

Examen de la estructura de monocristales de NaCl con diferentes orientaciones



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



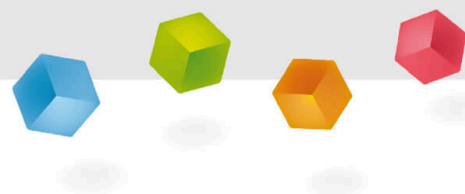
Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/60187fd47a08400003a2f437>

PHYWE



Información para el profesor

Aplicación

PHYWE



Montaje

La mayoría de las aplicaciones de los rayos X se basan en su capacidad para atravesar la materia. Como esta capacidad depende de la densidad de la materia, es posible obtener imágenes del interior de los objetos e incluso de las personas. Esto tiene un amplio uso en campos como la medicina o la seguridad.

Información adicional para el profesor (1/2)

PHYWE



Conocimiento

previo



Principio

Los conocimientos previos necesarios para este experimento se encuentran en la sección de principio.

Se analizan los espectros de los rayos X reflejados con distintas orientaciones por los monocristales de NaCl. Los espaciamentos interplanares asociados se determinan a partir de los ángulos de Bragg de las líneas características.

Este experimento está incluido en el "Análisis estructural de rayos X XRS 4.0".

Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



Objetivo



Tareas

El objetivo de este experimento es examinar la estructura de los cristales de NaCl en diferentes orientaciones.

1. Determinar la intensidad de los rayos X reflejados por los monocristales de NaCl con las orientaciones [100], [110] y [111] en función del ángulo de Bragg.
2. Asignar las reflexiones a los correspondientes planos de la red que vienen dados por sus respectivos índices de Miller.
3. Determinar la constante de red y calcular el espacio interplanar.
4. Determinar la masa de una célula y el número de átomos de la misma.

Principio (1/5)

PHYWE

Si los rayos X inciden en una familia de planos de red paralelos con la distancia interplanar d bajo el ángulo de incidencia θ la radiación se reflejará de forma constructiva siempre que se cumpla la llamada condición de Bragg (1) (véase la figura 1).

$$2d \sin(\theta) = n\lambda(1) \quad (d: \text{espacio interplanar; } n = 1, 2, 3, \dots)$$

En el contexto de los análisis de la estructura cristalina, n suele integrarse en la distancia entre los planos de la red.

$$2d \sin(\theta) = \lambda(1b)$$

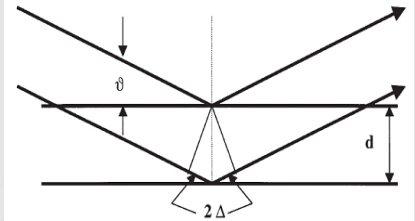


Fig. 1: Dispersión de Bragg en un par de planos de la red

Principio (2/5)

PHYWE

Las reflexiones de enésimo orden se asignan directamente a la difracción en los distintos planos. Los índices de Miller son un método para nombrar los distintos planos de un cristal. Básicamente indican los puntos de intersección de una sección imaginaria a través de la celda unitaria tridimensional del cristal. La unidad simétrica fundamental de un cristal es la celda unitaria. En una red cristalina cúbica, como en el caso del NaCl, todos los lados de esta celda tienen la misma longitud. La longitud de los lados de dicha celda se denomina constante de red a .

Principio (3/5)

PHYWE

Como se muestra en las figuras 2a a 2c, los monocristales de NaCl tienen una red cúbica centrada en la cara (fcc). En la celda primitiva, un ion Na^+ tiene las coordenadas (0,0,0) y un ion Cl^- tiene las coordenadas $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$.

