

Determinación de la constante de rejilla de un monocrystal



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad



Tamaño del grupo



Tiempo de preparación



Tiempo de ejecución

difícil

2

45+ minutos

45+ minutos

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/6343749ab389b600031f3a12>

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



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

Conocimiento previo



Principio

Los rayos X policromáticos inciden en un monocrystal bajo distintos ángulos de incidencia. Los rayos se reflejan en los planos de la red del monocrystal. Con un detector de energía sólo se miden las partes de la radiación que interfieren constructivamente. La constante de red del cristal se determina con la ayuda de los distintos órdenes de difracción y la energía de los rayos reflejados.

Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



El objetivo de este experimento es conseguir determinar la constante de gitter de un monocrystal.

Objetivo



Tareas

1. Determinar la energía de los rayos X que se reflejan en los planos de la red del cristal de LiF para varios ángulos de inclinación u órdenes de difracción.
2. Calcular la constante de red del cristal de LiF a partir de los ángulos de deslizamiento y los valores de energía asociados.

Principio (1/3)

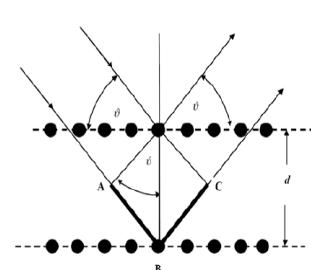


Fig. 1: Interferencia constructiva durante la reflexión en los planos de la red de cristales

Los rayos X que inciden en el monocrystal bajo el ángulo de incidencia θ (ver la Fig. 1) sólo puede observarse en una reflexión si los rayos incidente y reflejado de la misma longitud de onda interfiere constructivamente. Esto significa, sin embargo, que la diferencia de trayectoria Δ de los rayos debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda (en la Fig. 2, Δ está representado por los segmentos marcados con líneas gruesas):

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

La condición en (1) se conoce como la condición de Bragg. (d distancia entre los planos de la red, θ ángulo de visión, λ y $n = 1, 2, 3, \dots$). Si los rayos monoenergéticos con una longitud de onda λ chocan con la familia de planos de red del monocrystal y si el ángulo de deslizamiento es grande (mayor diferencia de trayectoria Δ), se observa una difracción de segundo orden de acuerdo con (1) con $n = 2$.

Principio (2/3)

Sin embargo, si los rayos policromáticos inciden en el cristal y si el ángulo de incidencia es fijo (diferencia de trayectoria fija Δ), el rayo reflejado tendrá partes con las longitudes de onda $\lambda, \frac{1}{2}\lambda, \frac{1}{3}\lambda, \dots$ de acuerdo con (1), ya que en este caso la diferencia de recorrido corresponde a $\lambda, 2\frac{1}{2}\lambda, 3\frac{1}{3}\lambda, \dots$ (ver la Fig. 2). Esta situación sólo se puede comprobar con un detector de energía, pero no con un tubo contador Geiger-Müller que suele funcionar en modo de disparo. Si se sustituye la longitud de onda en (1) por la energía asociada $E = h\nu$ y $c = \lambda\nu$...conducen a.:.

$$E_n = n \frac{hc}{2d \sin(\theta)} \quad (2)$$

Con un ángulo de visión fijo θ la ecuación (2) conduce a:

