

Patrón de difracción Debye-Scherrer de muestras de polvos con estructura cristalina cúbica (geometría Bragg-Brentano)



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



Tiempo de ejecución

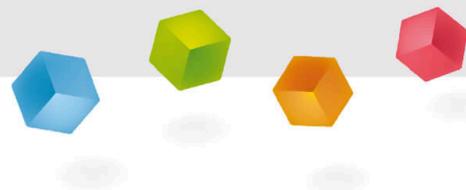
45+ minutos

This content can also be found online at:


<http://localhost:1337/c/601e7250d86c0d000376db34>

PHYWE

Información general



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 general adicional (1/2)

PHYWE



Conocimiento previo

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



Principio

Una muestra de polvo cristalino cúbico se irradia con la radiación de un tubo de rayos X con un ánodo de cobre. Un tubo contador Geiger-Mueller se gira automáticamente para detectar la radiación que se refleja constructivamente en los distintos planos de red de los cristalitas. El diagrama de Bragg se registra automáticamente. Mediante un procedimiento de evaluación gráfica se asignan los reflejos a los distintos planos de red y se determina el tipo de red Bravais correspondiente, así como la constante de red de la sustancia.

Información general adicional (2/2)

PHYWE



Objetivo

El objetivo de este experimento es llegar a investigar los patrones de Debye-Scherrer para la geometría de Bragg-Brentano.



Tareas

1. Registra la intensidad de los rayos X de Cu retrodispersados por una muestra de polvo cúbico en función del ángulo de retrodispersión.
2. Asigna los reflejos de Bragg a los respectivos planos de la red. Determina qué tipo de red de Bravais tiene.
3. Calcula el número de átomos de la celda unitaria.

Teoría (1/6)

PHYWE

Cuando los rayos X de longitud de onda λ encuentran una masa de planos de red de un cristal con una separación d con un ángulo de inclinación de θ entonces los rayos reflejados sólo estarán sujetos a interferencia constructiva cuando se cumpla la condición de Bragg, es decir

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (1)$$

La condición de Bragg implica que todas las ondas dispersadas en el átomo están en fase y se amplifican mutuamente, mientras que las ondas parciales que se dispersan en direcciones que no cumplen las condiciones de Bragg son de fase opuesta y se extinguen mutuamente. Sin embargo, una forma más realista de ver esto debe tener en cuenta las relaciones de fase reales de todas las ondas parciales dispersadas por el átomo en una determinada dirección. Cuando hay N átomos en una celda unitaria, la amplitud total de los rayos X dispersados por la celda se describe mediante el factor de estructura F , que se calcula sumando los factores de dispersión atómica f de los N átomos individuales, teniendo en cuenta sus fases.

Teoría (2/6)

PHYWE

En general, lo siguiente es válido para F :

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n \cdot e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (2)$$

donde h, k, l = índices de Miller de los planos de la red reflectante y u_n, v_n, w_n son las coordenadas de los átomos en fracciones de las longitudes de borde particulares de la celda unitaria. Como F es en general un número complejo, la intensidad total de la dispersión se describe por $|F_{hkl}|^2$.

Una celda unitaria cúbica simple contiene sólo un átomo con las coordenadas 000. Por lo tanto, según la ecuación (2), el factor de estructura F para este tipo de red viene dado por:

$$F = f \cdot e^{2\pi i(0)} = f; \quad |F|^2 = f^2 \quad (3)$$

Esto significa que F^2 es independiente de h, k y l y, por tanto, pueden producirse todas las reflexiones de Bragg.

Teoría (3/6)

PHYWE

La celda unitaria de una red cúbica centrada en la cara tiene 4 átomos en 000 , $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$ y $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$. La celda unitaria de una red cúbica centrada en el cuerpo tiene, en comparación, sólo 2 átomos en 000 y $\frac{1}{2} \frac{1}{2}$. Cuando la red sólo está formada por un tipo de átomos, las siguientes condiciones son válidas para el factor de estructura:

Red fcc

$|F|^2 = 16f^2$ con hkl sólo par o sólo impar; $|F|^2 = 0$ con hkl mezclado.