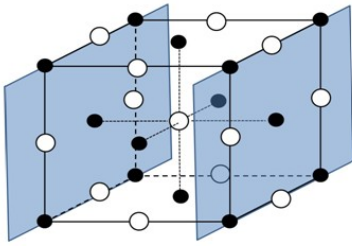


Fig. 2a: Cristal de NaCl con un plano de red dibujado (100)

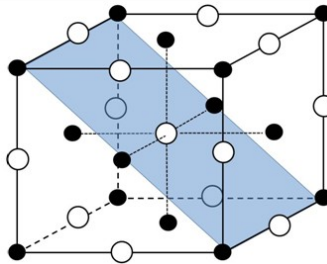


Fig. 2b: Cristal de NaCl con un plano de red dibujado (110)

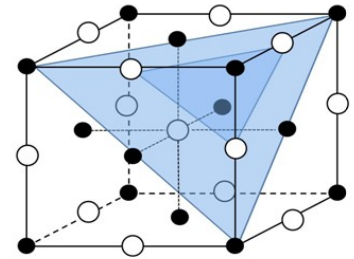


Fig. 2c: Cristal de NaCl con planos de red dibujados (111) y (222).

Principio (4/5)

PHYWE

Para un cristal cúbico con una constante de red a , los planos de red que se caracterizan por los índices de miller (h, k, l) tienen la siguiente separación interplanar d :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

Si se introduce (2) en (1b) se obtiene la siguiente conexión:

$$\sin(\theta_{hkl}) = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \cdot \frac{\lambda}{2a} \quad (2b)$$

Principio (5/5)

PHYWE

La intensidad relativa de la radiación reflejada viene determinada por la potencia de dispersión y la posición de los átomos individuales en la celda unitaria del cristal. Se describe mediante el llamado factor de estructura $F(h,k,l)$:

$$F(h,k,l) = \sum_n f_n \cdot \exp[-2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)] \quad (3)$$

En esta ecuación (3), f_n = el factor de forma atómica (factor de dispersión atómica), y u_n , v_n and w_n = las coordenadas del n -ésimo átomo en la celda unitaria. La intensidad total del haz retrodispersado I es:

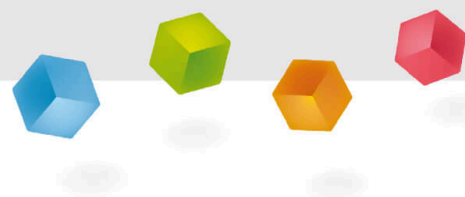
$$I = F \cdot F = |F(h,k,l)|^2 \quad (4)$$

Con los 000; 011; 101 y 110 de los átomos base en la celda unitaria de un cristal fcc, se deduce de (3) que $F = 0$ cuando el triplete h, k, l contiene números pares e impares, y $F = 4f$ cuando todos los índices son pares o impares. Además, en las estructuras cristalinas cúbicas centradas en las caras y en el caso de los planos de red 100 y 110, las reflexiones de los planos con valores impares para h, k y l se eliminan por extinción sistemática.

Material

Posición	Material	Artículo No.	Cantidad
1	XR 4.0 Unidad de rayos X, 35 kV	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray goniometro	09057-10	1
3	X-ray Módulo enchufable con tubo de rayos X de cobre (Cu)	09057-51	1
4	XR 4.0 Set de Extensión Análisis Estructural con Rayos X	09145-88	1

PHYWE



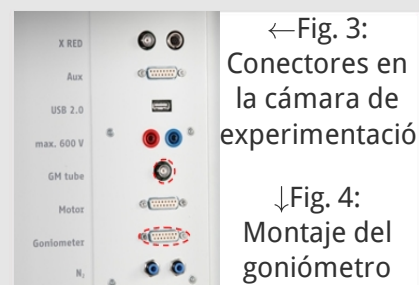
Montaje y ejecución

Montaje

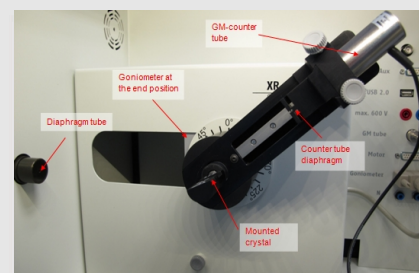
PHYWE

Conectar el goniómetro y el tubo contador Geiger-Müller a sus respectivos enchufes en la cámara de experimentación (véanse las marcas rojas en la Fig. 3). El bloque del goniómetro con el cristal del analizador debe situarse en la posición final del lado derecho. Fijar el tubo contador Geiger-Müller con su soporte en el tope posterior de los carriles guía. No olvide instalar el diafragma delante del tubo contador (véase la Fig. 4). Introducir un tubo de diafragma con un diámetro de 2 mm en la salida del haz de la unidad de enchufe del tubo.

