MÉTODO DEL MONOCRISTAL O DE LAUE

1. Introducción

El montaje consiste en una muestra de un monocristal que se mantiene fijo (sin rotar) y en un haz policromático. En este montaje, la radiación es policromática para así asegurar que los planos cristalográficos de interés reflejen efectivamente: con alguna longitud de onda del haz, debería satisfacerse la Ley de Bragg.

El propósito de la técnica es determinar la orientación de la celda de un monocristal. A esto se llama "orientar un monocristal". Aunque esta técnica se podría usar para determinar la estructura cristalina, se prefiere utilizar antes otras técnicas más apropiadas y precisas. De manera que cuando se utiliza la técnica de Laue, la estructura cristalina es normalmente un dato.

Para un primer análisis sencillo muchas veces basta con aprovechar la simetría de la red y la correspondiente simetría de la imagen. A este efecto es importante el concepto de Eje de Zona, que es un eje común a (una dirección contenida en) varios planos cristalinos no paralelos. Por ejemplo, en un cristal cúbico simple, la dirección [100] está en zona con los planos (100) (110) y (010). Se dice que estos últimos planos están en]zona con dicho eje.

Cada punto (mancha) detectada en la imagen plana (película), corresponde cada una a la reflexión de un plano cristalográfico (infinitos planos paralelos e idénticos). Las manchas más intensas corresponden a los planos más densos, esto, a los de índices bajos.

Cuando hay manchas alineadas, ello revela que el haz estaba orientado perpendicularmente al Eje de Zona correspondiente a los planos de esas manchas. Si tal Eje corresponde a una simetría de orden n en rotación, entonces la imagen de difracción (fotografía) debe presentar la misma simetría.

Si el haz no es perfectamente perpendicular a un Eje de Zona, entonces los puntos ya no están alineados según una recta, sino que según una curva. Haciendo unos sencillos cálculos se puede determinar en cuánto hay que girar el monocristal en el portamuestra como para que se cumpla la referida perpendicularidad sobre la pantalla. Determinando bien (indexando con (hkl)) unos 2 o 3 ejes de zona, ya podemos conocer la orientación de la celda; en tal caso podemos encontrar fácilmente cualquier dirección cristalina que nos pueda interesar.

Por otra parte, como hay infinitos familias de planos cristalinos, uno podría pensar que podría haber infinitas reflexiones. Sin embargo aquí se aprovecha que los planos más densos difractan de manera más intensa que los planos menos densos. Nótese que un telescopio, con una película fotográfica de sensibilidad adecuada y con un tiempo de exposición adecuado, podríamos sólo observar las estrellas de primera magnitud (más intensas). Similarmente, en difracción, podríamos limitarnos a trabajar sólo con las reflexiones más intensas. Estas últimas corresponderán a los planos más densos, que son los planos de menores índices del cristal. Recuérdese que el listado de planos de una determinada estructura cristalina (CC, etc.) es conocido. Esos listados son importantes antecedentes a usar para interpretar cualquier diagrama de difracción.

2. La técnica *Adaptado del texto de Robert Reed-Hill, Principios de Metalurgia Física, CECSA, 3ª ed. 1973, México.*

El método de Laue se utiliza para determinar la orientación de la celda de un monocristal de estructura conocida. Para determinar la estructura se prefiere utilizar otra técnica más adecuada para el efecto. En el método de Laue se estudia un cristal con una orientación que es fija (no rota) con respecto a un haz de rayos X policromático (luz blanca, espectro no filtrado).

Hay dos técnicas de Laue básicas, ver Fig. 2.7: en una, se estudian los haces reflejados en direcciones cercanas a las del haz de rayos X incidentes; en la otra, se estudia el haz reflejado que pasa a través del cristal. Claramente el último método no se puede aplicar a cristales de espesor apreciable (1 rnm o más) a causa de la pérdida en intensidad de los rayos X por su absorción en el metal. El método reflectante de Laue es especialmente valioso para determinar la orientación de la red de grandes cristales que son, en consecuencia, opacos a los rayos X.

