

# Difracción de rayos X. Ley de Bragg

Félix Rodríguez Lagonell  
<frodrigue1117@alumno.uned.es>  
Técnicas Experimentales IV - UNED

Septiembre 2021

## Resumen

Se hace incidir rayos X sobre muestras de fluoruro de litio (LiF) y bromuro de potasio (KBr) con el objetivo de determinar la distancia interplanar y el parámetro de red de estos cristales mediante la aplicación de la Ley de Bragg. Aprovecharemos nuestros datos para hacer una estimación experimental de la constante de Planck.

## 1. Introducción

### 1.1. Generación de rayos X

Los rayos X se producen cuando un haz de electrones de alta energía, acelerados a través de un voltaje que supera los miles de voltios, chocan con un material. Dichos electrones interactúan con los electrones orbitales o los núcleos del material por varios mecanismos diferentes que dan lugar a emisiones energéticas. El dispositivo experimental más habitual para la generación de rayos X se conoce como "tubo de rayos X", donde los electrones son acelerados gracias a una diferencia de potencial desde el cátodo hasta el ánodo, y siendo el ánodo el material que genera los rayos X.

Existen dos mecanismos fundamentales para la generación de rayos X: la radiación característica y la radiación de frenado o bremsstrahlung.

La radiación característica se produce cuando un electrón proyectil ioniza los átomos del ánodo, es decir, arranca un electrón interno del átomo. Esto hace que el electrón de la capa K que ha sido arrancado deje un hueco, situación que es muy inestable para el átomo, lo que conlleva a que un electrón de las capas externas ocupe ese nivel vacío. Este proceso va acompañado por la emisión de un fotón de rayos X característicos del material con que se

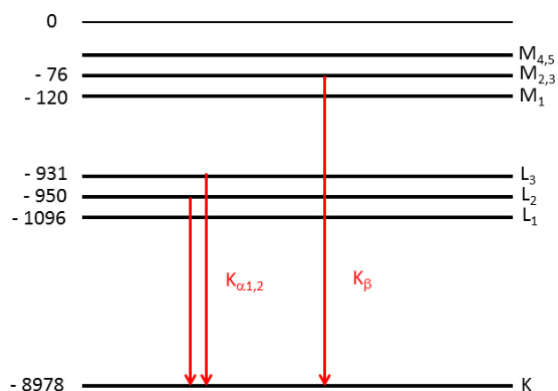


Figura 1: Diagrama de niveles energéticos de rayos X para el cobre (en eV). En líneas rojas se muestran las transiciones más probables  $K_\alpha$  y  $K_\beta$

ha hecho el ánodo y cuya energía es igual a la diferencia de energías de los orbitales electrónicos tal como se aprecia en la figura (1).

La radiación de frenado se produce cuando un electrón proyectil se frena y/o desvía por interacciones electrostáticas al pasar lo suficientemente cerca de los núcleos del ánodo, perdiendo energía cinética que es emitida en forma de fotón de rayos X. El electrón puede perder cualquier cantidad de energía cinética, lo cual conlleva a un continuo de valores en la energía de los fotones, al contrario que la radiación característica. Sin embargo, dicha energía de los fotones nunca podrá ser superior a la energía inicial de los electrones proyectiles, pues deben satisfacer igualmente la ecuación de la energía

$$E = h\sigma = \frac{hc}{\lambda} = eV \quad (1)$$

Donde  $h$  es la constante de Planck,  $\sigma$  es la frecuencia del electrón (o la radiación),  $c$  es la velocidad de

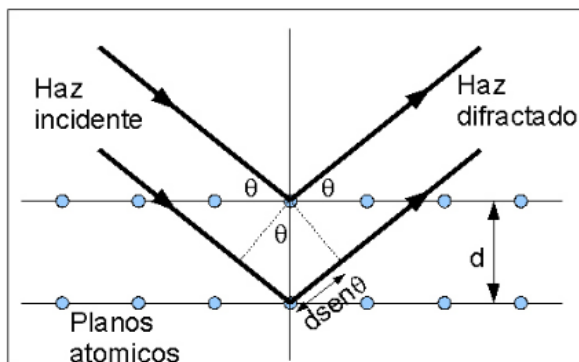


Figura 2: Esquema de difracción de rayos X en un cristal

la luz,  $\lambda$  la longitud de onda,  $e$  la carga del electrón y  $V$  el potencial.

