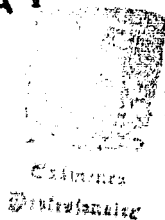


**UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA**

Incorporada a la U. N. A. M.

Escuela de Ciencias Químicas

**ESTUDIO POR DIFRACCION DE RAYOS -X  
DE LA MEXICANINA I**



**TESIS PROFESIONAL**

---

REBECA

ROMO

RUIZ

México, D. F.

1964



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA**

Incorporada a la U. N. A. M.

Escuela de Ciencias Químicas

**ESTUDIO POR DIFRACCION DE RAYOS -X  
DE LA MEXICANINA I**

**T E S I S**

Que para obtener el título de:

**Q U I M I C O**

p r e s e n t a:

REBECA

ROMO

RUIZ

México, D. F.

1964

*A mis padres*

*Agradezco al Instituto de Física las facilidades  
brindadas para la realización de este trabajo*

*Mi agradecimiento al  
Físico Octavio Cano Corona  
por su valiosa ayuda*

## I N D I C E

- CAPITULO I .- INTRODUCCION.
- CAPITULO II .- ANTECEDENTES-GENERALIDADES.  
a).- Estado cristalino de la materia.  
b).- Rayos-X.  
c).- Difracción de Rayos-X por cristales.
- CAPITULO III .- METODOS DE DIFRACCION.  
a).- De oscilación.  
b).- Weissenberg.  
c).- De polvo.
- CAPITULO IV .- ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA MEXICANINA I.
- CAPITULO V .- CONCLUSIONES.
- CAPITULO VI .- BIBLIOGRAFIA.

## CAPITULO I

### INTRODUCCION

La cristalografía tiene como origen en la mineralogía. Fué desarrollada en alto grado durante el siglo pasado casi exclusivamente por los mineralogistas. Entre ellos destaca el mineralogista Rene - Just Huy quién en 1874 explicó las leyes que rigen la forma cristalina en términos de unidades de estructura que le llamó "moléculas - integrantes". Al hacerlo revivió la teoría de la estructura cristalina; así también la comprobación experimental de la teoría de la estructura se deba al investigador Max von Laue, quien en 1912 después de reflexionar sobre los resultados, por una parte sobre las distancias interatómicas en los cristales y por otra sobre las magnitudes de las longitudes de onda de los rayos-X, llegó a la conclusión de que los rayos-X deberían ser difractados por la carga electrónica de los átomos en los cristales; de la misma manera que un rayado óptico difracta la luz visible. Von Laue propuso a Friedrich y a Knipping la realización de un experimento, que coronado el éxito, demostró que efectivamente los cristales son distribuciones periódicas tridimensionales de átomos. El abordamiento de Von Laue de la difracción fué correcto y elegante aunque difícil de comprender por los mineralogistas, quienes como ya se dijo arriba, eran los cristu-

lógrafos más sofisticados. Esto naturalmente representó un gran tropiezo para el desarrollo de las ideas sobre la difracción.

W. L. Bragg, eliminó el obstáculo porque redujo la teoría de la difracción a la sencilla idea: "los rayos-X se reflejan en los planos de la red obedeciendo la ley de Bragg". Con esta idea comprensible para la mayoría, pudo la difracción de los rayos-X aplicarse a la determinación de la estructura cristalina. Bragg mismo demostró que la estructura del sulfuro de zinc es cúbica en las caras. Sin embargo las primeras estructuras que se hicieron completas fueron las del cloruro de potasio y cloruro de sodio.

Actualmente casi la totalidad de las especies mineralógicas y compuestos químicos que dan lugar a cristales bien formados, han sido estudiados. El análisis de los cristales orgánicos, comenzó con la comparación del naftaleno y el naftaceno y posteriormente se llegaron a establecer reglas para la interpretación de estructuras moleculares complicadas, el estudio de largas cadenas fué abordado por Muller y Shearer, el primer análisis de la urea se debe a Wyckoff, el primer trabajo de la estructura de la celulosa fué hecho en 1920 por Herzog, Sanoke y Polany. En la actualidad se conocen ya las estructuras de los derivados de la benzil penicilina, colesterol, zucrosa, calciferol, estrignina, lamblaterol, vitamina B<sub>12</sub>.