Para la calibración: Asegurarse de que se ha introducido el cristal correcto en los parámetros del goniómetro. A continuación, seleccionar "Menú", "Goniómetro", "Autocalibración". El aparato determina ahora las posiciones óptimas del cristal y del goniómetro entre sí y luego las posiciones de los picos.



↓Fig. 4:
Montaje del
goniómetro



Ejecución (1/3)

PHYWE

- Conectar la unidad de rayos X mediante el cable USB al puerto USB de su ordenador (el puerto correcto de la unidad de rayos X está marcado en la figura 5).
- Iniciar el programa "measure". En la pantalla aparecerá una unidad de rayos X virtual.
- Puede controlar la unidad de rayos X haciendo clic en las distintas características de la unidad de rayos X virtual y debajo de ella. Alternativamente, también puede cambiar los parámetros en la unidad de rayos X real. El programa adoptará automáticamente los ajustes.



Fig. 5: Conexión del ordenador

Ejecución (2/3)

PHYWE

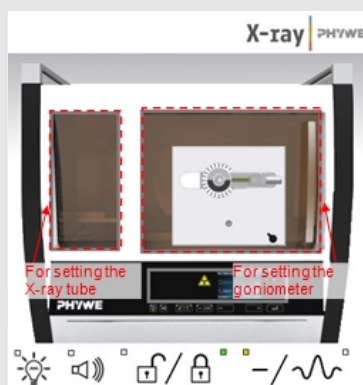


Fig. 6: Parte de la interfaz de usuario del software

- Si se hace clic en el tubo de rayos X (véase la marca roja en la figura 6), se podrán modificar la tensión y la corriente del tubo de rayos X. Seleccionar los parámetros como se muestra en la Fig. 7.
- Si hace clic en el tubo de rayos X, puede cambiar el voltaje y la corriente del tubo de rayos X. Seleccionar lo siguiente: voltaje del ánodo $U_A = 35 \text{ kV}$; corriente anódica $I_A = 1 \text{ mA}$
- Montar uno de los cristales en el soporte universal de cristales y fíjelo al goniómetro (Fig. 4).

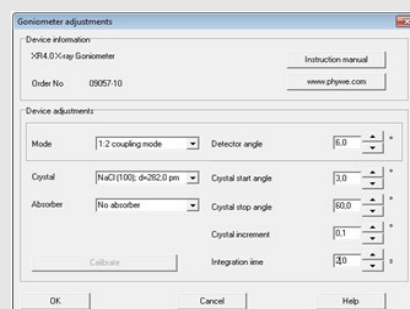
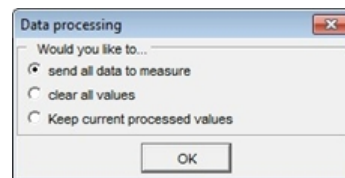
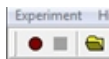


Fig. 7: Ajustes del goniómetro, cristal de NaCl (100)

Ejecución (3/3)

PHYWE

- Iniciar la medición haciendo clic en el círculo rojo:
- Tras la medición, aparece la siguiente ventana:

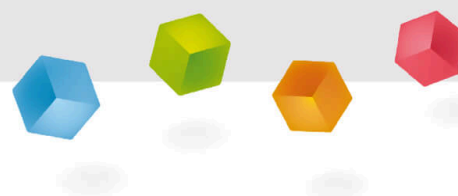


- Seleccionar el primer elemento y confirmar haciendo clic en OK. Los valores medidos se transferirán ahora directamente al software "measure".

Visión general de los ajustes del goniómetro y de la unidad de rayos X:

- Modo de acoplamiento 1:2
- Tiempo de la puerta 2 s; anchura del paso del ángulo $0,1^\circ$.
- Rango de exploración $3^\circ - 60^\circ$
- Tensión anódica $U_A = 35 \text{ kV}$; corriente anódica $I_A = 1 \text{ mA}$

PHYWE



Resultados

Tarea 1

PHYWE

Determinar la intensidad de los rayos X que son reflejados por los monocristales de NaCl con las orientaciones [100], [110] y [111] en función del ángulo de Bragg.

