

# Investigación de estructuras cristalinas hexagonales / método Debye-Scherrer



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



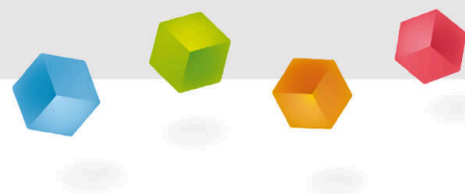
Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/60672e8b9b2e6a0003609618>

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

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



### Principio

Una lámina de circonio policristalina se irradia con rayos X. Las reflexiones Debye-Scherrer resultantes se fotografían y se evalúan.

## Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



### Objetivo

El objetivo de este experimento es llegar a analizar la estructura cristalina del circonio.



### Tareas

1. Tomar fotografías de los reflejos de Debye-Scherrer de una lámina de circonio fina y policristalina.
2. Asignar los anillos de Debye-Scherrer a los planos de la red correspondientes.
3. Calcular las constantes de red del circonio.
4. Determinar el número de átomos en la celda unitaria.

## Principio (1/4)

PHYWE

En los átomos, los rayos X son dispersados por los electrones de los mismos. En consecuencia, la potencia de dispersión de un átomo, representada por el factor de forma atómico  $f$  (factor de dispersión atómico), es proporcional al número de electrones de esos átomos y, por tanto, también al número atómico  $Z$ :

$$f \propto Z \quad (1)$$

Si los átomos de un sólido están dispuestos de forma periódica, los rayos X pueden reflejarse de forma constructiva en los planos de la red. Si, al mismo tiempo, se cumple la condición de Bragg (2), interfieren de forma constructiva:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (2)$$

( $d$  = espacio interplanar;  $\theta$  = ángulo de visión;  $\lambda$  = longitud de onda;  $n = 1, 2, 3, \dots$ )

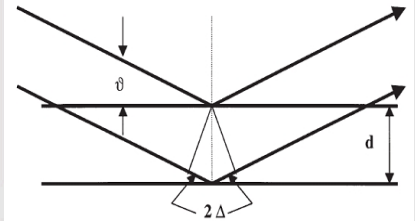


Fig. 1: Dispersión de Bragg en un par de planos de la red

## Principio (2/4)

PHYWE

La intensidad  $I$  de la radiación dispersa es proporcional al cuadrado del llamado factor de estructura  $f$ . Este último se obtiene por la suma de las ondas parciales que se dispersan en los  $n$  átomos individuales y de sus fases. Si los  $n$ -átomos de una celda unitaria tienen las coordenadas  $u_n, v_n, w_n$  la siguiente relación es válida para  $F(h,k,l)$  con los índices de Miller  $h, k, l$  del plano de la red reflectante:

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

Una celda unitaria hexagonal tiene átomos con las coordenadas  $(000)$  y  $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{2})$ . Con estas coordenadas, la ecuación (3) conduce a las siguientes condiciones para  $|F|^2$ :

$h + 2k$	$l$	$ F ^2$
$3n$	extraño	$0$
$3n$	incluso	$4f^2$
$3n \pm 1$	extraño	$3f^2$
$3n \pm 1$	incluso	$f^2$

## Principio (3/4)

PHYWE

Una muestra policristalina está formada por muchos cristallitos con diferente orientación espacial. Cuando los rayos X monoenergéticos inciden en una muestra de este tipo, siempre habrá algunos cristallitos con una posición con respecto al haz primario que cumpla la condición de Bragg. Por lo tanto, todas las reflexiones que pertenecen a un determinado espaciado interplanar se encuentran en el manto de un cono con un ángulo de apertura de  $\theta$  (véase la Fig. 2). Una película de rayos X colocada perpendicularmente al eje del cono registrará así círculos concéntricos como imágenes de reflexión (anillos de Debye-Scherrer).