La importancia de los resultados de la cristalografía reside en el impacto que han tenido sobre las ideas de la química principalmente en la teoría, por una parte en la aplicación de las ligaduras y las valencias y por la otra en la teoría del estado sólido, en la metalurgia y en la bioquímica. El problema central del análisis de los rayos-X es la determinación de las posiciones de los átomos en los cristales. El desarrollo de nuevos métodos de análisis de rayos

El presente trabajo permite resolver las estructuras de las moléculas que son muy complejas y que por métodos químicos no han sido determinados.

En el presente trabajo se hace un estudio por métodos de difracción de rayos-X de algunos cristales de Mexicanina I, proporcionados por el Dr. J. Razo del Instituto de Química.

La Mexicanina I ha sido obtenida de una planta llamada *Helenium Mexicanum*, este recibe varios nombres regionales vulgares como: hierba de las ánimas, rosilla de Puebla, cabezona, manzanilla montés. Esta planta vegeta en el Valle de México, Michoacán, Oaxaca, Guanajuato Jalisco, Puebla, etc., es una planta cuya altura oscila entre metro y medio, su tallo es erguido, ramoso alado y tiene hojas alternas lineares de 4 a 6 mm de ancho, salpicadas de puntos dorados, sus flores son de color amarillo, esta planta generalmente florece en los meses de agosto y noviembre.

La composición química de esta planta determinada por el Prof. P. A. Carrillo, es aceite esencial 0.47; resina 0.50; materia grasa - 8.10; materia colorante 0.33; alcaloides 0.60. La resina y el alcaloide son las sustancias más importantes, el alcaloide privado de resina tiene una acción marcada sobre el sistema neuro muscular, y se ha usado como estornutatorio.

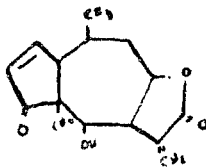
En el Instituto de Química se estudió la planta *Helenium Mexicanum* procedente del Valle de México y se aisló de ella helenulina, además una serie de lactonas llamadas Mexicaninas A, B, C, D, E, F, G y H. Posteriormente en el mismo Instituto una planta procedente de Nochistlán en el estado de Oaxaca, fué clasificada botánicamente como *Helenium Mexicanum*, esta planta vulgarmente llamada cabezona parece de un tipo diferente de la que se colectó en el Valle de México, donde se conoce como "chupuz", no obstante el Dr. Faustino Miranda (Instituto



de Biología) clasificó a la cabazona como autentico *helenium mexicanum*. El Dr. Ernesto Domínguez, estudió la planta y encontró que contenía una abundante cantidad de helenalina, pero en cambio no contenía las mexicaninas mencionadas, sin embargo en posteriores cristalizaciones y cromatografiadas, se encontró otro componente, al que se le llamó mexicanina I.

La mexicanina I así como la Helenalina y las mexicaninas A, B, D, y H pertenecen al grupo de las lactonas de un esqueleto de 15 átomos de carbono. Las mexicaninas C y E, tienen un esqueleto de 17 átomos de carbono.

El Dr. Ernesto Domínguez estableció la estructura de la mexicanina I. Esta es un estereoisómero de la helenalina y está relacionada con la tenalina, cuya configuración fué determinada por el Dr. Rogers y Mashars-ul-Haque, esto permitió asignar la configuración espacial de la mexicanina como:



La mexicanina I es una substancia cristalina de fórmula empírica  $C_{15}H_{18}O_4$ .

Los resultados obtenidos de los métodos mencionados se exponen posteriormente.