Las figuras 8a a 8c muestran la Intensidad del espectro de rayos X del cobre en función del ángulo de incidencia θ .

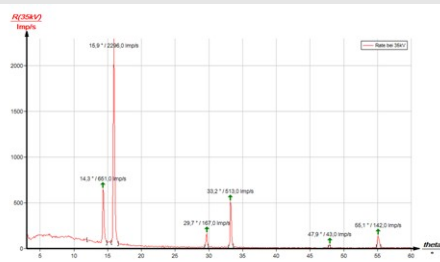


Fig. 8a: Orientación del cristal [100]

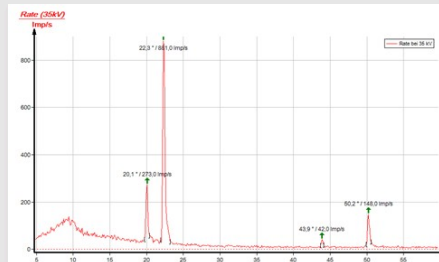


Fig. 8b: Orientación del cristal [110]

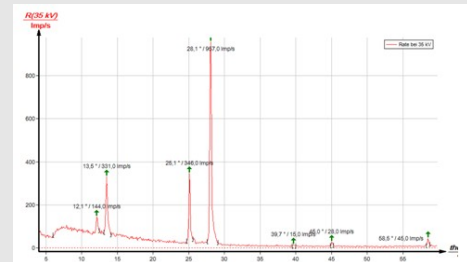


Fig. 8c: Orientación del cristal [111].

Tarea 1 (parte 2)

PHYWE

En comparación con los otros espectros, el espectro del cristal [111] (Fig. 8c) muestra una característica notable. Mientras que en el caso de los otros espectros, la intensidad de las líneas características es siempre la más alta para las reflexiones de primer orden ($n = 1$). Este es el caso de $n = 2$ en la figura 8c.

En el cristal [111], los planos paralelos de la red están ocupados sólo por iones Na^+ o por iones Cl^- . Como estos dos iones tienen diferentes factores de dispersión, las intensidades también difieren entre sí. Si f_{Na} y f_{Cl} son los factores de dispersión, lo siguiente resulta de (3) para planos de red con índices únicamente impares o únicamente pares (h, k, l):

$$F = 4(f_{\text{Na}} + f_{\text{Cl}}) \text{ y } I \propto F^2 = 16(f_{\text{Na}} + f_{\text{Cl}})^2$$

Tarea 2

PHYWE

Asignación de los índices de Miller

En la Tabla 1, los ángulos de inclinación θ que se determinaron con la ayuda de las figuras 8a a 8c se asignan a sus respectivos índices de Miller.

Basándonos en (3), sabemos que para los planos de red 100 y 110 sólo son posibles valores pares o impares para el triplete h, k, l y que, de hecho, no hay reflexiones para valores impares de h, k y l en 100 y 110. Estas consideraciones dieron lugar a las asignaciones que se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1 $\theta(K_\alpha) \theta(K_\beta) (h, k, l) h^2 + k^2 + l^2$
(100) cristal

	15.9	14.3	200	4
	33.2	29.7	400	16
	55.1	47.9	600	36

(110) cristal

	22.3	20.1	220	8
	50.2	43.9	440	32

(111) cristal

	13.5	12.1	111	3
	28.1	25.1	222	12
	45.0	29.7	333	27
	--	58.5	444	48

Tarea 3

PHYWE

Determinar la constante de red y calcule el espacio interplanar.