## 1.2. Ley de Bragg

En 1913, William Henry Bragg y su hijo William Lawrence Bragg publican la que conocemos hoy día como la Ley de Bragg, una relación que permite predecir los ángulos en los que los rayos X son difractados por un material con estructura atómica periódica (materiales cristalinos). La interferencia es constructiva cuando la diferencia de fase entre la radiación emitida por diferentes átomos es proporcional a  $2\pi$ , condición que se expresa según la ecuación

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

Siendo  $n$  un número entero,  $\lambda$  la longitud de onda de los rayos X,  $d$  la distancia entre planos de la red cristalina y  $\theta$  el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión. En la figura (2) podemos ver una representación gráfica del fenómeno

Combinando las ecuaciones (1) y (2) podemos expresar la distancia interplanar tal que

$$d = \frac{hcn}{2E\sin(\theta)} \quad (3)$$

Podemos relacionar la Ley de Bragg con la radiación de frenado mediante lo que se conoce como "ángulo mínimo", que es aquel ángulo para el cual se empieza a observar radiación de frenado. Dado que el borde inferior del espectro de la radiación

de frenado determina una energía máxima de la radiación X, podemos establecer la relación

$$\sin(\theta_{min}) = \frac{hc}{2deV} \quad (4)$$

Donde se ha hecho  $E = eV$  según la ecuación (1).

## 1.3. Materiales. Estructura del LiF y KBr

Tanto el fluoruro de litio como el bromuro de potasio son cristales con estructura cúbica centrada en las caras, por lo que tienen ocho elementos por célula. Sus densidades son  $2,64\text{g/cm}^3$  y  $2,74\text{g/cm}^3$  y tienen un parámetro de red  $a$  de valor  $4,02$  y  $6,61$  ángstroms, respectivamente.

$$a = \left(\frac{4m}{N_A\rho}\right)^{1/3} \quad (5)$$

Siendo  $N_A$  el número de Avogadro,  $m$  la masa molar del material y  $\rho$  su densidad. El factor 4 en el numerador hace referencia a que de los 8 elementos por celda, la mitad son átomos distintos.

Conocida la distancia interplanar y el parámetro de red para estos materiales podemos conocer los índices de Miller ( $h, k, l$ ) de la estructura cristalina mediante

$$d_{hkl}^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2} \quad (6)$$

## 2. Metodología

Contamos con muestras de cristales de fluoruro de litio (LiF) y bromuro de potasio (KBr) y un dispositivo experimental controlado por ordenador que contiene un tubo de rayos X cuyo ánodo es de cobre. El dispositivo dirige los rayos X hacia las muestras cristalinas. Mediante el programa COBRA registraremos las medidas del espectro de rayos X para dichos cristales en función del ángulo de incidencia de entre aproximadamente  $5^\circ$  y  $45^\circ$ , haciendo cinco etapas para la toma de datos de LiF, en las que comenzamos con una diferencia de potencial de  $13\text{kV}$  y luego iremos aumentando de tres en tres kV hasta alcanzar los  $25\text{kV}$ . Para el KBr llevaremos a cabo una única medida a  $25\text{kV}$ .

Todas aquellas medidas que tengan incertidumbre asociada será explícitamente mencionado. Para

aquellas magnitudes indirectas se calculará el error asociado según la fórmula habitual

$$\Delta A_i = \left| \frac{\partial A}{\partial \alpha_i} \right| \Delta \alpha_i \quad (7)$$

### 3. Resultados

Presentamos gráficamente los datos recogidos en la figura (3).

#### 3.1. LiF

Los datos de ángulos para las cinco medidas los podemos ver en la tabla (1). Como podemos ver en dicha tabla, al aumentar la tensión también aumenta la intensidad de los picos del LiF, siempre para los mismos ángulos. Con los datos para las transiciones energéticas de la figura (1) y la media de los datos de la tabla (1) tenemos que el pico para la transición  $K_{\alpha 1,2} = 8037,5\text{kV}$  se consigue para un ángulo (medio)  $21,98 \pm 0,07(^{\circ})$  mientras que para la transición  $K_{\beta} = 8902\text{kV}$  corresponde un ángulo de  $19,62 \pm 0,07(^{\circ})$

Gracias a estos datos y haciendo uso de la ecuación (3) con  $n = 1$  dado que estos picos de intensidad corresponden al primer orden de difracción llegamos a que la distancia interplanar (en valor medio) es  $d = (2,06 \pm 0,05) \cdot 10^{-10}\text{m}$ .

