

Patrón de difracción Debye-Scherrer con tres redes cúbicas de Bravais (geometría Bragg-Brentano)



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

duro



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



Tiempo de ejecución

45+ minutos

PHYWE
excellence in science

Información general

Aplicación

PHYWE
excellence in science

Configurar

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
excellence in science

Conocimiento previo



Principio

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

Las muestras de polvo policristalino, que cristalizan en los tres tipos cúbicos de Bravais, simple, centrado en la cara (fcc) y centrado en el cuerpo (bcc), se irradian con la radiación de un tubo de rayos X con un ánodo de cobre. Un tubo contador Geiger-Mueller giratorio detecta la radiación que se refleja constructivamente en los distintos planos de red de los cristalitas. Los diagramas de Bragg se registran automáticamente. Su evaluación proporciona la asignación de las líneas de Bragg a los distintos planos de red, sus distancias y las constantes de red de las muestras, así como el tipo de red de Bravais correspondiente.

Información general adicional (2/2)

PHYWE
excellence in science

Objetivo



Tareas

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

1. Registra la intensidad de los rayos Cu-X retrodispersados por las cuatro muestras de polvo de cristal cúbico con diversos tipos de red Bravais en función del ángulo de dispersión.
2. Calcula las separaciones del plano de la red adecuadas a las posiciones angulares de las líneas de Bragg individuales.
3. Asigna las reflexiones de Bragg a los respectivos planos de red. Determine las constantes de red de las muestras y sus tipos de red de Bravais.
4. Determina el número de átomos en la celda unitaria.

Teoría (1/5)

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 (2/5)

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 (3/5)

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 $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$. Cuando la red sólo está formada por un tipo de átomos, las siguientes condiciones son válidas para el factor de estructura:

fcc red

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

bcc red

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

Teoría (4/5)

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 (5/5)

Para el sistema de cristales cúbicos, el espaciado 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:

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

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 de amonio, 250 g	30024-25	1
6	Cloruro potásico, 250g	30098-25	1
7	BROMURO DE POTASIO, 100 g	30258-10	1
8	POLVO DE MOLIBDENO, 99,7%, 100 g	31767-10	1
9	VASELINA, 100G	30238-10	1

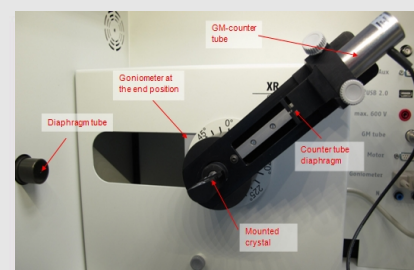


Montaje y ejecución

Montaje

Conecta el goniómetro y el tubo contador Geiger-Müller a sus respectivos enchufes en la cámara de experimentación (véase 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 (1/4)

PHYWE
excellence in science

- 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).
- Inicie 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. También puede cambiar los parámetros en la unidad de rayos X real. El programa adoptará automáticamente los ajustes.



Fig. 3: Conexión del ordenador

Ejecución (2/4)

PHYWE
excellence in science

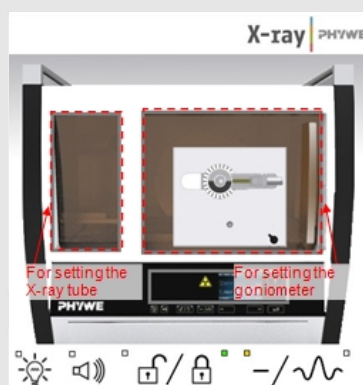


Fig. 4: Parte de la interfaz de usuario del software

- 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.

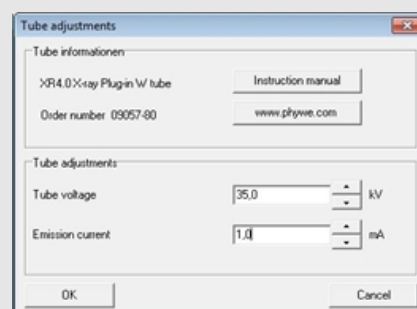
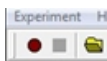


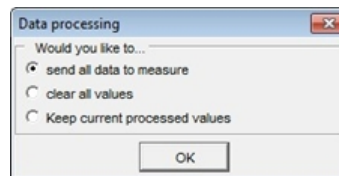
Fig. 5: Ajustes de tensión y corriente

Ejecución (3/4)

- Inicie 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 (4/4)

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, transfiera 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 alísalas al ras. Utiliza el soporte universal para cristales para sujetar la muestra.



