

Investigación de estructuras cristalinas / método Laue



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/6067353c9b2e6a000360962d>

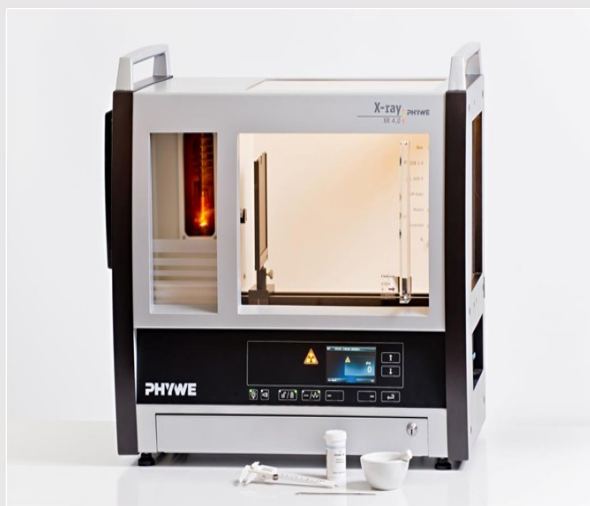
PHYWE



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 para este experimento se encuentran en la sección de principio.

Los diagramas de Laue se producen cuando se irradian monocristales con rayos X policromáticos. Este método se utiliza principalmente para determinar las simetrías y la orientación de los cristales. Cuando se irradia un monocristal de LiF con rayos X policromáticos, se obtiene un patrón de difracción característico. Este patrón se fotografía y luego se evalúa.

Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



Objetivo



Tareas

El objetivo de este experimento es investigar el patrón Laue de un monocristal de LiF.

1. Hacer una fotografía del patrón Laue de un monocristal de LiF.
2. Asignar las reflexiones de Laue a los planos de la red del cristal.

Principio (1/3)

PHYWE

Los diagramas de Laue se producen cuando se irradian monocristales con rayos X policromáticos. Este método se utiliza principalmente para determinar las simetrías y la orientación de los cristales. Un análisis completo de los diagramas sólo es posible con estructuras cristalinas simples.

Una condición necesaria, aunque insuficiente, para la reflexión constructiva en los distintos planos de la red es la condición de Bragg:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (1)$$

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

Con la constante de red a de un cristal cúbico, lo siguiente es válido para la separación $d(hkl)$ entre los planos individuales de la red:

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

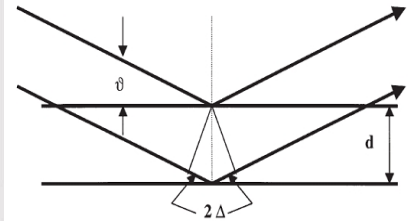


Fig. 1: Dispersión de Bragg en un par de planos de la red

Principio (2/3)

PHYWE

Si L es la distancia entre un reflejo y el centro del patrón de Laue, y D la distancia entre la película y la muestra (Fig. 2), entonces el ángulo de deslizamiento θ_{exp} que se determina de forma experimental es:

$$\theta_{\text{exp}} = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{L}{D}\right); \quad L = \sqrt{y^2 + z^2} \quad (3)$$

y y z son las distancias de la reflexión en un sistema de coordenadas rectangulares con su origen en el centro del patrón.

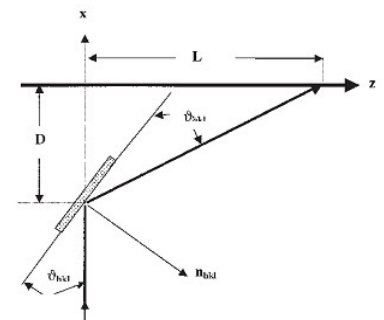


Fig. 2: Geometría de dispersión de un patrón Laue. El eje y está en el plano de la película y es perpendicular al plano x,z .