Conocido el valor de la distancia interplanar, podemos ver que la condición que deben satisfacer los índices de Miller del conjunto de planos involucrados en la difracción es  $h^2 + k^2 + l^2 \approx 4$ . La única posibilidad es considerar el conjunto de planos (2,0,0), (0,2,0) o (0,0,2) y por lo tanto el parámetro de red experimental será  $a = 2d = (4,12 \pm 0,10) \cdot 10^{-10}\text{m}$ , un 2 % superior al valor teórico.

Para determinar experimentalmente el valor de la constante de Planck debemos hacer uso de la ecuación (4) donde el ángulo mínimo  $\theta_{min}$  será aquel ángulo para el que empieza a ser apreciable la radiación de frenado, caracterizada por un espectro continuo que hace de "baseline" en nuestro conjunto de datos. Los datos y su correspondiente regresión lineal los podemos ver en la figura (4). El valor de  $R^2$  es relativamente bajo debido a que se ha seleccionado el valor de  $\theta_{min}$  por inspección visual. Podemos identificar entonces la pendiente de la

regresión lineal como  $\frac{hc}{2de}$ , de tal manera que al despejar y sustituir obtenemos  $h = (5,5 \pm 0,9) \cdot 10^{-34}\text{J} \cdot \text{s}$

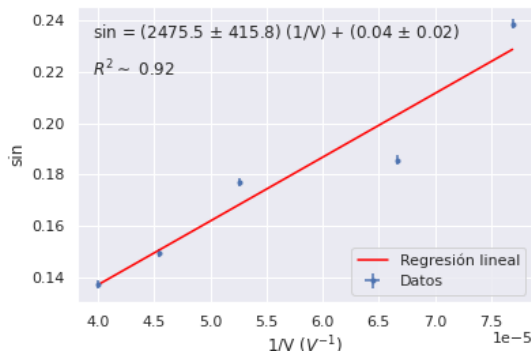


Figura 4: Seno del ángulo (mínimo) a partir del cual empieza a salir radiación de frenado

#### 3.2. KBr

Igualmente que para el caso del LiF, podemos ver los datos en la figura (1) y la tabla (1). En este caso podemos ver los picos de segundo orden en la figura del difractograma. Llevado a cabo los mismos cálculos tenemos, siendo la media correspondiente a los cuatro picos,  $d = (3,43 \pm 0,11) \cdot 10^{-10}\text{m}$  y por lo tanto  $a = 2d = (6,9 \pm 0,2) \cdot 10^{-10}\text{m}$ . En este caso el parámetro de red es un 4 % superior al valor teórico.

### 4. Conclusiones

En esta práctica se ha estudiado la estructura cristalina del LiF y el KBr mediante la difracción de rayos X generados por un ánodo de cobre. Mediante la aplicación directa de la Ley de Bragg hemos calculado los valores de distancia interplanar y parámetro de red, obteniendo valores muy cercanos a sus correspondientes teóricos.

Gracias a la Ley de Bragg y el entendimiento de la radiación de frenado (o bremsstrahlung) hemos podido calcular experimentalmente el valor de la constante de Planck  $h = (5,5 \pm 0,9) \cdot 10^{-34}\text{J} \cdot \text{s}$ . Aunque dicho valor experimental difiere notablemente del valor teórico  $h = 6,626 \cdot 10^{-34}\text{J} \cdot \text{s}$ , siendo el error relativo entorno a un 17 %, tenemos que el rango de incertidumbre es lo suficientemente alto como para

	$K_\beta$		$K_\alpha$	
	Ángulo ( $^\circ$ )	Intensidad	Ángulo ( $^\circ$ )	Intensidad
LiF 13kV	$19,7 \pm 0,1$	58.67	$22,1 \pm 0,1$	262.67
LiF 15kV	$19,7 \pm 0,1$	168.67	$21,9 \pm 0,1$	633.33
LiF 19kV	$19,6 \pm 0,1$	244.0	$22,0 \pm 0,1$	941.33
LiF 22kV	$19,6 \pm 0,1$	361.33	$22,0 \pm 0,1$	1277.33
LiF 25kV	$19,5 \pm 0,1$	560.0	$21,9 \pm 0,1$	1750.0
KBr 25kV ( $1^\circ$ )	$11,7 \pm 0,1$	1914.67	$12,8 \pm 0,1$	2156.0
KBr 25kV ( $2^\circ$ )	$24,2 \pm 0,1$	1844.0	$26,9 \pm 0,1$	1877.33

Cuadro 1: Ángulos para los picos  $K_\alpha$  y  $K_\beta$

englobar el valor real. Esta diferencia radica principalmente en el error que supone la selección visual de los ángulos mínimos de radiación de frenado.