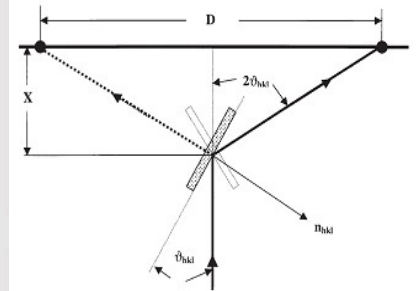


Fig. 2: Geometría de dispersión de las fotografías de Debye-Scherrer

## Principio (4/4)

PHYWE

Si el diámetro de un anillo de reflexión es  $D$  y  $x$  es la distancia entre la muestra y la película, resulta lo siguiente para el ángulo de deslizamiento  $\theta$  (véase la Fig. 2):

$$\theta = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{D}{2x}\right) \quad (4)$$

Las distancias interplanares  $d_{h,k,l}$  en una red hexagonal con las constantes de red  $a$  y  $c$  resultan de la forma cuadrada:

$$\frac{1}{d_{h,k,l}^2} = \frac{4}{3} \cdot \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (5)$$

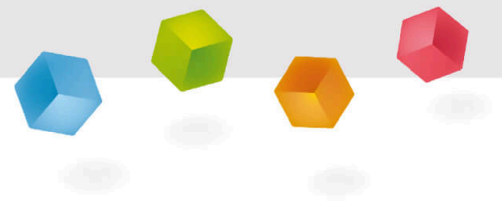
Utilizando (4) y (5) y  $n = 1$ , obtenemos de (2):

$$\sin^2(\theta_{hkl}) = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (6)$$

## Material

Posición	Material	Artículo No.	Cantidad
1	<a href="#">XR 4.0 Unidad de rayos X, 35 kV</a>	09057-99	1
2	<a href="#">X-ray Módulo enchufable con tubo de rayos X de cobre (Cu)</a>	09057-51	1
3	<a href="#">XR 4.0 Set de Extensión Análisis Estructural con Rayos X</a>	09145-88	1

PHYWE



## Montaje y ejecución

### Ejecución (1/3)

PHYWE

Antes de comenzar el experimento, saque el goniómetro de la cámara de experimentación.

A continuación, introducir el tubo de diafragma con la lámina de Zr ( $d = 0,005 \text{ mm}$ ) en la salida del haz de la unidad enchufable de rayos X.

Colocar la película en la oscuridad en el soporte de la película (véase la fig. 3) y confirmar que el soporte está bien cerrado. Fijar el soporte en el soporte de la pantalla fluorescente y colocarlo en el banco óptico interno a una distancia de  $x \approx 35 \text{ mm}$  del cristal. La determinación precisa de esta distancia es muy importante para la evaluación posterior. El plano de la película debe ser paralelo a la superficie del cristal.

El tubo de rayos X se utiliza a la máxima potencia (tensión anódica  $U_A = 35 \text{ kV}$ , corriente anódica  $I_A = 1 \text{ mA}$ ). El tiempo de exposición de 2,5 horas se puede ajustar y activar de la siguiente manera:



Fig. 3: Posición de la película en el portapelículas

## Ejecución (2/3)

PHYWE

Figura  
4Figura  
5

- Seleccionar los parámetros de funcionamiento del tubo en "Parámetros de rayos X" y confirmar con "Enter".
- En "Menú", seleccionar "Temporizador" (Fig. 4) → "Duración". Ajustar el tiempo deseado con la ayuda de los botones de flecha. Confirmar con "Enter".
- Aparecerá la ventana "Modo". Seleccionar "On" y confirmar con "Enter" (Fig. 5).
- Para iniciar el experimento, cerrar y bloquear la puerta corredera y pulsar el botón de "Inicio" (Fig. 6).

Figura  
6

## Ejecución (3/3)

PHYWE

La irradiación comienza. Se detendrá automáticamente tras el tiempo de exposición preestablecido. En la pantalla se puede observar el tiempo restante en base a un reloj de marcha atrás y una barra de visualización.

Las películas de rayos X deben revelarse en un cuarto oscuro, siguiendo las instrucciones del envase. A continuación, las películas se enjuagan en un baño de agua antes de ser fijadas durante aproximadamente 10 minutos. Después, las películas se vuelven a regar durante 10 minutos y se secan al aire. Consultar las instrucciones de uso de la película radiográfica para conocer los detalles relativos a su utilización.



PHYWE



## Resultados

### Tarea 1

PHYWE

#### **Fotografiar las reflexiones de Debye-Scherrer de una fina lámina policristalina de circonio.**

La figura 8 muestra el patrón de anillos de Debye-Scherrer de la lámina de Zr. Las variaciones en las intensidades de las reflexiones del anillo interior indican que los cristalitos de la lámina de circonio no están distribuidos de forma totalmente anisotrópica. El proceso de laminación en la fabricación de las láminas da lugar a las denominadas texturas con una determinada dirección privilegiada de los cristalitos.