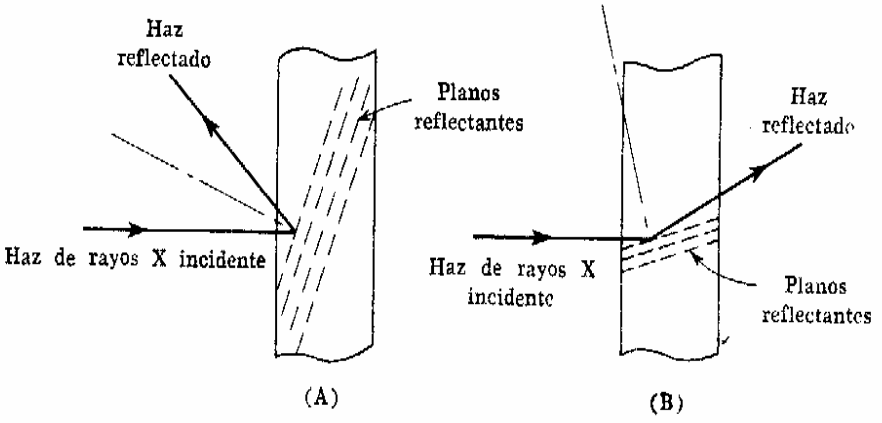

FIG. 2.7. (A) Las fotografías de reflexión de Laue registran las reflexiones desde planos casi perpendiculares al haz de rayos X incidente. (B) Las fotografías de transmisión Laue registran las reflexiones desde planos casi paralelos al haz de rayos X incidente

Muchas propiedades físicas y mecánicas varían con la orientación cristalina (anisotropía), en término de planos y/o direcciones involucradas. El estudio de las propiedades de los cristales requiere del conocimiento de la orientación reticular en los mismos.

La Fig. 2.5 muestra el montaje de una cámara reflectante de Laue típica. Los rayos X procedentes de un tubo de rayos X, se coliman en un haz angosto por un tubo de varios centímetros de largo con un diámetro interior de cerca de 1 mm. El haz de rayos X incide sobre el cristal a la derecha de la figura, donde es difractado como haces reflectados que inciden sobre una película fotográfica. En esta forma, las posiciones de los haces reflectados se registran sobre la película fotográfica como un conjunto de pequeños puntos oscuros.

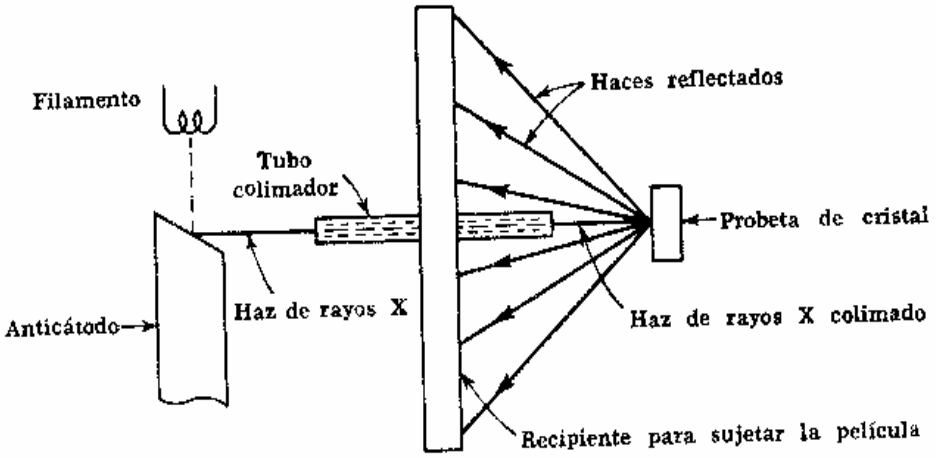

FIG. 2.5. Cámara reflectante de Laue

Una interpretación básica de la imagen se puede hacer, incluso sin ecuaciones, basándose en la **simetría** de la estructura, y en los **planos en zona con un eje.** Por ejemplo, en un cristal hexagonal, hay un eje de simetría de orden 6, ver Fig. 2.6: si el cristal (considerando que sus planos son como espejos) tiene simetría de orden 6 según ese eje, su imagen también presentará dicha simetría. En un cristal cúbico hay ejes de simetría en rotación de orden 2, 3 y 4. Un eje de zona relevante es un eje (dirección) de bajos índices que esté contenido por muchos planos de bajos índices. Es como el eje de una puerta a la cual hay adosada un espejo. Las distintas posiciones de ese espejo son planos que están en zona con el eje de la puerta. Si la puerta es iluminada en distintas posiciones desde una linterna fija, los haces reflejados describirán una curva sobre un telón que esté adosado a un muro. Si el haz es perpendicular al haz, sobre el telón los puntos de la imagen estarán sobre una recta. Si no existe tal perpendicularidad, los puntos estarán sobre una curva.

