

Caracterización estructural y óptica de una muestra policristalina de La_2O_3 .

Sebastián Carrillo Mejía^a, Andrés Felipe Riaño Quintanilla^a, Santiago Julio Dávila^a

^aInstituto de Física, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia

Abstract

Keywords:

1. Introducción

2. Marco teórico

2.1. Difracción de Rayos X

Se conoce como *difracción de rayos X* (DRX) a la dispersión elástica de fotones de rayos X producida por los átomos de una red periódica [1], como se muestra en la figura 2.1.

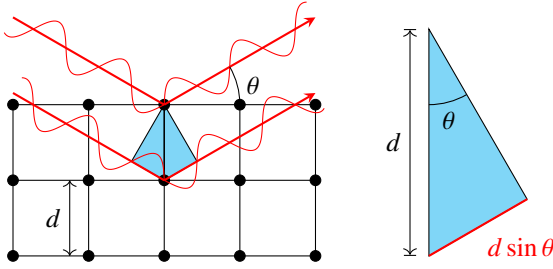


Figura 1: Condición de interferencia constructiva para DRX. Aquí, θ es el ángulo de incidencia con respecto al plano cristalográfico y d es la distancia interplanar.

Para obtener una interferencia constructiva en la pantalla de observación se requiere que las ondas estén en fase, esto es, que el desfase inducido por la diferencia de camino óptico, $\Delta\phi = k\Delta r$, sea un múltiplo entero de 2π [2], donde $k = 2\pi/\lambda$ es el número de onda. De la figura 2.1 es evidente que la diferencia de camino óptico es $\Delta r = 2d \sin \theta$, de modo que la condición para interferencia constructiva es

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta. \quad (2.1)$$

La ecuación 2.1 se conoce como *ley de Bragg*, y es válida para $\lambda \leq 2d_{hkl}$. Se ha adoptado la notación d_{hkl} para la distancia interplanar, donde hkl son los *índices de Miller* del plano cristalográfico, que caracterizan su orientación. Para un conjunto de planos $\{hkl\}$ con distancia interplanar fija d_{hkl} solo se obtiene interferencia constructiva para ciertos valores de θ [3], esto gráficamente se evidencia como un conjunto de deltas de Dirac en los valores de θ para los cuales se satisface la ley de Bragg, y a partir del cual se pueden obtener los parámetros de red del cristal [4].

Si se tiene una muestra policristalina, estos picos presentan un ensanchamiento debido a diferentes efectos, siendo de particular interés los ensanchamientos por *tamaño medio del cristalito* y *microtensiones*, que pueden modelarse a través de la ecuación

$$B_{hkl} \cos \theta = \frac{K\lambda}{L} + \epsilon(4 \sin \theta) \quad (2.2)$$

donde B_{hkl} es el ancho a media altura del pico correspondiente al plano con índices hkl , L es el tamaño medio del cristalito, ϵ es la deformación del cristal y K es la constante de Scherrer, que suele tomarse aproximadamente igual a 1. Si se definen $X = 4 \sin \theta$ y $Y = B_{hkl} \cos \theta$ en la ecuación 2.2, se pueden obtener el tamaño del cristalito y la deformación media a través de un ajuste lineal de la forma $Y = b + mX$

$$L = \frac{K\lambda}{b} \quad (2.3)$$

$$\epsilon = m, \quad (2.4)$$

este proceso se conoce como el *método de Williamson-Hall* [5].

2.2. Espectrofotometría

3. Metodología

3.1. Difracción de rayos X

La obtención del espectrograma se obtuvo en el *Laboratorio de Difracción de Rayos X* de la Universidad de Antioquia. Allí se preparó una muestra en polvo de óxido de lantano La_2O_3 para ser analizada con el difractómetro del laboratorio. La muestra debe ser pasante malla 100 para garantizar que la distribución de tamaño de partículas sea homogénea. La muestra es entonces disuelta en el portamuestras y compactada, garantizando una superficie plana, para poder ser insertada en el difractómetro. El difractograma obtenido se analizó usando el software *VESTA*, *FullProf Suite* y *Python*, donde se comparó con los datos obtenidos de la base de datos *Crystallographic Open Database (COD)* [6], para obtener los parámetros de red del cristal.

4. Resultados y discusión

4.1. Difracción de rayos X

5. Conclusión

Referencias

- [1] AK Chatterjee. X-ray diffraction. *Handbook of analytical techniques in concrete science and technology*, 200:275–332, 2000.
- [2] Eugene Hecht. *Optics*. Pearson Education India, 2012.
- [3] Charles Kittel and Paul McEuen. *Introduction to solid state physics*. John Wiley & Sons, 2018.
- [4] Tsai DS, Hsu SE, and Hung MP. A simple method for the determination of lattice parameters from powder x-ray diffraction data. *Materials transactions, JIM*, 30(7):474–479, 1989.
- [5] Bantikatta Himabindu, NSMP Latha Devi, and Bhogoju Rajini Kanth. Microstructural parameters from x-ray peak profile analysis by williamson-hall models; a review. *Materials Today: Proceedings*, 47:4891–4896, 2021.
- [6] William Zachariasen. Die kristallstruktur der a-modifikation von den sesquioxiden der seltenen erdmetalle.(La_2O_3 , Ce_2O_3 , Pr_2O_3 , Nd_2O_3). *Zeitschrift fuer Physikalische Chemie*, 123(1):134–150, 1926.