Resultados

Examen de las redes fcc (1/10)

Bromuro de potasio

La Fig. 6 muestra el espectro de Debye-Scherrer del bromuro de potasio (KBr).

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 $\lambda(K_{\beta}) = 139.22 \text{ pm}$:

$$\frac{\lambda(K_{\alpha})}{\lambda(K_{\beta})} = \frac{\sin(\theta_{\alpha})}{\sin(\theta_{\beta})} \approx 1.1(8)$$

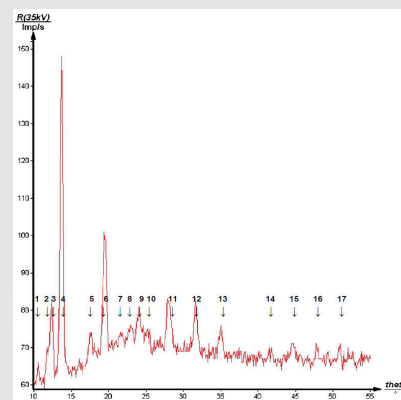


Fig. 6: Bragg Cu – K_{α} y Cu – K_{β} líneas de KBr.

Examen de las redes fcc (2/10)

PHYWE
excellence in science

Estos valores corresponden a los cocientes de los valores $\sin\theta$ (Fig. 6) de los pares de líneas 2-1, 4-3, 6-5 y 9-7, 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 dificulta cuando se utiliza.

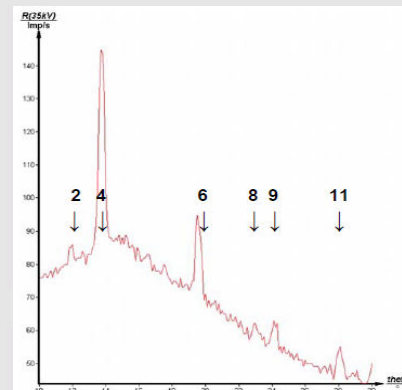


Fig. 7: Diagrama de barras de KBr sólo con $\text{Cu} - \text{K}_\alpha$ haz de luz (aquí se utilizó un filtro de níquel)

Examen de las redes fcc (3/10)

PHYWE
excellence in science

El siguiente método de evaluación del espectro se ofrece como ejemplo, y es representativo para el de los espectros de otras muestras. En primer lugar, determina el $\sin(\theta)$ y $\sin^2(\theta)$ valores para cada reflejo individual del ángulo de difracción θ de la línea particular. A partir de la ecuación (7), las relaciones de los $\sin^2(\theta)$ deben ser representables por los cocientes de las sumas de los cuadrados de los tres números enteros (h, k, l).

Los ratios de la $\sin^2(\theta)$ de las líneas individuales (n) a la $\sin^2(\theta)$ de la primera línea (2) se calculan como en la columna J del cuadro 1. La numeración de la columna E se refiere a las líneas reflejas indicadas en la Fig. 6. En la columna A se enumeran todos los números hkl posibles. Las columnas B, C y D muestran las relaciones individuales de las sumas de los cuadrados de estos números.

Cuando se intenta asignar los índices 100 o 110 a los primeros reflejos, entonces no hay acuerdo con las proporciones de los $\sin^2(\theta)$ se encuentra. Sin embargo, cuando se asigna el índice 111 a la primera línea, se pueden asignar a todas las demás líneas trillizos de índices hkl con cierta precisión.