## C A P I T U L O    I X

### ANTECEDENTES-GENERALIDADES

#### a) Estado cristalino de la materia.

Definición de cristal.- Un cristal es la forma poliédrica regular limitada por superficies planas, adquirida por un compuesto químico, bajo la acción de las fuerzas interatómicas, cuando pasa en condiciones apropiadas, del estado líquido al sólido.

Esta definición puede considerarse como introductoria, porque la característica principal de un cristal, es el arreglo periódico tridimensional de sus átomos. El cristal imaginado en la escala de las dimensiones atómicas podría pensarse como un espacio que aloja idénticas racimas de átomos, los que se repiten en tres direcciones; de la misma manera que un motivo, tal como un ramo de flores, se reproduce en un papel tapiz.

Para introducir la idea de la red del cristal, supongamos que la Fig. 1, representa la red de un cristal, en la que el motivo es  $\circ^{\circ}$ , el que repetido en tres direcciones, dará lugar a la red cristalina. La Fig. 1, representa solo un plano de dicha red.

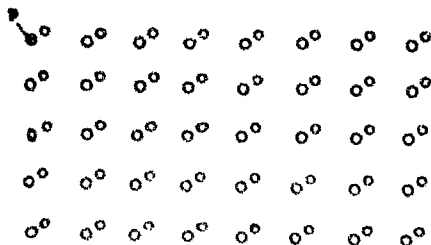


Fig. 1 Red cristalina

Imaginemos marcado sobre cada uno de los motivos el mismo punto P, que aparece sobre uno de ellos, estos puntos constituyen un conjunto de puntos equivalentes de la red cristalina, porque cada uno de ellos tienen el mismo entorno.

Consideremos ahora, sólo el conjunto de puntos equivalentes que aparece ilustrado en la Fig. 2, a este conjunto de puntos se le llama red.

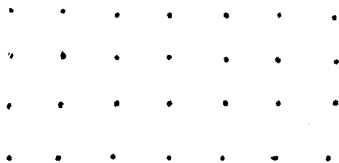


Fig. 2 Red.

La red contiene la información sobre la periodicidad de la estructura cristalina en tres dimensiones del espacio. Uno puede generar la estructura cristalina, si se conocen, el motivo y la red.

Los métodos de difracción de rayos-X, dan procedimientos para encontrar la red correspondiente a un cristal. La determinación del motivo atómico sin embargo no siempre es posible, de donde resulta que no siempre puede encontrarse la estructura cristalina de un sólido. En éste trabajo nos proponemos encontrar información sobre la red de la Mexicanina I.

Consideremos la Fig. 1 en la que se han trazado conjuntos de

líneas paralelas, las que en tres dimensiones, representarán familias de planos paralelos. Las direcciones correspondientes a éstas familias de planos son muy importantes, porque las caras naturales de un cristal, o las que se obtienen por fractura del mismo, son paralelas a dichas familias de planos.

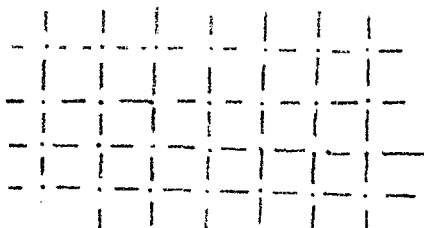


Fig. 3.

Dado que aquí se han explicado dos conceptos de cristal, llamaremos cristal macroscópico al que pueden verse a simple vista o bien a través de un microscópico y un cristal submicroscópico al que imaginamos como una distribución periódica tridimensional de átomos.

Celda Elemental.- Consideremos la red de un cristal cualquiera y escojamos un punto de ella como origen. Tomemos en seguida tres puntos de la red, cuyas distancias al punto escogido como origen son las menores. Designemos como vectores  $\vec{a}_1$ ,  $\vec{a}_2$ ,  $\vec{a}_3$ , los vectores que conectan al origen con los puntos seleccionados de manera que  $|\vec{a}_1| \leq |\vec{a}_2| \leq |\vec{a}_3|$ .

