



## **Prueba Experimental**

### **Determinación de la estructura cristalina y la concentración de un cristal coloidal, por medio de difracción de luz visible.**

-Duración 4 h

- **NO** escriba su nombre en ninguna hoja.
- Enumere todas las hojas indicando también el total de hojas que se entregan sin considerar el enunciado. Por ejemplo si entrega un total de 12 hojas a la hoja 7 identifíquela con el número 7/12, etc.
- Si necesita más hojas pídalas al Bedel.
- Al finalizar guarde la calculadora y todos los útiles de escritura proporcionados en la bolsa de los útiles, junto con la tarjeta que tiene su nombre.
- Escriba su nombre con letra clara en el sobre blanco y guarde la prueba en el mismo.

## Objetivo:

Determinación de la estructura cristalina y la concentración de un cristal coloidal, por medio de difracción de luz visible.

## Material suministrado:

- Un difractómetro integrado por:
  - Una fuente de luz láser, fija a una base de altura y nivel regulables.
  - Una rendija de cartulina azul para colimar el haz láser.
  - Un tubo, con orificio para el ingreso de un haz de luz, fijo sobre una base.
- Un portamuestras.
- Una linterna.
- Una regla.
- Lápiz, hojas de papel blanco y papel milimetrado .
- Una calculadora.

## Datos:

Longitud de onda de la luz de láser  $\lambda=(659\pm 1) 10^{-9}$  m  
Índice de refracción del agua  $n=(1,332\pm 0,003)$

## ATENCIÓN

Lea detenidamente los párrafos que describen el funcionamiento de las distintas partes del difractómetro. Vaya mirando e identificando las partes, pero **no toque nada** hasta que haya terminado de leer íntegramente las siguientes secciones:

**-Difracción de Bragg.**

**-Cristales coloidales.**

En esta sección se hace hincapié sobre el cuidado extremo con el que deberá realizar el experimento, debido a las propiedades de la muestra que usará.

**-Descripción del funcionamiento del difractómetro.**

**-Procedimiento.**

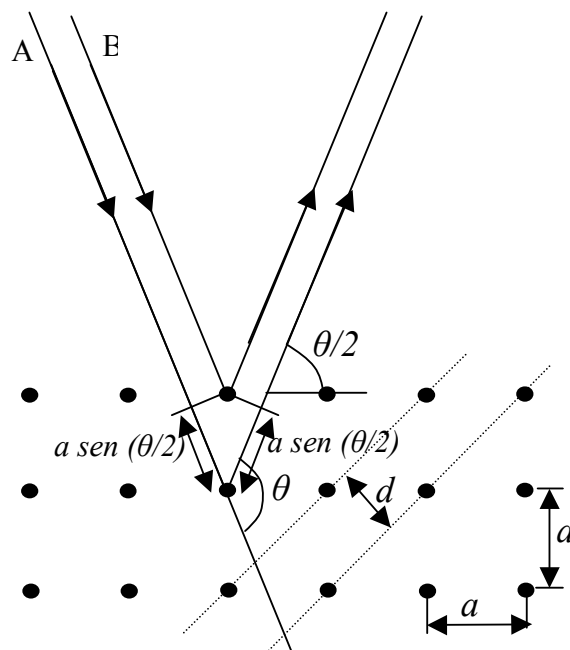
Esta sección lo guiará en la realización de la experiencia.

*Mucho cuidado y suerte.*

## La difracción de Bragg

Cuando un haz de luz incide sobre un cristal, es dispersado, en todas las direcciones, por todas las partículas que lo constituyen. Si la longitud de onda de la luz tiene un valor adecuado, entre los rayos dispersados se produce interferencia. En algunas direcciones la interferencia es constructiva y entonces habrá un máximo de intensidad luminosa, en otras, las más, será destructiva y habrá oscuridad. Este fenómeno se denomina difracción de la luz (la más común es la de rayos X).

En la figura 1 se esquematizan algunos de los centros dispersores de un cristal que está siendo irradiado.



**Figura 1**

Según se observa en la figura 1, habrá interferencia constructiva entre el rayo A y el B (o lo que es lo mismo, un máximo de difracción) cuando la diferencia de camino óptico entre ambos ( $2 a \sin(\theta/2)$ ) satisfaga la expresión:

$$2 a \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{\lambda}{n} \quad (1)$$

donde  $n$  el índice de refracción del medio,  $\lambda/n$  la longitud de onda de la luz en el medio y  $a$  la separación entre los dispersores (ver Figura 1). A esta expresión se la conoce como “Ley de Bragg”.