La Fig. 2.6A muestra la imagen de difracción de un cristal de Mn (HC) orientado para que el haz de rayos X incidente sea perpendicular al plano basal del cristal. Cada punto (mancha) corresponde a una reflexión desde un plano cristalográfico de bajos índices, y la simetría séxtuple de la red reticular, cuando se mira en dirección perpendicular al plano basal, es evidente. En esta figura hay 6 líneas de puntos; cada línea corresponde a varios planos en zona con un mismo eje. Se trata de los ejes que constituyen el hexágono sobre un plano basal. Si se gira ese cristal en una dirección que lo aleje de la configuración de la Fig. 2.6A, cambia el ordenamiento de los puntos (ver Fig. 2.6B); no obstante, todavía se observa la orientación cristalina en el espacio. Nótese que las 6 rectas de la Fig. 2.6A, que pasan por el centro de la película, se han transformado en 6 curvas que ya no pasan por el centro de la película. Así, la orientación del cristal se puede determinar en términos de diagramas de Laue.

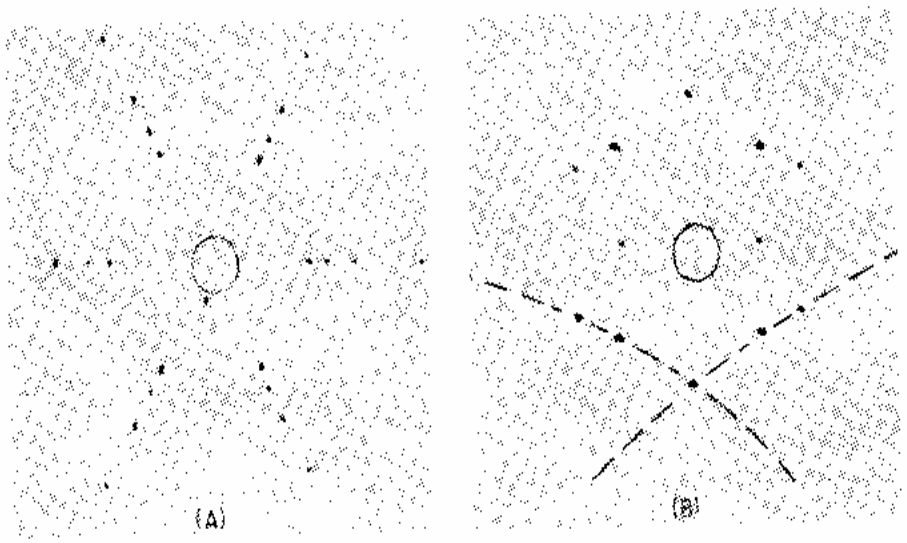

FIG. 2.6. Fotografías reflectadas de Laue. (A) Fotografía con el haz de rayos X perpendicular al plano basal (0001). (B) Fotografía con el haz de rayos X perpendicular a un plano del prisma $(11\bar{2}0)$. Las líneas de trazos sobre la fotografía se han dibujado para mostrar que las manchas reflectadas quedan sobre hipérbolas

Los diagramas de Laue de transmisión pueden obtenerse con una disposición similar a las configuraciones reflectadas, pero la película se coloca después de la muestra, al lado opuesto del tubo de rayos X. Mientras que en la técnica reflectante el haz refleja desde planos casi perpendiculares al haz, la técnica de la transmisión registra las reflexiones desde planos casi paralelos al haz, ver Fig. 2.7. Las fotografías de transmisión Laue, como las fotografías reflectadas, consisten de formaciones de manchas. Sin embargo, las disposiciones de las manchas difieren en los dos métodos: las imágenes de transmisión tienen las manchas en zona dispuestas de ordinario sobre elipses, las reflectadas, sobre hipérbolas (véase la Fig. 2.6B).