Red bcc

$|F|^2 = 4f^2$, con $(h+k+l)$ par; $|F|^2 = 0$ con $(h+k+l)$ impar (4)

Teoría (4/6)

PHYWE

La situación es algo diferente cuando una red está formada por diferentes tipos de átomos.

Cuando, por ejemplo, una red fcc está formada por los átomos A y B, en la que los átomos A se encuentran en 000 , $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$ y $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, y los átomos B en $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, $0 0 \frac{1}{2} 0$ y $\frac{1}{2} 0 0$, entonces se da la siguiente condición adicional para el factor de estructura F:

Red fcc con átomos A y B:

$|F|^2 = 16(f_A + f_B)^2$, con $(h+k+l)$ par; $|F|^2 = 16(f_A - f_B)^2$ con $(h+k+l)$ impar (5)

En tales redes fcc, cuando los factores de dispersión atómica f de los dos átomos son casi iguales ($f_A \approx f_B$), entonces 111 reflexiones serán muy débiles, si es que se producen.

Teoría (5/6)

PHYWE

Para el sistema cristalino cúbico, la separación d de los planos individuales de la red con los índices (hkl) se obtiene a partir de la forma cuadrática:

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \frac{1}{a} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (a = \text{constante de red}) \quad (6)$$

A partir de esto y de la ecuación (1), con $n = 1$, se obtiene la ecuación cuadrática de Bragg:

$$\sin^2(\theta) = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (7)$$

Teoría (6/6)

PHYWE

Para indexar los reflejos individuales de los cristales cúbicos se puede utilizar el siguiente procedimiento llamado strip-matching. Tome los logaritmos en la ecuación (7):

$$\lg(a) = \lg\left(\frac{1}{2}\lambda\right) + \lg\left(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}\right) - \lg(\sin(\theta)) \quad (8)$$

Representar los valores determinados experimentalmente para $\lg(\sin(\theta))$ en una tira de papel. Además, traza el segundo término del lado derecho de la ecuación (8) en otra tira de papel, teniendo en cuenta todos los posibles tripletes de índices.

$$\lg(a) = \lg\left(\frac{1}{2}\lambda\right) + \lg\left(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}\right) \quad (9)$$

Ahora mueve las escalas una contra otra hasta encontrar una posición en la que las graduaciones de las dos tiras coincidan en gran medida. La distancia entre los puntos cero de las dos tiras da ahora el valor de $\lg(a)$: Tomando los antilogos se obtiene la constante de red a del sistema cúbico.

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
5	CLORURO SODICO, 250G	30155-25	1
6	VASELINA, 100G	30238-10	1

PHYWE



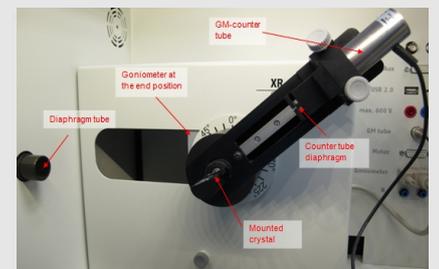
Montaje y ejecución

Montaje

PHYWE

Conecta el goniómetro y el tubo contador Geiger-Müller a sus respectivos enchufes en la cámara de experimentación (véanse las marcas rojas en la Fig. 1). El bloque del goniómetro con el cristal del analizador debe situarse en la posición final del lado derecho. Fija el tubo contador Geiger-Müller con su soporte en el tope posterior de los carriles guía. No olvides de instalar el diafragma delante del tubo contador (véase la Fig. 2). Introduce 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: Asegúrate de que se ha introducido el cristal correcto en los parámetros del goniómetro. A continuación, selecciona "Menú", "Goniómetro", "Autocalibración". El aparato determina ahora las posiciones óptimas del cristal y del goniómetro entre sí y luego las posiciones de los picos.



Ejecución (1/5)

PHYWE

- Conecta 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 3).
- Inicia el programa "medir". En la pantalla aparecerá una unidad de rayos X virtual.
- Puedes 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 puedes cambiar los parámetros en la unidad de rayos X real. El programa adoptará automáticamente los ajustes.