$$E_n = k \cdot n \text{ y } \frac{E_n}{E_1} \quad (3)$$

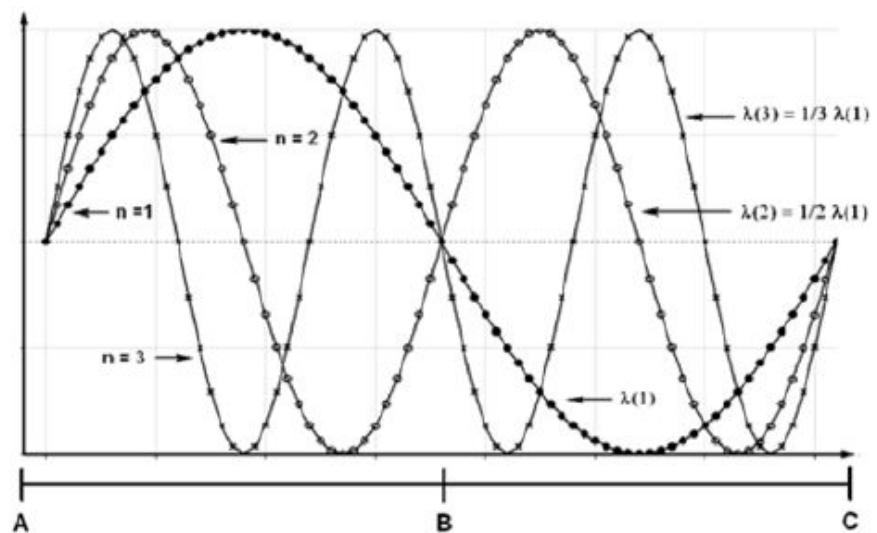
El quantum de acción
de Planck $h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$

Velocidad de la luz en
el vacío $c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$

Frecuencia de los
fotones ν

Principio (3/3)

Fig. 2: Diferencia de trayectoria ampliada $\Delta = ABC$ para mostrar varios órdenes de difracción con $n = 1(\lambda)$, $n = 2(2\frac{1}{2}\lambda)$ y $n = 3(3\frac{1}{3}\lambda)$



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 de Materiales con Rayos X	09165-88	1




Montaje y ejecución

Montaje (1/2)



- Enroscar el anillo adaptador en el tubo de entrada del detector de energía y conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes del detector con la ayuda de los enchufes en ángulo recto.
- Conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes de la cámara de experimentación del equipo de rayos X. En la figura 3, el puerto para el cable de señal está marcado en rojo y el puerto para el cable de alimentación está marcado en verde. Conectar los puertos X RED externos de la unidad de rayos X (ver la figura 4) al analizador multicanal (MCA). Conectar el cable de señal al puerto "Input" y el cable de alimentación al puerto "X-Ray Energy Det." del MCA.

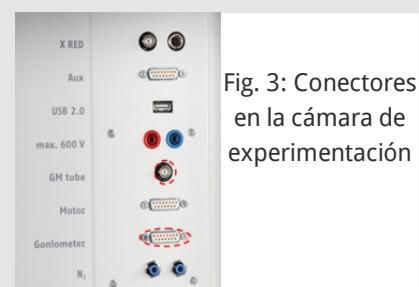


Fig. 4: Conexión del analizador multicanal

Montaje (2/2)

PHYWE

- Fijar el detector de energía en el soporte del brazo giratorio del goniómetro. Colocar los dos cables con la longitud suficiente para que el goniómetro pueda girar libremente en todo su recorrido.
- Conectar el analizador multicanal y el ordenador con la ayuda del cable USB.
- Introducir el tubo con la abertura de 2 mm.
- Llevar el bloque del goniómetro y el detector a sus respectivas posiciones finales a la izquierda. Llevar el detector a la posición de 90° en el modo de acoplamiento 2:1 (fig. 5).



Fig. 5: Montaje del goniómetro

Ejecución (1/4)

PHYWE

- Llevar el bloque del goniómetro y el detector a sus respectivas posiciones finales de la derecha.
- Introducir el tubo con la abertura de 1 mm en el tubo de salida del tubo de rayos X.
- Con la unidad de rayos X encendida y la puerta cerrada, llevar el detector a la posición 0°. A continuación, desplazar el detector unas décimas de grado fuera de la posición cero para reducir la tasa total.
- Datos de funcionamiento del tubo de rayos X de tungsteno: Seleccionar una tensión anódica $U_A = 25$ kV y una corriente anódica $I_A = 0,02$ mA y confirmar estos valores pulsando el botón "Enter".
- Encender la radiación X