Aunque obtenida de un ejemplo sencillo, esta expresión resulta de la contribución de todos los dispersores que forman el cristal.

Note que la expresión anterior resulta como surgida de reflexiones de rayos paralelos (A y B), sobre “planos paralelos” del cristal, separados por la distancia  $a$ . Estos “planos cristalinos” se consideran formados por las partículas que están contenidas en ellos.

En el caso en que se considere la incidencia del haz, por ejemplo, sobre los planos indicados por las líneas punteadas, en la Fig. 1, los cuales están separados por una distancia  $d = a/\sqrt{2}$ , se tendrá que reemplazar a  $a$  por  $d$ , en la ecuación (1).

$$2 d \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{\lambda}{n} \quad (2)$$

El ejemplo esquematizado en la figura 1 es bidimensional. En tres dimensiones se puede obtener que la expresión genérica para  $d$ , en el caso de redes cristalinas cúbicas, es :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

donde  $h$ ,  $k$ , y  $l$  son enteros mayores o iguales a cero, denominados índices de Miller.

Reemplazando esta expresión para  $d$ , en la ecuación (2), queda

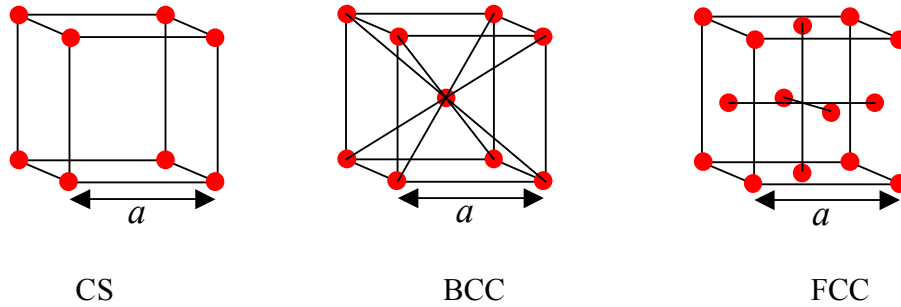
$$\frac{2a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{\lambda}{n}$$

Definiendo  $h^2 + k^2 + l^2 = N$  es inmediato que

$$\operatorname{sen}^2\left(\frac{\theta}{2}\right) = \left(\frac{\lambda}{2an}\right)^2 N \quad (3)$$

De esta ecuación es importante notar que **para cada  $N$  corresponde un único  $\theta$**  para  $a$  y  $\lambda$  fijos.

Una de las formas más simples en la que se ordenan las partículas, es según redes cristalinas cúbicas. Estas redes pueden ser cúbicas simples (CS), cúbicas centradas en el cuerpo (BCC), o cúbicas centradas en las caras (FCC). Los esquemas de las celdas elementales de dichas redes están graficados en la Figura 2.



**Figura 2**

Según se observa en esta figura, para el caso CS las partículas se ubican en los vértices de un cubo de lado  $a$ . En el caso BCC se agrega una partícula en centro del cubo, mientras que en el caso de una FCC, a las partículas de una CS se agregan partículas en el centro de cada una de las caras del cubo.

A la longitud de la arista del cubo,  $a$ , se la conoce con el nombre de *parámetro de red*.

Para que se produzca un máximo de difracción, no es suficiente con que se satisfaga la Ley de Bragg (ecuación 1). Además, es necesario que los índices de Miller ( $h,k,l$ ) cumplan ciertas reglas, que surgen de la ubicación de las partículas que forman la celda elemental. Estas reglas, para las estructuras cúbicas, son las siguientes.

**BCC-** Si la suma  $h+k+l$  es par, la reflexión existe; si es impar, no existe.

**FCC-** Si  $h,k,l$  son todos pares o todos impares, la reflexión existe; si hay mezcla de paridad, no existe. (al cero se lo considera como par)

**CS-** No hay restricciones.

Estas reglas permiten obtener los valores de  $N$  permitidos correspondientes a los máximos de difracción.

Como ejemplo se muestra la Tabla 1, para la estructura BCC y FCC, con algunos de los valores de índices de Miller para haces difractados.

$h$	$k$	$l$	$N = h^2 + k^2 + l^2$ BCC	$N = h^2 + k^2 + l^2$ FCC
1	0	0	-	-
1	1	0	2	-
1	1	1	-	3
2	0	0	4	4
2	1	0	-	-
2	1	1	6	-
2	2	0	8	8
2	2	1	-	-
3	1	0	10	-
3	1	1	-	11
etc.	etc.	etc.	etc.	etc.