La celda elemental se va a definir como aquel volúmen mínimo del cristal, que puede generarlo, cuando a dicho volúmen se aplican traslaciones de la forma  $L_1\vec{a}_1 + L_2\vec{a}_2 + L_3\vec{a}_3 = \sum L_i\vec{a}_i$ ; en donde  $i = 1, 2, 3$ , etc., y  $L_1$ ,  $L_2$ ,  $L_3$ , son números enteros. La posición de un punto dentro del cristal, referido a un sistema de referencia definido por el conjunto de los vectores  $\vec{a}_1$ ,  $\vec{a}_2$ ,  $\vec{a}_3$ , se expresa-

rá como  $\vec{r} = x \vec{a}_1 + y \vec{a}_2$ .

La celda elemental es el conjunto de puntos  $r$  tales que  $0 \leq x, y \leq 1$ .

Indices de Miller.- Consideremos un cristal macroscópico y escojamos tres aristas del mismo, no coplanaras, como un sistema de ejes cartesianos. Designemos a estos ejes como  $X_1, X_2, X_3$ ; para definir las unidades de longitud a lo largo de ellos, seleccionaremos una cara del cristal que corte a las tres aristas escogidas; las unidades de distancia de esta cara con los ejes respectivos serán definidas como las longitudes  $OX_{01} = \vec{a}_1, OX_{02} = \vec{a}_2, OX_{03} = \vec{a}_3$ , véase la fig. 4.

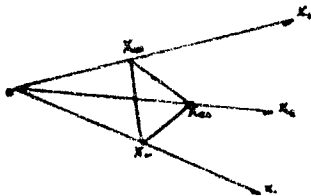


Fig. 4.

Consideremos otra cara del cristal, sea de la cara C del cristal véase la Fig. 5. Los puntos de intersección de la cara C con los ejes se expresarán como:  $X_{11}, X_{12}, X_{13}$ .

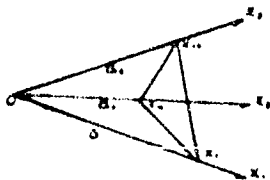


Fig. 5.

Ahora consideremos los recíprocos,  $1/X_{11}$ ,  $1/X_{12}$ ,  $1/X_{13}$ . Los índices de Miller se definen como los tres enteros primos entre sí, - que son proporcionales a estos recíprocos y se representan así (hkl).

Si uno supone que las caras del cristal macroscópico son paralelas a planos de la red, resulta que  $X_{11}$ ,  $X_{12}$ ,  $X_{13}$ , son números racionales y consecuentemente siempre existen tres números enteros proporcionales a los recíprocos. En la práctica cuando se escoge el sistema de referencia como se ha explicado arriba, los índices de Miller resultan pequeños menores que 7.

Se entiende por sistema al cual pertenece un cristal, aquel sistema de referencia en el cual los índices de Miller de sus caras a sumen su más simple expresión.

Los sistemas cristalinos son:

Sistema Isométrico.- Incluye todas las formas que pueden ser referidas a tres ejes de igual longitud y ángulos rectos uno de otro, uno en posición vertical y los otros dos en un plano horizontal, véase Fig. 6.

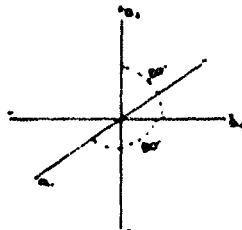


Fig. 6.

Sistema tetragonal.- Incluye todas las formas que pueden refe-

rirse a tres ejes a ángulos rectos, dos de ellos de igual longitud y el eje vertical más corto o más largo que los otros dos que se designa como C, véase la Fig. 7

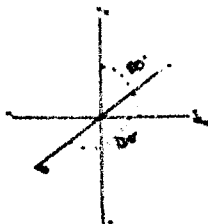


Fig. 7.

