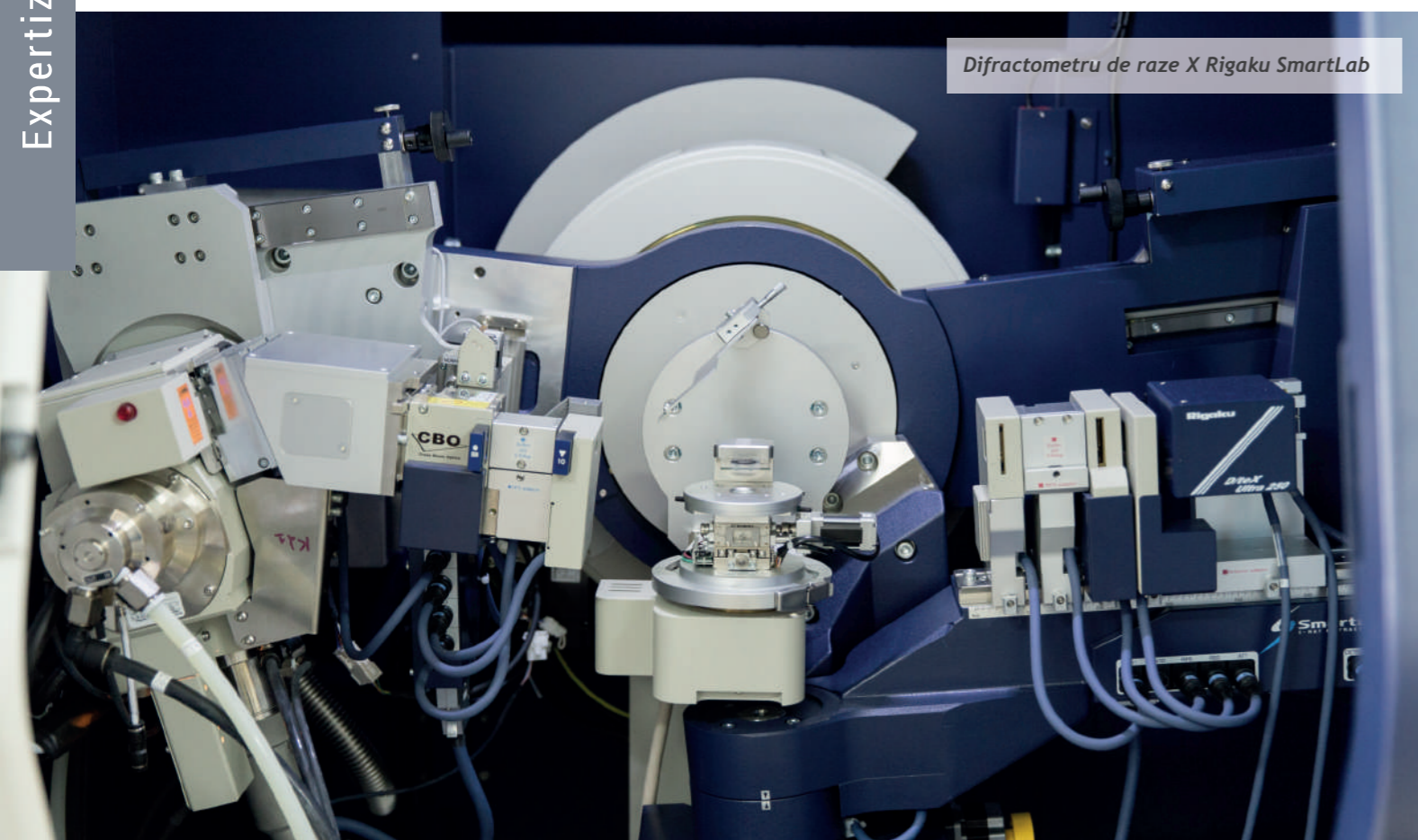
### INFRASTRUCTURA

Laboratorul de difracție de raze X este dotat cu trei difractometre:

- i. Bruker D8 Advance:** este utilizat pentru măsurătorile de pulberi; este echipat cu un monocromator de Ge (111) plasat în fasciculul incident și un detector ultrarapid de tipul LYNXEYE; colectarea difractogramelor se efectuează în geometria Bragg-Brentano varianta în reflexie
- ii. Rigaku SmartLab:** echipat cu anod rotativ de 9 kW, goniometru  $\theta$ - $\theta$  de rezoluție mare, se pot înregistra măsurători în reflexie și în modul de transmisie. Alături de pulberi, cu acest difractometru se pot efectua și măsurători de filme subțiri
- iii. Oxford SuperNova:** este dotat cu două microsurse (Cu, Mo), un detector CCD de înaltă performanță, echipat cu un Cryojet care permite efectuarea de măsurători în intervalul de temperatură 90÷490 K, este utilizat pentru măsurători de monocristale



Selectarea și montarea monocristalelor



## APLICAȚII UZUALE - EXEMPLE:

### Compuși bioactivi de sinteză sau naturali:

- ✓ **Detectarea impurităților** (peste 5%): impurități chimice prezente în materia primă sau forme cristaline nedorite apărute pe durata stocării
- ✓ **Determinarea structurii cristaline:** prin difracție de raze X pe monocristale sau prin cristalografie RMN datele experimentale de difracție de raze X pe pulberi sunt utilizate în combinație cu rezultatele obținute prin rezonanță magnetică pe solid și modelări moleculare prin calcule de chimie cuantică
- ✓ **Studii de stabilitate:** se pot realiza atât pentru produsul finit (tabletă/capsulă), cât și pentru substanța bioactivă; studiile de stabilitate constau în identificarea modificărilor structurale care pot apărea în timpul stocării la diferite condiții de mediu sau în urma procesului de desolvare



**Materiale dentare:** se pot efectua identificări de faze cristaline și calcul de dimensiuni de cristalite pentru modificările care apar în structura dintelui în urma expunerii acestuia la diferite materiale dentare (modificări structurale ale hidroxiapatitei sau fluoroapatitei din compoziția smalțului)

**Caracterizarea structurală a filmelor subțiri:** în cazul filmelor subțiri, prin efectuarea de experimente de reflectivitate, *Rocking curve* și mapare în spațiu reciproc, figuri de pol, difracție la incidență razantă se pot extrage următoarele informații: compoziție, orientare/textură, tensiunea din rețea, grosime, rugozitate

**Caracterizarea structurală prin difracție de raze X la unghiuri mici (SAXS).** Acest tip de măsurătoare se poate realiza pe probe sub formă de pudră sau suspensie. Prin analiza datelor obținute în urma unei măsurători de tip SAXS se pot obține informații despre dimensiunea particulelor și distribuția acestora

## AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe spectroscopia RMN-s, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe difracție de raze X, utilizată independent sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului / partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite
- Dotările existente (cele trei difractometre) ne permit abordarea metodelor de difracție utilizate în practica curentă, ele fiind deja implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal specializat, capabil să acopere toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este cazul

## COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI bazate pe difracție de raze X este format din două componente:

- ✓ timpul de utilizare a difractometrului, care include consumabilele și uzura: 25 lei/oră
- ✓ manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză / cercetare: negociabil, în funcție de gradul de complexitate a studiului.

## CONTACT



Dr. Maria Miclăuș  
Cercetător științific III  
Departamentul de Fizică Moleculară și Biomoleculară, B2.06  
☎ (+4)0264-584037, int 164, 206  
✉ maria.miclaus@itim-cj.ro  
🌐 www.itim-cj.ro