**Tabla 1**  
Valores permitidos de N en redes BCC y FCC

## Cristales coloidales

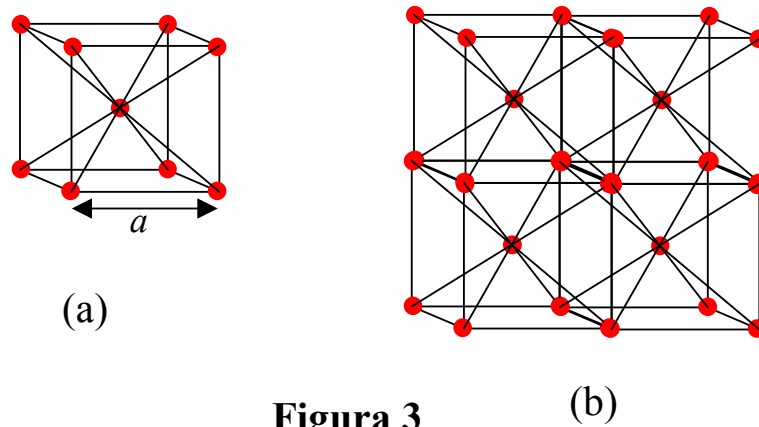
Un cristal coloidal es un arreglo ordenado de partículas en el seno de un líquido. En nuestro caso las partículas son esferas de látex y el líquido es agua, sin iones. Las esferas de látex tienen una cierta cantidad de carga negativa adherida y distribuida uniformemente sobre su superficie. Todas las esferas tienen la misma carga. Como el agua que las rodea no contiene iones positivos que neutralicen la carga negativa de las esferas, éstas se repelen mediante fuerzas de Coulomb.

Las paredes del recipiente que contiene a las esferas de látex en agua, impiden que aquellas se aparten indefinidamente. Esta restricción hace que las esferas alcancen posiciones de equilibrio que minimizan la energía de repulsión coulombiana, para el volumen  $V$  que ocupan las  $N_0$  esferas.

Bajo estas condiciones y dependiendo de la concentración o densidad numérica de esferas en el volumen  $V$ ,  $c = \frac{N_0}{V}$ , las esferas se acomodarán formando estructuras BCC o FCC.

Un cristal con estructura, por ejemplo, cúbica centrada en el cuerpo, se “arma” repitiendo esa celda elemental, un gran número de veces (Figura 3-b). Cuando muchos de estos

cristales se agrupan, con orientaciones al azar, como en el caso de la muestra de este experimento, se dice que se forma un policristal.