Si se resuelve la ecuación (2b) para a , se obtiene la constante de red a para las distintas reflexiones en base a los tripletes hkl que se determinaron en la Tarea 1, así como en base al ángulo de deslizamiento θ y la longitud de onda de la radiación X característica del cobre ($\lambda_{K_\alpha} = 154,4 \text{ pm}$; $\lambda_{K_\beta} = 139,2 \text{ pm}$). La tabla 2 muestra los valores correspondientes. Una comparación del valor medio con el valor de la literatura de $a = 564 \text{ pm}$ muestra una buena correspondencia. La ecuación (2) puede utilizarse ahora para calcular el espaciado interplanar para el primer plano, ya que la constante de red a se refiere a una celda unitaria con sólo dos planos. Con este valor y de acuerdo con la ecuación (1), las distancias entre los planos individuales de la red son las siguientes: $d(200) = 282,0 \text{ pm}$, $d(220) = 201,9 \text{ pm}$, y $d(111) = 330,2 \text{ pm}$.

Valores literarios: $d(200) = 282,0 \text{ pm}$, $d(220) = 199,4 \text{ pm}$ y $d(111) = 325,6 \text{ pm}$.

La gran concordancia entre el valor de la distancia entre los planos de la red (100) que se determinó

Tarea 3 (parte 2)

PHYWE

Cuadro 2 θ [°] (h, k, l) $h^2 + k^2 + l^2$ a [pm]**(100) cristal**

K_α	15.9	200	4	567
	33.2	400	16	564
	55.1	600	36	565
K_β	14.3	200	4	564
	29.7	400	16	562
	47.9	600	36	563
	Valor medio			564

Cuadro 2 θ [°] (h, k, l) $h^2 + k^2 + l^2$ a [pm]**(110) cristal**

K_α	22.3	220	8	575
	50.2	440	32	568
K_β	20.1	220	8	573
	43.9	440	32	568
	Valor medio			571

Tarea 3 (parte 3)

PHYWE

Cuadro 2 θ [°] (h, k, l) $h^2 + k^2 + l^2$ a [pm]**(100) cristal**

K_α	13.5	111	3	573
	28.1	222	12	586
	45.0	333	27	567
K_β	12.1	111	2	575
	25.1	222	12	568
	39.7	333	27	566
	58.5	444	48	566
	Valor medio			572

Tarea 4

PHYWE

Determinar la masa de una célula y el número de átomos de la misma.

Si se calcula el volumen de la celda unitaria del cloruro de sodio

$$a = 1.79 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$$

la densidad del cloruro de sodio de $\rho = 2.163 \text{ g/cm}^3$ conduce al peso de una célula unitaria como

$$m = \rho \cdot V = 3.87 \cdot 10^{-25} \text{ kg} = 233 \text{ u}$$

Como el número de átomos de Na en el NaCl es igual al número de átomos de Cl, las masas molares $M_{(\text{Na})} = 22,990 \text{ g/mol}$ y $M_{(\text{Cl})} = 35,453 \text{ g/mol}$ conducen a un número de $3,99 = 4$ átomos cada uno en la red Bravais, lo que también podría esperarse para una red fcc en base a las siguientes consideraciones (véase también la Fig. 9):

Tarea 4 (parte 2)

PHYWE

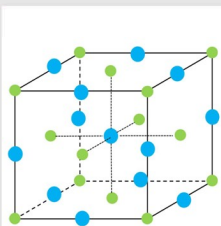


Fig. 9: La celda unitaria del NaCl, azul: Átomos de Cl; verde: Átomos de Na

Cada celda unitaria incluye 4 cationes (verdes):

Cada uno de los cationes de las 8 esquinas cuenta sólo como $\frac{1}{8}$ a la celda unitaria: 8 "cationes de esquina" $\cdot \frac{1}{8} \rightarrow 1$ catión

Los cationes de las superficies sólo cuentan como $\frac{1}{2}$: 6 "cationes de superficie" $\cdot \frac{1}{2} \rightarrow 3$ cationes

Cada célula unitaria incluye 4 aniones (azules):

Cada uno de los aniones en los 12 bordes cuenta sólo como $\frac{1}{4}$ a la celda unitaria: 12 "aniones de borde" $\cdot \frac{1}{4} \rightarrow 3$ aniones

El anión del centro pertenece completamente a la celda unidad: 1 "anión del centro" $\rightarrow 1$ anión