Examen de las redes fcc (4/10)

PHYWE
excellence in science

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
hkl	$h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{h^2 + k^2 + l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)_{011}}$	$\frac{h^2 + k^2 + l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)_{111}}$	Reflex no.	Intensity	ϑ°	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\frac{\sin^2\vartheta(\beta)}{\sin^2\vartheta(2)}$	d / pm	a / pm
100	1										
110	2	1									
111	3	1,5	1	2	w	11,80	0,20449	0,04182	1,00	377,0	652,9
200	4	2	1,33	4	vs	13,72	0,23718	0,05625	1,34	325,0	650,1
210	5	2,5	1,67								
211	6	3	2								
220	8	4	2,67	6	vs	19,46	0,33315	0,11099	2,65	231,4	654,5
221/300	9	4,5	3								
310	10	5	3,33								
311	11	5,5	3,67	8	w	22,95	0,38993	0,15204	3,64	197,7	655,7
222	12	6	4	9	s	24,08	0,40801	0,16647	3,98	188,9	654,5
320	13	6,5	4,33								
321	14	7	4,67								
400	16	8	5,33	11	s	27,97	0,46901	0,21997	5,26	164,4	657,5
410/322	17	8,5	5,67								
441/330	18	9	6								
331	19	9,5	6,22								
420	20	10	6,67	12	s	31,69	0,52532	0,27596	6,60	146,8	656,3
421	21	10,5	7								
332	22	11	7,33								
422	24	12	8	13	s	35,03	0,57401	0,32948	7,88	134,3	657,9
500/430	25	12,5	8,33								
510/431	26	13	8,67								
511/333	27	13,5	9								
520/432	29	14,5	9,67								
521	30	15	10								
440	32	16	10,67	14	vw	41,61	0,66406	0,44097	10,54	116,1	656,7
522/441	33	16,5	11								
530/433	34	17	11,33								
531	35	17,5	11,67	15	w	44,56	0,70166	0,49232	11,77	109,9	650,0
600/442	36	18	12								
610	37	18,5	12,33								
611/532	38	19	12,67								
620	40	20	13,33	16	w	47,86	0,74151	0,54983	13,15	104,0	657,5
621/540/	41	20,5	13,67								
443											
541	42	21	14								
533	43	21,5	14,33								
622	44	22	14,67	17	w	50,91	0,77656	0,60242	14,40	99,3	658,5

Tabla 1: Evaluación de la K_α -Líneas de Debye-Scherrer de KBr.

Examen de las redes fcc (5/10)

PHYWE
excellence in science

Ahora sólo se dan números pares o impares, sin índices mixtos hkl triples. Según esto, el KBr forma una red fcc. Los correspondientes espaciamentos de los planos de red d, calculados mediante la ecuación (1), se dan en la columna K. Los valores de la constante de red a, determinada a partir de la ecuación (6), se dan en la columna L. Tomando ambos K_α líneas y el K_β líneas en consideración, se encuentra que el valor medio de la constante de red a es:

$$a = (655.1 \pm 2.9) \text{ pm}; \Delta(a)/a < 0.5\% \text{ (valor bibliográfico } a = 658,0 \text{ pm)}$$

Al dividir la masa total M de una célula unitaria por su volumen V, la densidad ρ se da, por lo que:

$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \cdot \frac{1}{a^3} \text{ with } m = \frac{m_A}{N} \rightarrow n = \frac{\rho \cdot N \cdot a^3}{m_A} \quad (9)$$

donde n = número de átomos o moléculas en la celda unitaria; m = masa atómica/molecular; m_A = peso atómico/ molecular; $N = 6.022 \cdot 10^{23}$ = Número de Avogadro.

Examen de las redes fcc (6/10)

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
<i>hkl</i>	$\frac{h^2+k^2+l^2}{k^2+l^2}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$	Reflex. no.	Inten- sity	ϑ°	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$	<i>d</i> / pm	<i>a</i> / pm
100	1										
110	2	1									
111	3	1,5	1	1	s	10,61	0,18412	0,03390	1,00	378,1	652,9
200	4	2	1,33	3	vs	12,38	0,21439	0,04596	1,36	324,7	650,1
210	5	2,5	1,67								
211	6	3	2								
220	8	4	2,67	5	s	17,61	0,30254	0,09153	2,70	230,1	654,5
221/300	9	4,5	3								
310	10	5	3,33								
311	11	5,5	3,67								
222	12	6	4	7	w	21,73	0,37023	0,13707	4,04	188,0	651,3

Tabla 2: Evaluación de la K_β -Líneas de Debye-Scherrer de KBr.