Principio (3/3)

PHYWE

Si el haz de rayos X coincide con una determinada dirección cristalográfica $[h^*, k^*, l^*]$ (aquí, la dirección $[100]$) y si incide en un plano del cristal (h, k, l) , entonces el ángulo de incidencia α (véase la Fig. 3) está determinada por el producto escalar del vector normal del plano y el vector incidente.

$$\cos(\alpha) = \frac{hh^* + kk^* + ll^*}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) \cdot ((h^*)^2 + (k^*)^2 + (l^*)^2)}}$$

Entonces, lo que sigue es válido para el ángulo de inclinación: $\theta_{\text{cal}} = 90^\circ - \alpha$

Según el teorema de la adición y con $(h^*, k^*, l^*) = (100)$, se deduce de (4) que:

$$\sin(\theta) = \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

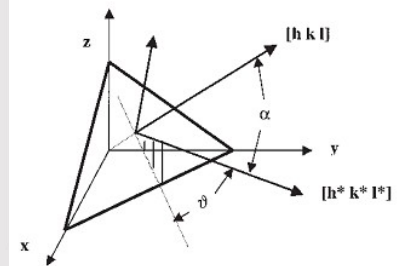
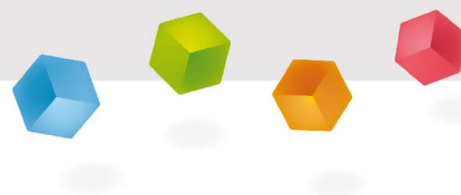


Fig. 3: Reflexión en un plano de celosía con orientación aleatoria.

Material

Posición	Material	Artículo No.	Cantidad
1	XR 4.0 Unidad de rayos X, 35 kV	09057-99	1
2	X-ray Módulo enchufable con tubo de rayos X de cobre (Cu)	09057-51	1
3	XR 4.0 Set de Extensión Análisis Estructural con Rayos X	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 la membrana con un diámetro de 1 mm en la salida del haz de la unidad enchufable de rayos X. Añadir el soporte de cristal para patrones Laue. Instalar el cristal LiF con sus dos clavijas en el soporte de forma que los lados redondeados del soporte de cristal estén orientados hacia el tubo de rayos X. Colocar la película en la oscuridad en el portapelículas (véase la fig. 4) y confirmar que el soporte esté bien cerrado. Fijar el soporte en el soporte de la pantalla fluorescente y colocar en el banco óptico interno a una distancia $D = 1,5\text{-}2\text{ cm}$ 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 al menos 30 minutos (2 horas para reflejos más débiles) se puede ajustar y activar de la siguiente manera:



Fig. 4: Posición de la película en el portapelículas

Ejecución (2/3)

PHYWE



Figura 5



Figura 6

- Seleccionar los parámetros de funcionamiento del tubo en "Parámetros de rayos X" y confirmar con "Enter".
- En "Menú", seleccionar "Temporizador" (Fig. 5) → "Duración". Ajustar el tiempo deseado con la ayuda de los botones de flecha. Confirmar con "Enter".
- Aparece la ventana "Modo". Seleccionar "On" y confirmar con "Enter" (Fig. 6).
- Para iniciar el experimento, cerrar y bloquear la puerta corredera y pulsar el botón de "Inicio" (Fig. 7).



Figura 7

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 deben enjuagar 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

Tomar una fotografía del patrón Laue de un monocristal de LiF.

La figura 8 muestra el diagrama de Laue de un monocristal de LiF(100) con una red cristalina cúbica centrada en la cara (fcc). Si el patrón de difracción se gira 90° alrededor de la dirección del haz primario, vuelve a coincidir. Como el haz primario incide perpendicularmente en el plano (100) del cristal de LiF, la dirección del cristal [100] es un cuádruple eje de simetría. La intensidad de las reflexiones depende de la superficie del cristal reflectante, así como de la distribución de la intensidad espectral de los rayos X.

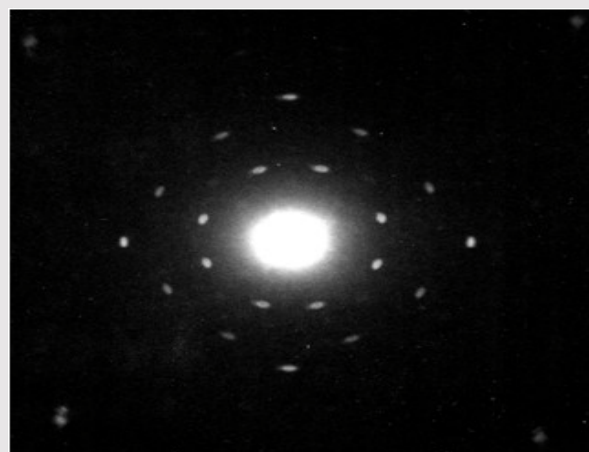


Fig. 8: Patrón Laue del cristal de LiF (100).