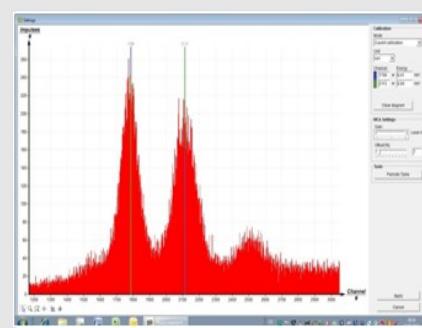


Fig. 6: Calibración del analizador multicanal

Ejecución (2/4)

PHYWE

- En el programa MEASURE, seleccionar "Analizador multicanal" en "Gauge". A continuación, seleccionar "Ajustes y calibración". Tras pulsar el botón "Calibrar", se puede medir un espectro. La tasa de recuento debe ser < 300 c/s. Ajustes de calibración de energía: - Calibración de 2 puntos, - Unidad = keV, Ganancia = 2 - Ajustar el offset de forma que se supriman las señales de ruido de baja energía (normalmente basta con unos pocos porcentajes), Ver Fig. 6.
- Tiempo de medición: 5 minutos. Utilizar el temporizador de la unidad de rayos X.
- Hacer que las dos líneas de calibración coloreadas sean congruentes con los centros de las dos líneas de rayos X características. Los valores energéticos correspondientes (ver, por ejemplo, P2544705) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41\text{keV}$ y $E(L_2N_4) = 9,69\text{ keV}$ se introducen en los campos correspondientes, según el color. (Nota: Dado que una separación de las líneas L_3M_4 y L_3M_5 Líneas no es posible, el valor medio de ambas líneas se introduce como la energía de la línea).
- Nombrar y guardar la calibración.

Ejecución (3/4)

PHYWE

Medición de espectros con diferentes órdenes de difracción

- El bloque del goniómetro con el cristal de LiF insertado está en el tope izquierdo.
- El detector se encuentra en la parte delantera en las barras de guía.
- Utilizar el tubo de 1 mm de diámetro.
- Hacer funcionar el cristal y el detector en el modo 2:1.
- Utilizar los parámetros que también se utilizaron para la calibración de la energía.
- Registrar los espectros en ángulos de inclinación de 10° a 42° en pasos de 2° .
- Ajustar la tensión del ánodo $U_A = 35\text{ kV}$ y la corriente anódica I_A para que las tasas de recuento de los distintos espectros sean $\approx 400\text{ c/s}$.

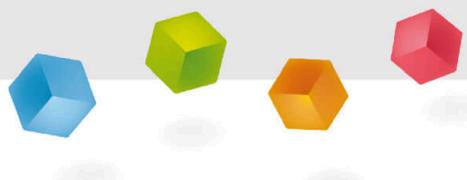
Ejecución (4/4)

PHYWE

Resultados de las curvas de medición

- Para determinar la energía de la línea, pasar de la visualización de barras a la visualización de curvas.
Para ello, hacer clic en "Opciones de visualización" y luego en "Interpolación y líneas rectas".
- Ampliar la sección de la línea correspondiente con la ayuda de la función de zoom 
- A continuación, seleccionar  la sección de curvas con Abrir la ventana "Ajuste de funciones A" continuación, seleccionar "Distribución normal escalada" y confirmar.
- Encontrar el centro de la línea de la distribución normal con "Análisis de picos" o determinarlo con la función "Encuesta" 