Sistema Exagonal.- Comprende a todas las formas que pueden referirse a cuatro ejes horizontales iguales en un mismo plano, los cuales se intersectan a ángulos de  $60^\circ$  y uno vertical en ángulo recto con los anteriores, véase la Fig. 8.

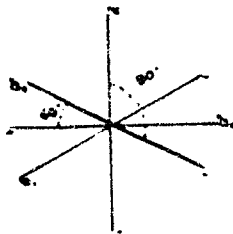


Fig. 8.

Sistema Ortorrómbico.- Encierra todas las formas que puedan ser referidas a tres ejes formando ángulos rectos, todos de diferente longitud. Cualquiera puede tomarse como el eje vertical C y el mayor de los restantes se designa por b, véase la Fig. 9

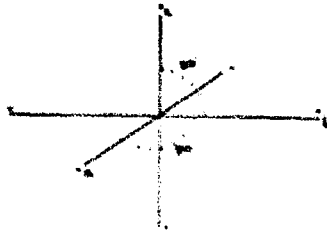


Fig. 9.

Sistema monoclinico.- Incluye a todas las formas que pueden ser referidas a tres ejes desiguales, teniendo uno de ellos una inclinación oblicua, denominado como eje a al vertical como eje c ; el ángulo entre los ejes a y c es representado como  $\rho$  , los ángulos entre los ejes a y b y entre b y c son ángulos rectos, véase la fig. 10.

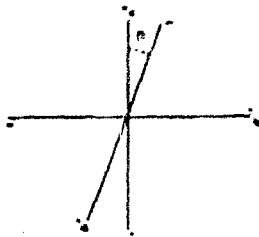


Fig. 10.

Sistema triclínico.- Comprende a todas las formas que pueden ser referidas a tres ejes desiguales en longitud, todos ellos con intersecciones oblicuas, al eje vertical se le denomina por c, al que se encuentra al frente se designa como eje b; al ángulo que forman los ejes a y b es denominado como  $\gamma$  , al ángulo entre los ejes c y b como  $\alpha$  y entre los ejes a y c como  $\beta$  ; véase la Fig. 11.



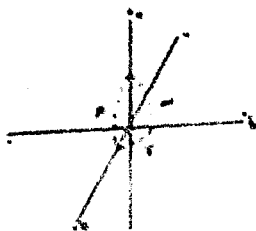


Fig. 11.

Las propiedades físicas que se miden a lo largo de diferentes direcciones de un cristal resultan en general diferentes. En ésta la propiedad de anisotropía en los cristales; ella se explica fácilmente, a partir del concepto de cristal, tomado como una distribución periódica tridimensional de átomos y es razonable esperar que las propiedades van a depender de la distribución de la materia en el cristal, la que será diferente en diferentes direcciones.

Para un grupo numeroso de cristales, la determinación de una propiedad física, puede ser la misma en dos o más direcciones diferentes; se dice entonces que dicho cristal tiene simetría.

Las propiedades de simetría más evidentes de los cristales, se manifiestan a través de su forma externa; es decir, por sus caras. Puesto que todos los cristales de una especie química determinada, tienen la misma red cristalina y consecuentemente la misma red, los ángulos entre las caras de todos los cristales tendrán valores determinados. Esta es la razón, por la que las simetrías macroscópicas de los cristales se estudian con base en las simetrías de las normales de sus caras.

El estudio de las simetrías de los cristales macroscópicos, da

origen a la clasificación de ellos en 32 clases. Trataremos de explicar el concepto de clase.

Se dice que un cristal pertenece a una clase específica cuando el conjunto de sus normales posee ciertas simetrías determinadas.