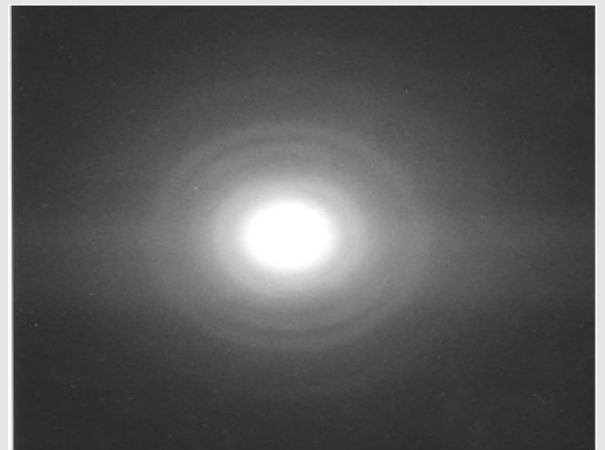


Fig. 8: Patrón de Debye-Scherrer de una lámina de circonio. Espesor de la muestra: 0,05 mm. Tiempo de exposición: 2,5 h.

## Tarea 2

PHYWE

### Asignar los anillos de Debye-Scherrer a los planos de la red correspondientes.

Para evaluar los patrones de Debye-Scherrer de los cristales hexagonales, se puede aplicar el siguiente método:

Con las constantes  $A = \lambda^2/3a^2$  y  $B = \lambda^2/4c^2$  se deduce de (6) que:

$$\sin^2(\theta) = A(h^2 + hk + k^2) + Bl^2 \quad (7)$$

La constante de red  $a$  puede determinarse mediante una asignación de planos de red con  $l = 0$ .

## Tarea 2 (parte 2)

PHYWE

Para ello, dividir (como se indica en el cuadro 1) el  $\sin^2(\theta)$  valores por 1, 3, 4, 7, etc. y buscar los cocientes que coincidan entre sí o un  $\sin^2(\theta)$ . Tiene sentido comprobar sólo las primeras reflexiones, ya que éstas siempre pertenecen a planos de la red con un índice pequeño. Si  $\sin^2(\theta) = 0,0160$  de la primera reflexión se asigna al plano de la red (100), entonces la reflexión nº 5 debe corresponder al plano (110) como  $\sin^2(\theta) = 0,04800$  es el triple de  $\sin^2(\theta)$  valor de la reflexión nº 1. En consecuencia,  $A = 0,016$  (véase (7) con  $l = 0$ ).

Reflexión no.	Intensidad	D [mm]	$\theta$ [°]	$\sin^2(\theta)$	$\sin^2(\theta)/3hkl$
1	fuerte	18.9	7.26	0.0160	0.00533
2	fuerte	20.9	8.0	0.0193	0.00643
3	muy fuerte	21.8	8.3	0.0209	0.0070
4	débil	28.9	10.8	0.0351	0.0117
5	fuerte	34.5	12.65	0.0480	0.0160
6	muy débil	38.8	14.0	0.0585	0.0195
7	medio	42.2	15.0	0.0671	0.0224

**Tabla 1:** Evaluación de los anillos de Debye-Scherrer del circonio.  
Distancia entre la muestra y la película:  $x = 35$  mm. Longitud de onda:  
 $\lambda(K_\alpha) = 71,1$  pm  $\rightarrow a = 323,5$  pm.

## Tarea 3

PHYWE

### Calcular las constantes de red del circonio.

Para determinar las constantes de red  $c$ , tabula  $\sin^2(\theta)$ ,  $\sin^2(\theta) - A$ ,  $\sin^2(\theta) - 3A$  etc. y buscar  $B$  valores que están en una proporción de 1, 4, 9, etc. entre sí.

En la tabla 2, esto se indica de forma aproximada mediante los valores en negrita, ya que  $0,0191/0,0049 = 3,89$  es casi 4 y  $0,0425/0,0049 = 8,7$  es casi 9.

Esto lleva a:  $0,0049 = B(1)^2$ ,  $0,0191 = B(2)^2$  y  $0,0425 = B(3)^2$ . El valor medio resultante es  $B = 0,0048$ , lo que a su vez conduce a la siguiente relación:

La reflexión nº 2 debe asignarse al plano de la red (002), la reflexión nº 3 al plano de la red (101) y la reflexión nº 6 al plano de la red (103).