PHYWE



Resultados

10/12

Tarea 1

La figura 7 muestra los reflejos de Bragg para distintos ángulos de deslizamiento. Si se incrementa el deslizamiento (aumento de Δ), se pueden medir más reflejos de Bragg debido a la interferencia constructiva. Si Δ aumenta, su energía disminuye, ya que las longitudes de onda asociadas son cada vez mayores. La intensidad en el rango de baja energía del rayo primario es muy baja. Además, las partes espectrales de las longitudes de onda más grandes son absorbidas en mayor medida por el bulbo de vidrio del tubo de rayos X. Ambas cosas se hacen notar en la disminución de la intensidad de las líneas reflejas hasta su desaparición (ver la línea con $n = 1$ en la Fig. 7d y 7c). La línea débil a $E = 8$ keV debe asignarse al Cu – K_{α} radiación de fluorescencia. Cuando los fotones monoenergéticos, que son reflejados por el cristal, penetran en la carcasa del detector, pueden causar una radiación de fluorescencia alrededor de los materiales que se utilizan en el conjunto del detector. Esta radiación también es medida por el detector. La tabla 1 muestra la evaluación de los espectros. Las líneas reflejas con $n = 5$ se ignoran debido a su baja intensidad. Las columnas B - E muestran los valores de energía E_n de los distintos órdenes de difracción con diferentes ángulos de deslizamiento (columna A) que se determinaron durante el experimento. Las columnas F - I muestran los valores correspondientes E_n/n cuyos valores medios redondeados figuran en la columna J.

Tarea 1 (parte 2)

<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>E</i>	<i>F</i>	<i>G</i>	<i>H</i>	<i>I</i>	<i>J</i>	<i>K</i>
β°	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	E_1 / keV	E_2 / keV	E_3 / keV	E_4 / keV	E_{mitte} / keV	d/pm
10	17,69				17,69				17,69	201,8
12	14,80	29,60			14,80	14,80			14,80	201,5
14	12,70	25,43			12,70	12,72			12,71	201,6
16	11,17	22,40			11,17	11,20			11,19	201,0
18	9,93	20,00			9,93	10,00			9,97	201,2
20	8,94	18,05			8,94	9,03			8,98	201,8
22	8,14	16,52	24,87		8,14	8,26	8,29		8,23	201,1
24	7,53	15,20	22,88		7,53	7,60	7,63		7,59	200,8
26	6,94	14,05	21,17	28,19	6,94	7,03	7,06	7,05	7,02	201,5
28	6,51	13,16	19,82	26,54	6,51	6,58	6,61	6,64	6,59	200,4
30	6,11	12,36	18,62	24,89	6,11	6,18	6,21	6,22	6,18	200,6
34	5,43	11,04	16,63	22,22	5,43	5,52	5,54	5,56	5,51	201,2
38	4,96	10,00	15,10	20,31	4,96	5,00	5,03	5,01	5,00	201,4
42	-	9,2	13,84	18,56	-	4,60	4,61	4,64	4,62	200,5

Tabla 1: Determinación de la distancia interplanar d_{200} de LiF

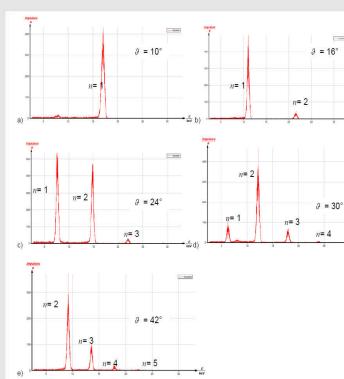


Fig. 7: Reflejos de Bragg con un orden de difracción creciente y varios ángulos de deslizamiento.

a: $\theta = 10^\circ$, b: $\theta = 16^\circ$, c: $\theta = 24^\circ$, d: $\theta = 30^\circ$, e: $\theta = 42^\circ$

En la Fig. e, no se observa el reflejo con $n = 1$.

Tarea 2

PHYWE

La columna K muestra el valor de la distancia interplanar d que se ha calculado con la ayuda de (2).

Para este monocrystal de LiF orientado (100), resulta el siguiente valor redondeado:

$d_{200}(\text{LiF}) = (201.2 \pm 0.5) \text{ pm}$; $\Delta d/d \approx 0.3\%$ (valor de la literatura $d_{200} = 201.4 \text{ pm}$).

En consecuencia, la longitud de las aristas de la red cúbica de LiF $d_{200} = 402.8 \text{ pm}$