Al introducir los valores adecuados de KBr, $\rho = 2.75 \text{ g/cm}^3$ y $m_A = 119.01 \text{ g}$ en la ecuación (9), se deduce que $n = 3.91 \approx 4$ es decir, la celda unitaria contiene 4 átomos.

El K_β Las líneas 1, 3, 5 y 7 que aparecen en la Fig. 6 se evalúan en la Tabla 2.

Examen de las redes fcc (7/10)

Cloruro de potasio

El patrón de Debye-Scherrer para el cloruro de potasio (KCl) se muestra en la Fig. 8, y la evaluación de éste con respecto al K_α -radiación se indica en la Tabla 3.

Los cocientes de los valores del seno de los pares de líneas 2-1, 4-3, 6-5 y 8-7 vuelven a dar aproximadamente 1,1, por lo que las líneas 1, 3, 5 y 7 pueden asignarse de nuevo a la K_β radiación.

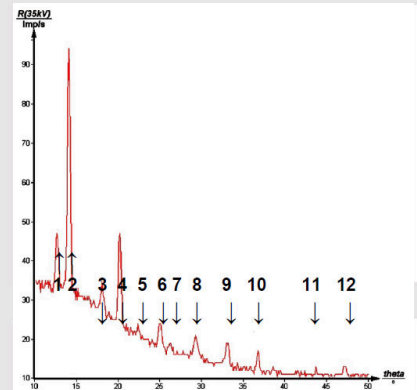


Fig. 8: Bragg Cu – K_α y Cu – K_β líneas de KCl.

Examen de las redes fcc (8/10)

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
hkl	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{002}}$	Reflex no.	Intensity	$\vartheta/^\circ$	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$	d/pm	a/pm
200	1	2	vs	14,13	0,24412	0,05960	1	315,8	631,6
220	2	4	vs	20,22	0,34562	0,11946	2,00	223,0	630,9
222	3	6	s	25,02	0,42293	0,17887	3,00	182,3	631,4
400	4	8	s	29,30	0,48938	0,23950	4,02	157,5	630,1
420	5	9	s	33,10	0,54610	0,29823	5,00	141,2	631,5
422	6	10	s	36,80	0,59902	0,35883	6,02	128,7	630,5
440	8	11	vw	43,72	0,69113	0,47767	8,01	111,5	630,7
600/442	9	12	w	47,16	0,73326	0,53766	9,02	105,1	630,6

Tabla 3: Evaluación de la K_α -Líneas de Debye-Scherrer de KCl.

Examen de las redes fcc (9/10)

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
hkl	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{002}}$	Reflex no.	Intensity	$\vartheta/^\circ$	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$	d/pm	a/pm
200	1	1	vs	12,71	0,22002	0,04841	1	316,4	632,8
220	2	3	s	18,12	0,31101	0,09673	2,00	223,8	633,1
222	3	5	vw	22,40	0,38107	0,14521	3,00	182,7	632,8
400	4	7	vw	26,25	0,44229	0,19562	4,04	157,4	629,6

Tabla 4: Evaluación de la K_β -Líneas de Debye-Scherrer de KCl.

Examen de las redes fcc (10/10)

Aunque el KCl forma una red fcc, en contraste con el KBr da exclusivamente valores hkl pares y no, como se espera para una red fcc, tripletes de índices hkl impares (ver Tablas 3 y 4). Esto es comprensible si se tiene en cuenta que el factor de dispersión atómica f está correlacionado directamente con el número de electrones de un átomo, entre otros. Como el KCl, en contraste con el KBr, contiene átomos con casi el mismo poder de dispersión ($Z = 19$ para el K y 17 para el Cl), se deduce de la ecuación (5) que no deberían producirse reflejos con tripletes de índice hkl impares.