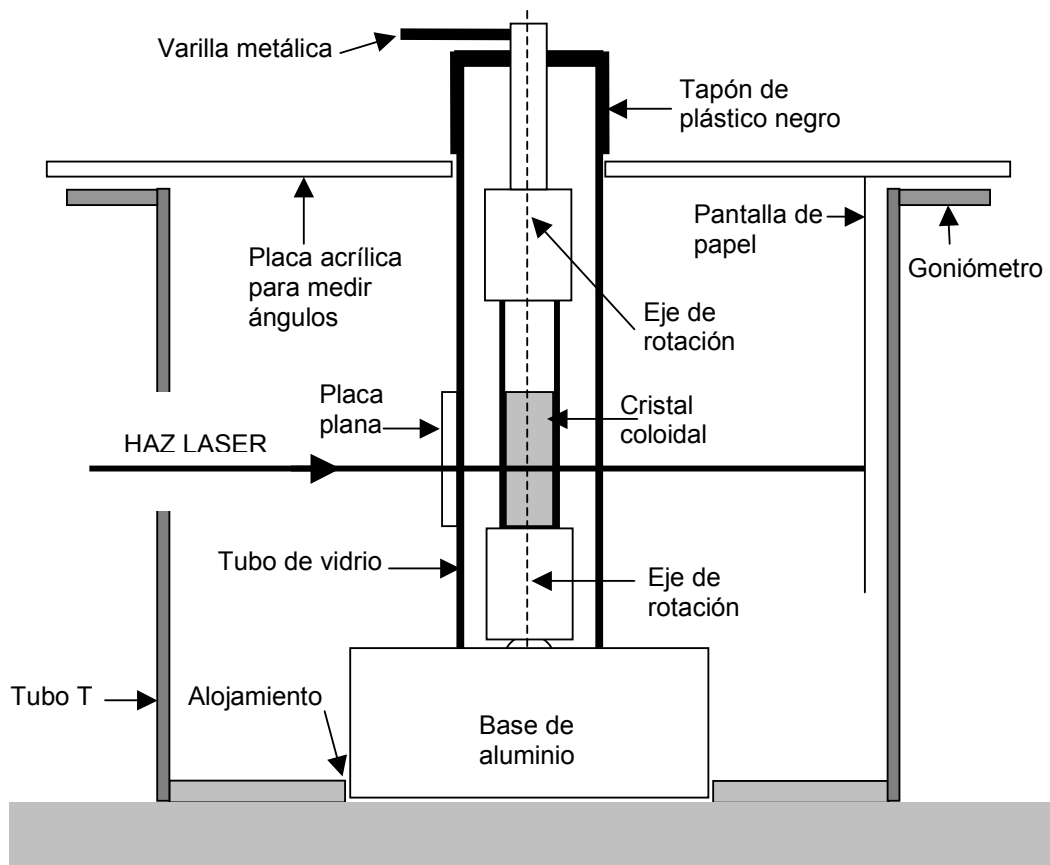
**Figura 3**

a-Esquema de una celda elemental BCC  
b-porción de un cristal con estructura BCC

*En nuestro caso tenemos un policristal de esferas de latex en agua. Las fuerzas que mantienen “armado” los cristales del policristal son muy débiles. Por esta razón, cualquier golpe o vibración destruye el ordenamiento y luego transcurre cerca de una hora hasta que vuelve a ordenarse. Por lo tanto, trate al dispositivo con mucho cuidado, sobre todo al portamuestras, rotándolo lentamente cuando deba hacerlo. Cuide de no mover ni golpear la mesa. Respetando estas consignas conservará el policristal sobre el cual se basarán todas sus mediciones.*

## Descripción del difractómetro

La figura 4 muestra el esquema de un corte vertical del difractómetro del equipo experimental. Su cuerpo principal es un tubo de vidrio que en su extremo inferior está fijado a una base de aluminio y en el superior tiene un tapón de plástico de color negro. La base de aluminio está apoyada dentro de un alojamiento que la contiene y que le permite girar según un eje vertical. Para ello, se debe tomar al portamuestras por el tapón negro (superior) y **sin levantarlo**, hacerlo girar. En el tubo de vidrio está incertada una placa de acrílico transparente que tiene una línea marcada en dirección radial. Esta línea permite medir los ángulos girados en una escala graduada o goniómetro, que está fija al borde superior del “tubo T”, el cual aloja a todo este sistema portamuestras. La placa acrílica, además, tiene adosada una pantalla de papel, sobre la que aparecerán marcas luminosas (puntos y líneas) debidos a la luz difractada por la muestra.



**Figura 4**  
Esquema del corte vertical del difractómetro.

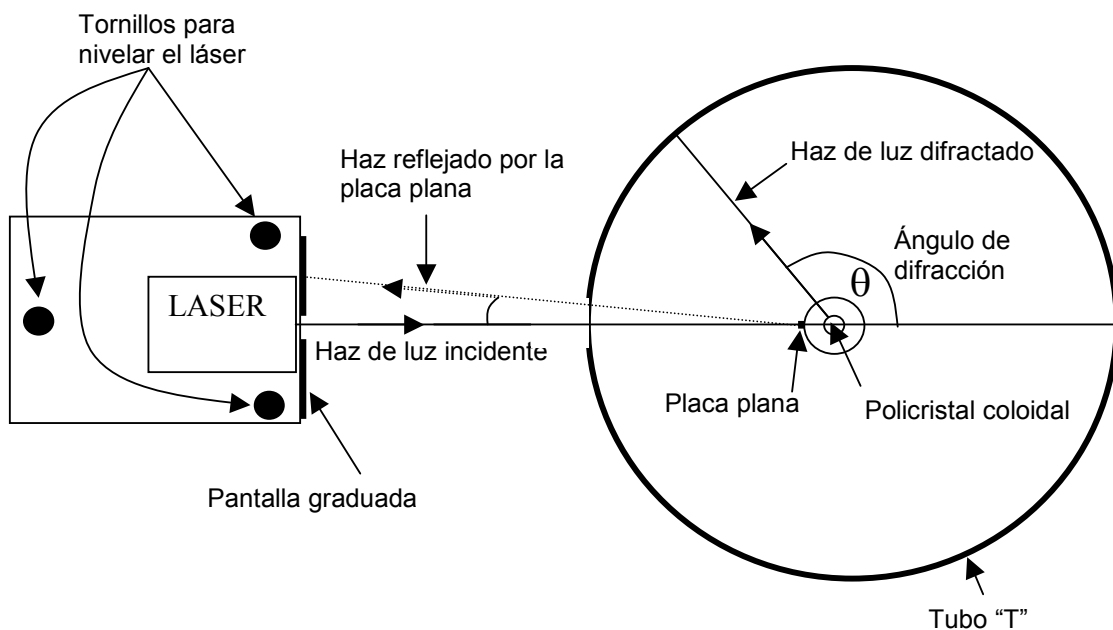


Dentro del tubo de vidrio está el recipiente que contiene la muestra, la cual es un “cristal coloidal”. Por el centro del tapón negro sobresale una varilla blanca, que tiene un perno metálico, transversal. A esta varilla está fijado el recipiente que contiene la muestra. Con la ayuda del perno se puede girar suavemente la varilla y de esta forma rotar la muestra.