Fig. 3: Conexión del ordenador

Ejecución (2/5)

PHYWE



Fig. 4: Parte de la interfaz de usuario del software

- Haz clic en la cámara del experimento (véase la marca roja en la Fig. 4) para cambiar los parámetros del experimento.
- Si haces clic en el tubo de rayos X (véase la marca roja en la Figura 4), puedes cambiar el voltaje y la corriente del tubo de rayos X. Selecciona los ajustes como se muestra en la Figura 5.

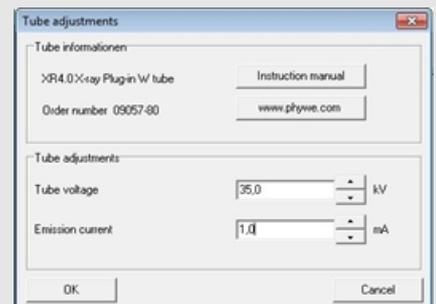


Fig. 5: Ajustes de tensión y corriente

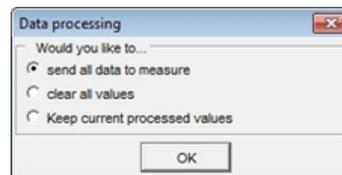
Ejecución (3/5)

PHYWE

- Inicia la medición haciendo clic en el círculo rojo:



- Tras la medición, aparece la siguiente ventana:



- Selecciona el primer elemento y confirme con OK. Los valores medidos se transferirán ahora directamente al software "measure".
- Al final de este manual, encontraras una breve introducción a la evaluación de los espectros resultantes.

Ejecución (4/5)

PHYWE

Resumen de los ajustes del goniómetro y de la unidad de rayos X:

- Modo de acoplamiento 1:2
- Ancho de paso del ángulo $0,1^\circ$
- Rango de escaneo: $10^\circ - 45^\circ$
- Tensión anódica $U_A = 35 \text{ kV}$ $U_A=35\text{kV}$; corriente anódica $I_A = 1 \text{ mA}$
- Velocidad de barrido, cuando sólo se van a registrar las líneas reflejas muy intensas, el barrido puede ser relativamente rápido a $10 \text{ s}/^\circ$. Para la identificación de líneas más débiles, se requiere una velocidad de barrido de al menos $30 \text{ s}/^\circ$ para una mejor relación señal/ruido

Ejecución (5/5)

PHYWE

Preparación de la muestra:

La muestra debe estar tan finamente pulverizada que no se noten los granos al frotar un poco entre el dedo y el pulgar. Se puede obtener una concentración de muestra relativamente alta mezclando el polvo con un poco de vaselina. Para ello, transfiere una pequeña cantidad de la muestra a una hoja de papel y utiliza una espátula para amasarla hasta conseguir una pasta firme. Para conseguir la mayor concentración de material posible, utiliza muy poca vaselina (una punta de espátula). Rellena la pasta de muestra relativamente sólida en el espécimen para muestras en polvo y alísala al ras. Utiliza el soporte universal para cristales para sujetar la muestra.

PHYWE



Resultados

Tarea 1

PHYWE

La Fig. 6 muestra el espectro de Debye-Scherrer del cloruro de sodio (NaCl).

Como no se utiliza ningún filtro para la monocromatización de los rayos X, cuando se evalúan las líneas individuales hay que tener en cuenta que las líneas muy intensas que resultan de K_{α} de la radiación van acompañadas de líneas secundarias que resultan de la K_{β} radiación. Estos pares de líneas pueden identificarse mediante la ecuación (1). A saber, es aproximadamente cierto con $\lambda(K_{\alpha}) = 154.18 \text{ pm}$ y $\lambda(K_{\beta}) = 139.22 \text{ pm}$:

$$\frac{\lambda(K_{\alpha})}{\lambda(K_{\beta})} = \frac{\sin(\theta_{\alpha})}{\sin(\theta_{\beta})} \approx 1.1$$

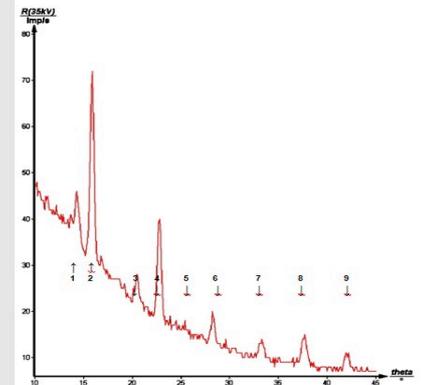


Fig. 6: Bragg Cu – K_{α} y Cu – K_{β} líneas de NaCl.