El valor medio encontrado para la constante de red a en el experimento es:
 $a = (631.3 \pm 1.1) \text{ pm}$; $\Delta(a)/a < 0.2\%$ (valor de la literatura: $a = 629,3 \text{ pm}$).

A partir del valor medio de a determinado experimentalmente y de los valores conocidos de KCl ($\rho = 1.984 \text{ g/cm}^3$ y $m_A = 74.56 \text{ g}$), se deduce de la ecuación (9) que $n = 4.04 \approx 4$ es decir, que la célula unitaria de KCl contiene 4 átomos.

Examen de las redes bcc (1/2)

La Fig. 9 muestra el espectro del molibdeno (Mo)

La evaluación de la Tabla 5 muestra que la concordancia con los ratios de la $\sin^2(\theta)$ sólo pueden darse cuando $(h+k+l)$ es par, es decir, que el molibdeno forma una red bcc.

El experimento da un valor medio de la constante de red a de:

$a = (314.22 \pm 0.58) \text{ pm}$; $\Delta(a)/a < 0.2\%$ (valor bibliográfico: $a = 314,05 \text{ pm}$).

Una red bcc debe contener 2 átomos por celda unidad.

A partir del valor medio de a determinado experimentalmente y de los valores conocidos de Mo ($\rho = 10.2 \text{ g/cm}^3$ y $m_A = 95.94 \text{ g}$), se deduce de la ecuación (9) que $n = 1.99 \approx 2$ es decir, que la célula unitaria de Mo contiene realmente 2 átomos.

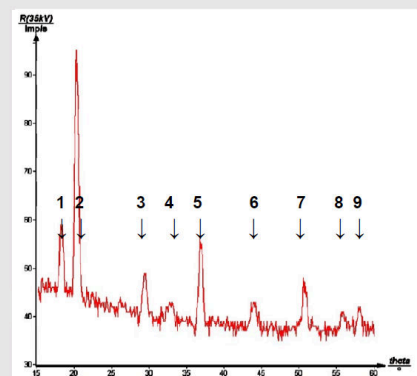


Fig. 9: Bragg Cu – K_α y Cu – K_β líneas de Mo.

Examen de las redes bcc (2/2)

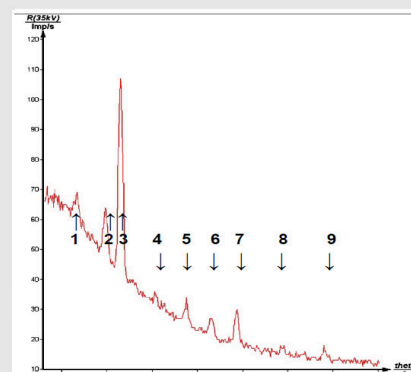
A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
hkl	$\frac{h^2+k^2}{+l^2}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$	Reflex no.	$\vartheta/^\circ$	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$	d/pm	a/pm
110 (β)	2			1	18,33	0,31449	0,09890		221,34	313,03
110	2	1		2	20,33	0,34743	0,12071	1	221,89	313,78
200	4	2	1	3	29,41	0,49106	0,24114	1,99	156,99	313,98
211 (β)	6			4	32,87	0,54273	0,29456		128,26	314,17
211	6	3	1,67	5	36,89	0,60029	0,36034	2,99	128,42	314,57
220	8	4	2	6	43,95	0,69403	0,48168	3,99	110,08	314,17
310	10	5	2,67	7	50,79	0,77483	0,60037	4,97	99,49	314,62
222	12	6	3,33	9	58,05	0,84851	0,71997	5,96	90,85	314,73
321 (β)	14			8	55,80	0,82708	0,68406		84,16	314,91

Tabla 5: Evaluación de la K_α y K_β -Líneas Debye-Scherrer de Mo.

Examen de las redes cúbicas simples (pc) (1/4)

La Fig. 10 muestra el espectro de Debye-Scherrer del cloruro de amonio (NH_4Cl), cuya evaluación figura en el tabla 6.