Es conveniente que el haz de luz de la fuente incida perpendicularmente a la pared del recipiente que contiene la muestra. Para ello se ha adherido a la pared del tubo de vidrio, una pequeña placa plana, de vidrio, para ayudar a verificar esta incidencia normal.

La fuente láser está montada sobre un dispositivo que posee tres tornillos, con los que se puede corregir la altura y el ángulo de incidencia del haz sobre la pequeña placa plana de vidrio. Junto a la fuente láser está adosada una pequeña pantalla graduada, en ella se podrá observar el haz parcialmente reflejado en la placa plana de vidrio y así poder corregir su dirección (Ver figura 5).

Por último se dispondrá de una rendija, confeccionada con un trozo de cartulina azul, que, una vez que el difractómetro esté listo para medir, se podrá colocar junto al tubo “T”, para colimar el haz láser y mejorar, de este modo, el contraste de los haces difractados respecto de un fondo rojizo de luz dispersada.



**Figura 5**  
Esquema del corte horizontal del dispositivo experimental

## Procedimiento:

### Actividades preliminares

Las actividades y observaciones que continúan, enumeradas del 1 al 8, le servirán para familiarizarse con el equipo, razón por la cual debe regular el tiempo invertido en esta tarea.

- 1- Encienda la fuente de luz láser accionando la llave del portapilas, que se encuentra junto al puntero láser.
- 2- Haciendo uso de los tornillos y/o desplazando cuidadosamente la base en donde está apoyado el puntero láser, haga incidir el haz de luz perpendicularmente sobre la placa de vidrio plana, que tiene pegado el portamuestras.
- 3- Para que el haz incida perpendicularmente sobre la placa plana podrá girar el portamuestra tomándolo (sin levantarlo) del tapón negro y variando la posición de los tornillos que nivelan el láser.
- 4- Sobre la pantalla de papel se pueden ver los puntos luminosos donde inciden los haces difractados por la muestra. Estos puntos se ven formando arcos luminosos, verticales. A cada uno de ellos le corresponde un único valor de  $N$ . Los arcos luminosos se deberían presentar en posiciones simétricas respecto al punto de incidencia del haz directo. Es decir que se observa el mismo diagrama de difracción a derecha e izquierda del haz incidente.
- 5- Al rotar la muestra por medio de la varilla metálica usted observará que algunos puntos luminosos, que corresponden a los haces difractados, aparecen y otros desaparecen. Esto le permitirá medir ángulos de difracción correspondientes a algunos de los valores de  $N$  posibles.
- 6- Mediante los tornillos para nivelar el láser podrá variar la altura del haz incidente para iluminar distintas zonas de la muestra y obtener otros puntos luminosos de haces difractados.
- 7- Si se coloca la rendija de cartulina para colimar el haz de la fuente, los puntos de difracción quedarán mejor definidos, con lo cual, las mediciones serán más precisas.
- 8- La intensidad de los haces difractados para valores de  $\theta > 70^\circ$  es baja, por lo que las mediciones son difíciles. Extreme sus habilidades experimentales.

### Actividades que se evaluarán

- I- Mida y tabule todos los ángulos de difracción  $\theta$  observables. Mediante un esquema describa brevemente el procedimiento que usó para realizar la medición.
- II- Determine la incertidumbre  $\Delta\theta$  de cada una de las mediciones obtenidas en I.
- III- Suponiendo que la estructura cristalina sea BCC, construya una tabla con valores de  $\theta$ ,  $\Delta\theta$  y los  $N$  asociados.

- IV- Mediante la ecuación (3) obtenga el valor del parámetro de red,  $a$ , y su incertidumbre, haciendo uso del par  $(\theta, N)$  que produzca la menor incertidumbre en el parámetro de red.
- V- Con los datos de la tabla del item III construya la gráfica que estime adecuada para obtener el parámetro de red. Compare los valores obtenidos por ambos métodos.
- VI- Desarrolle un método de análisis para descartar la estructura FCC, en favor de la BCC.
- VII- Obtenga el valor de la concentración o densidad numérica de esferas ( $c = N_0/V$ ) en la muestra.