Los valores marcados con un asterisco en la Tabla 2 deben ser debidos a planos de red con el mismo  $l$ . Al probar  $l = 2$ , obtenemos de nuevo  $B = 0,0048$ .

## Tarea 3 (parte 2)

PHYWE

Utilizando este valor  $B$ , la segunda constante de red  $c = 513,1$  pm. Las reflexiones restantes se pueden asignar ahora como sigue: Reflexión nº 4  $\rightarrow$  (102) y la reflexión nº 7  $\rightarrow$  (112). Para una estructura cristalina hexagonal de paquete cerrado, la relación  $c/a = 1,633$ . Una comparación con los valores experimentales correspondientes proporciona:  $c/a = 513,1$  pm/323,5 pm = 1,59.

(Valores de la literatura para el circonio:  $a = 323,0$  pm y  $c = 513,3$  pm)

Reflexión no.	$\sin^2(\theta)$	$\sin^2(\theta) - A$	$\sin^2(\theta) - 3A$	$hkl$
1	0.0160			100
2	0.0193*	0.0033		002
3	0.0209	0.0049		101
4	0.0351	0.0191*		102
5	0.0480	0.0320	0	110
6	0.0585	0.0425	0.0106	103

## Tarea 4

PHYWE

**Determinar el número de átomos en la celda unitaria.**

Dividiendo la masa  $M$  de la célula unitaria por su volumen  $V$  se obtiene la densidad del cristal:

$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \frac{2}{\sqrt{3}a^2c} \quad (8)$$

Con los valores correspondientes al circonio, se obtienen los siguientes resultados:

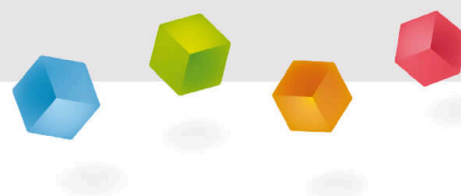
$$\rho = 6.50 \text{ g/cm}^3; m = \frac{m}{N_A} = 15.15 \cdot 10^{-23} \text{ g}$$

$$\rightarrow n = 1.99 \approx 2$$

Esto significa que la celda unitaria incluye 2 átomos.

( $N_A$  = Constante de Avogadro;  
 $m$  = peso atómico)

PHYWE



## Observaciones

## Ejecución alternativa (1/2)

PHYWE



Instalación en la  
unidad de rayos X

### Datos

Unidad enchufable de rayos X 09057-50

Tensión del tubo: 35 kV

Corriente del rayo: 1 mA

Diafragma: 1 mm

Tiempo de exposición: 10-30 minutos

### Realización de una fotografía Laue con ayuda de una película de rayos X de revelado automático

Se puede realizar un análisis de la estructura monocristalina de rayos X en directo durante una conferencia con la ayuda de películas de rayos X de autodesarrollo en combinación con la unidad XR 4.0 expert. Si se utiliza un tubo de rayos X de Cu, la fotografía sólo dura 12,5 minutos. El revelado en sí sólo dura de 2 a 3 minutos.

## Ejecución alternativa (2/2)

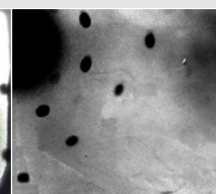
PHYWE

La película de rayos X no se coloca en el centro del cristal. En su lugar, se desplaza, ya que sólo un cuadrante del diagrama es suficiente para la evaluación. La foto debe ampliarse para poder evaluarla. Se recomienda escanear la foto y luego ampliarla digitalmente.

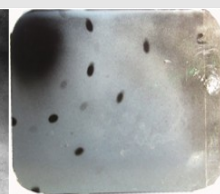
En cuanto al revelado de la película, consultar las instrucciones de uso que se adjuntan a las películas. Se recomienda revelar la película durante 2 minutos en lugar de sólo 50 segundos. Es muy importante mantener la película revelada bajo el agua corriente una vez que se haya sacado del envoltorio. No secar con toallas. Dejar que se seque al aire.



Tiempo de  
exposición:  
30 minutos  
Pantalla a  
4,7 cm



Tiempo de  
exposición:  
20 minutos  
Pantalla a  
4,7 cm



Tiempo de  
exposición:  
12,5  
minutos  
Pantalla a  
5,5 cm