Tarea 2

PHYWE

Asignar las reflexiones Laue a los planos de la red del cristal.

El ángulo de visión θ_{cal} se calcula a partir de (5) para todos los planos con índices (h,k,l) bajos. El ángulo θ_{exp} se determina mediante (3) a partir del diagrama. La asignación de las reflexiones a los planos de la red se encuentra cuando los ángulos coinciden y cuando se cumple la condición $k/l = y/z$, siendo z e y las coordenadas de las reflexiones.

Un control final puede realizarse de la siguiente manera. De acuerdo con la ley de desplazamiento de Duane-Hunt (véase el experimento P2540905), el inicio del bremsstrahlung viene dado por la longitud de onda mínima $\lambda_{min} = 1.24 \cdot 10^{-6} / u_A$ [m]. Para una tensión de aceleración $u_A = 35$ kV, lo siguiente es cierto: $\lambda_{min} = 35,5$ pm. Esto significa que para la asignación de las reflexiones a los planos de la red, sólo los rayos X con una longitud de onda de $\lambda > 35,5$ pm pueden desempeñar un papel.

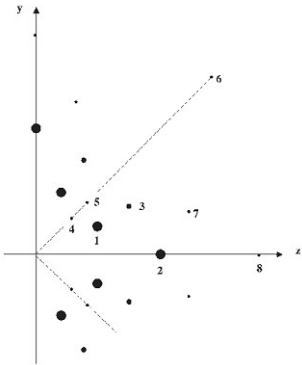


Fig. 9: Representación esquemática de las reflexiones de Laue.

Tarea 2 (parte 2)

PHYWE

La figura 9 muestra la ubicación de las reflexiones de forma diferente. Por razones de simetría, la evaluación puede limitarse a 1/8 del diagrama. Las demás reflexiones se obtienen mediante una permutación de los índices y un cambio de signo. Los reflejos n° 4 y 8 son muy poco visibles en la fotografía original. Para ellas es necesario un mayor tiempo de exposición. La tabla 1 muestra el resultado de la evaluación. Queda claro que los reflejos son visibles sólo si los índices de Miller son todos pares o impares. Este es un rasgo característico de una red cristalina cúbica centrada en la cara.

Reflexión y no.	z [mm]	L [mm]	θ_{exp} [°]	hkl	θ_{cal} [°]	k/l	y/z	d [pm]	λ [pm]
1	4.0	12.5	13.75	17.29113	17.55033	0.32	121.4	72.2	
2	0.0	25.5	25.5	26.66204	26.57	0	0	100.7	90.4
3	9.75	19.0	21.25	24.17224	24.09	0.5	0.51	82.2	67.3
4	6.75	6.75	9.5	13.34133	13.26	1	1	92.4	42.6
5	10.75	10.75	15.5	19.33244	19.47	1	1	90.1	59.6
6	38.75	38.75	54.5	53.30111	35.26	1	1	232.6	268.8
7	7.0	34.0	35.5	30.75315	30.47	0.2	0.2	68.1	69.6
8	0.0	45.75	45.75	33.72406	33.69	0	0	55.8	62.0

Cuadro 1: Evaluación del diagrama de Laue

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

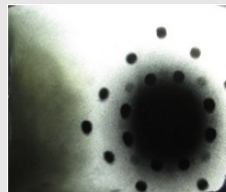
Se puede realizar un análisis de la estructura monocristalina de rayos X en directo durante una conferencia con la ayuda de películas de rayos X de autodesarrollo en combinación con la unidad XR 4.0 expert. Si se utiliza un tubo de rayos X de Cu, la fotografía sólo dura 12,5 minutos. El revelado en sí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

Ejecución alternativa (2/2)

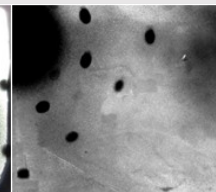
PHYWE

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. Recomendamos escanear la foto y luego ampliarla digitalmente.

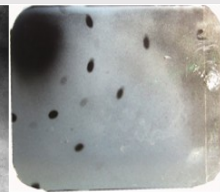
En cuanto al revelado de la película, consulte las instrucciones de uso que se adjuntan a las películas. Recomendamos revelar la película durante 2 minutos en lugar de sólo 50 segundos. Es muy importante mantener la película revelada bajo el agua corriente una vez que se haya sacado del envoltorio. No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