Línea 2 del espectro en $\theta = 14.83^\circ$ no se tiene en cuenta, ya que el cociente $\sin(\theta)$ del valor de los pares de líneas 3 y 2 es $\sin(16,45^\circ)/\sin(15,83^\circ) = 1,11$. Por lo tanto, la línea 2 debe asignarse al K_β (véase la ecuación (9)).

Fig. 10: Bragg Cu – K_α y Cu – K_β líneas de NH_4Cl .

Examen de las redes cúbicas simples (pc) (2/4)

El cociente $\sin^2(\theta)$ de los valores de la columna I son siempre aproximadamente pares, por lo que podrían asignarse tanto a los números en negrita de la columna B como a los de la columna C, por lo que aún no es posible hacer una asignación inequívoca a los planos reflejos.

Si la asignación a la columna B fuera correcta, se producirían tripletas mixtas de índice hkl y valores pares (h + k + l). Esto significa que NH_4Cl no tiene una red fcc ni una red bcc, sino que tiene una red cúbica simple (pc) con una constante de red media a (véase la columna K) de $a = (384.5 \pm 1.7)$ pm

Si la asignación a la columna C fuera correcta, sólo se producirían valores pares (h + k + l).

Esto correspondería a una red bcc con una constante de red media a (véase la columna L) de $a^* = (543.7 \pm 2.2)$ pm

Examen de las redes cúbicas simples (pc) (3/4)

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
hkl	$\frac{h^2+k^2+l^2}{k^2+l^2}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$	Reflex no.	$\theta/^\circ$	$\sin\theta$	$\sin^2\theta$	$\frac{\sin^2\theta(n)}{\sin^2\theta(2)}$	d/ pm	a/ pm	a*/ pm
100	1			1	11,61	0,20125	0,04050	1,00	383,0	383,0	
110	2	1		3	16,45	0,28468	0,08105	2,00	270,8	383,0	541,6
111	3	1,5	1	4	20,34	0,34759	0,12082	2,98	221,8	384,1	543,3
200	4	2	1,33	5	23,79	0,40338	0,16272	4,02	191,1	382,2	541,6
210	5	2,5	1,67	6	26,51	0,44635	0,19923	4,92	172,7	386,2	
211	6	3	2	7	29,36	0,49030	0,24039	5,93	157,2	385,1	543,3
220	8	4	2,67	8	34,40	0,56497	0,31919	7,88	136,4	385,9	540,5
221/300	9	4,5	3								
310	10	5	3,33	9	39,06	0,63013	0,39707	9,80	122,3	386,8	546,1
311	11	5,5	3,67								
222	12	6	4								544,6
320	13	6,5	4,33								
321	14	7	4,67								
400	16	8	5,33								545,6
410/322	17	8,5	5,67								
441/330	18	9	6								
331	19	9,5	6,22								
420	20	10	6,67								546,9

Tabla 6:
Evaluación de
la K_α -Líneas
Debye-Scherrer
de NH_4Cl .

Examen de las redes cúbicas simples (pc) (4/4)

La siguiente consideración ayuda a resolver este dilema.

Los siguientes valores se recogen en las tablas para NH_4Cl : $\rho = 1.527 \text{ g/cm}^3$ y $m_A = 53.49 \text{ g}$

Utilizando estos valores y $a = 384,5 \text{ pm}$ en la ecuación (9), $n = 0.977 \approx 1$ es decir, sólo hay una molécula presente en la célula. De acuerdo con esto, NH_4Cl cristaliza cúbico, simple.

Al repetir este mismo procedimiento, pero con $a^* = (543.7 \pm 2.2) \text{ pm}$ entonces se obtiene $n = 2,75$.

El número de $2\frac{3}{4}$ moléculas en una celda unitaria no puede ponerse de acuerdo con una red bcc, ya que ésta sólo contiene 2 átomos o moléculas. De ello se desprende que NH_4Cl forma una red cúbica simple con la constante de red $a = (384.5 \pm 1.7) \text{ pm}$; $\Delta(a)/a \leq 0.5\%$ (Valor bibliográfico: $a = 386,0 \text{ pm}$)