## Referencias

- [1] L. de la Peña. *Introducción a la Mecánica Cuántica*. Fondo de Cultura Económica, 2013.
- [2] C. Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley and Sons, 2005.

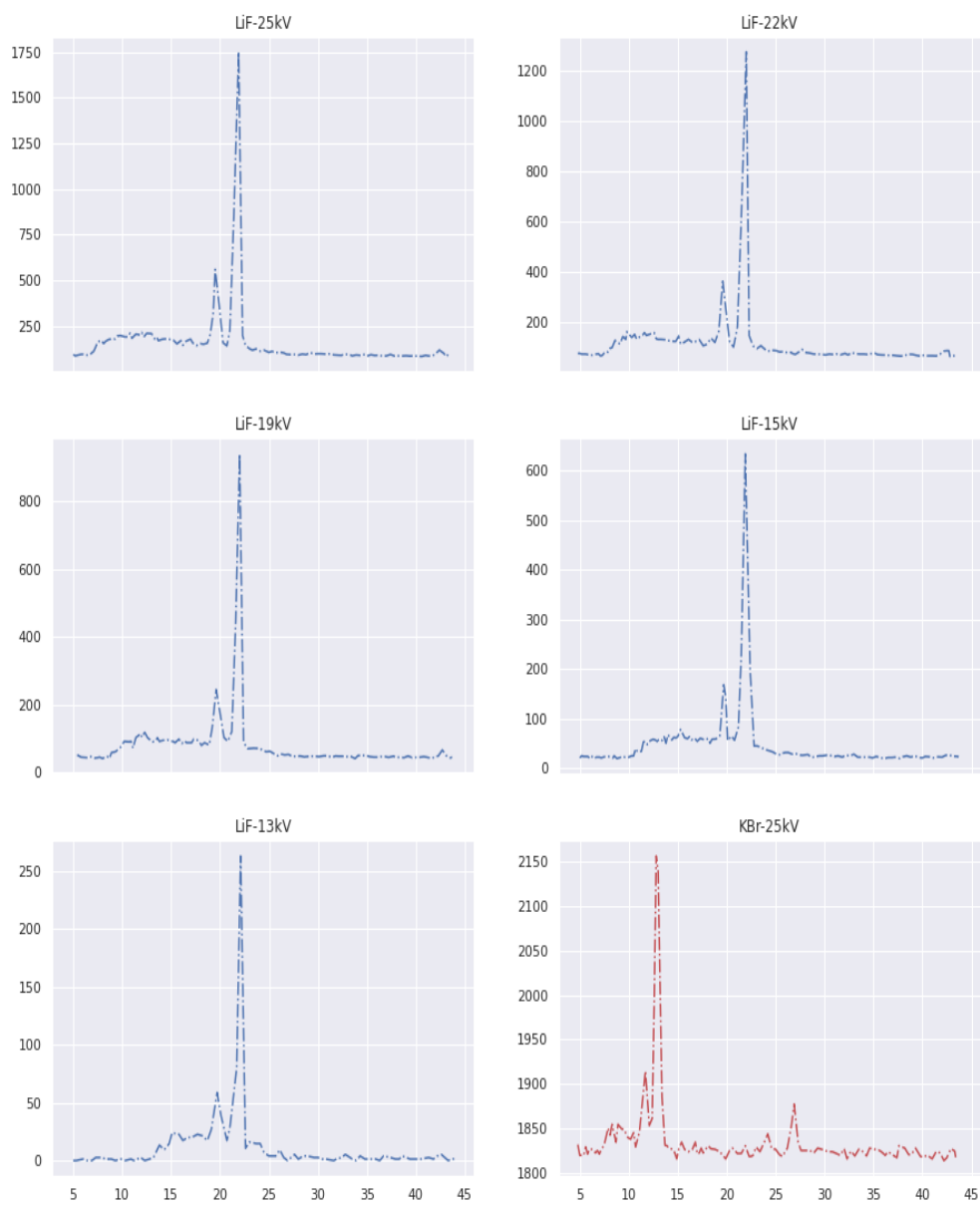


Figura 3: Difractogramas de rayos X con energías comprendidas entre 13 y 25 kV