Tarea 1 (parte 2)

PHYWE

Estos valores corresponden a los cocientes de los valores $\sin\theta$ (Fig. 6) de los pares de líneas 2-1, 4-3 y 6-5, mostrando que las líneas 1, 3, 5 y 7 se originan en el CuK_{β} radiación.

La exactitud de esta conclusión puede demostrarse mediante una medición de control (véase la Fig. 7) en la que se utiliza el tubo de diafragma con lámina de níquel para reducir la intensidad del K_{β} radiación. Los reflejos de la Fig. 6 que se asignaron previamente al K_{β} las líneas ya no se ven. A medida que la intensidad de la K_{β} -radiación también está algo debilitada por la lámina de Ni, la detección de los reflejos de débil intensidad en los ángulos de visión más grandes se hace difícil cuando se utiliza.

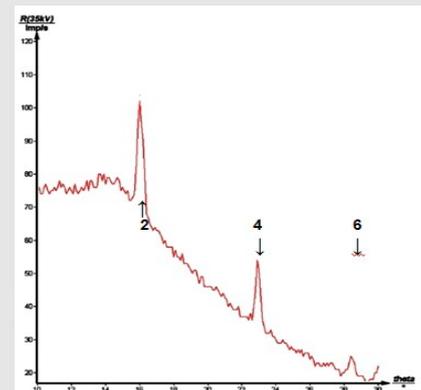


Fig. 7: Diagrama de barras de NaCl sólo con Cu – K_{α} haz de luz (aquí se utilizó un filtro de níquel)

Tarea 2

PHYWE

Por razones de claridad, se asume como limitación en lo que sigue que el NaCl no forma una celda unitaria simple, sino una red fcc o bcc. La tabla 1 enumera todos los posibles tripletes de índices posibles en este caso, es decir, sólo se han considerado las combinaciones hkl no mixtas, o aquellas para las que $(h + k + l) = 2n$ es cierto. La longitud de onda $\lambda(K_{\alpha}) = 154,18$ pm se utilizó para calcular los valores de la ecuación (9).

hkl	$h^2 + k^2 + l^2$	$\lg(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}) + \lg(\frac{1}{2}\lambda)$	hkl	$h^2 + k^2 + l^2$	$\lg(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}) + \lg(\frac{1}{2}\lambda)$
111	3	2,126	213	14	2,460
200	4	2,188	004	16	2,489
112	6	2,276	114/033	18	2,515
012	8	2,339	313	19	2,526
013	10	2,387	024	20	2,538
113	11	2,408	323	22	2,558
222	12	2,427	224	24	2,577

Tabla 1: Tríadas de índices h,k,l admisibles para retículas fcc y bcc

Tarea 2 (parte 2)

PHYWE

Para la determinación del ángulo reflejo a partir de la Fig. 6, se recomienda hacer un zoom sobre la región del ángulo correspondiente y determinar con precisión la parte principal de la línea con dos decimales

En la tabla 2 se enumeran los ángulos de visión del k_{α} -reflejos de radiación determinados a partir de la Fig. 6, así como los correspondientes valores de sin y lg(sin).

Línea	θ [°]	sin(θ)	lg(sin(θ))
2	15,890,2738	-0,5626	
4	22,790,3874	-0,4119	
6	28,300,4741	-0,3241	
7	33,250,5483	-0,2610	
8	37,700,6115	-0,2136	
9	42,050,6698	-0,1741	

Tabla 2: Ángulos de mirada de los reflejos de NaCl de la Fig. 6.