Para aclarar este último punto, consideremos un cristal con simetrías, al que imaginamos en el centro de una esfera, cuyo radio es grande comparado con las dimensiones del cristal. Imaginemos trazadas las normales de todas las caras de dicho cristal y consideremos los puntos en los cuales, dichas normales intersectan a la esfera. Sigamos imaginando y superpongamos en la primera esfera otro cascarón esférico, de espesor despreciable que la cubre totalmente, sobre éste último, copiemos los puntos de intersección de las normales. Estudie mos cuidadosamente el conjunto de dichos puntos y sea que nos planteemos la siguiente pregunta. Mediante que transformaciones aplicadas al conjunto de puntos se le puede hacer coincidir con el mismo

La respuesta es que dichas transformaciones son de dos categorías.

La primera consiste, en transformaciones de rotación sobre ejes de la esfera por ángulos de giro de  $60^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $120^\circ$ ,  $180^\circ$ . La simetría que consiste en girar la esfera sobre un ángulo de  $0^\circ$  es la transformación de identidad de los puntos. Se designa por 1, la transformación idéntica; por 2, la rotación de  $180^\circ$ ; por 3, la de  $120^\circ$ ; por 4 la de  $90^\circ$  y por 6 la de  $60^\circ$ .

La segunda clase de transformaciones se obtiene de combinación de rotaciones por los ángulos indicados, con reflexiones respecto del centro.

Se llama reflexión respecto del centro, a la transformación de

los puntos en otros, cada uno de estos se obtiene tratando a partir de uno de los primeros, una recta que pasa por el centro. Si consideramos en el centro de la esfera un sistema de ejes cartesianos ortogonales, el punto  $P(x, y, z)$  bajo la operación de reflexión sobre el centro se transformará en  $P'(-x, -y, -z)$ .

Si el conjunto de puntos considerados sobre la esfera, es invariante frente a la transformación de reflexión respecto al centro, se dice que el conjunto de puntos y el cristal tienen un centro de simetría.

La operación de reflexión de los puntos respecto del origen, se llama por lo tanto transformación respecto del centro de simetría.

La notación correspondiente a éste segundo conjunto de transformaciones es:  $T, \bar{X}, Y, \bar{Z}, \bar{E}$ .

La simetría  $T$ , representa la operación de un centro de simetría. La simetría  $\bar{X}$ , que es como se dijo, un giro sobre un eje de la esfera por  $180^\circ$ , seguido de una reflexión de los puntos sobre el origen, representa la misma operación que un plano de reflexión, que es normal al eje de la esfera. Para demostrar esto, asociamos nuestro sistema de coordenadas cartesianas, de manera que el eje de rotación por  $180^\circ$ , coincida con el eje  $Z$  y apliquemos dicha transformación al punto  $P$  de coordenadas  $(X, Y, Z)$ , y obtendremos el punto  $P'(-X, -Y, -Z)$  en seguida reflexionamos sobre el centro y  $P'$  se transformará en  $P''(X, Y, Z)$ . Considerese ahora la transformación que pasa al punto  $P$  en  $P''$ ; se ve que es un plano de simetría, en este caso el plano  $XY$ , que por construcción es perpendicular al eje  $Z$ . La simetría  $\bar{Y}$ , representa un giro de  $180^\circ$ , seguido de una reflexión respecto del origen. La simetría  $\bar{Z}$ , representa un giro de  $90^\circ$ , seguido de una reflexión de los puntos sobre el origen y final-

mente la simetría 6, representa un giro de  $60^\circ$  seguido de una reflexión sobre el origen.

En resumen las simetrías que tienen el conjunto de puntos de intersección sobre la esfera pueden ser, una simetría o varias de ellas combinadas.

La teoría matemática de los grupos cristalográficos demuestra que las simetrías de todos los conjuntos de puntos indicados, están constituidos de 32 y solo 32 combinaciones diferentes de las 10 simetrías arriba anotadas.

La limitación de los conjuntos posibles, proviene de consideraciones de compatibilidad entre los posibles ejes de rotación; los ángulos entre ellos, etc. A cada una de éstas 32 combinaciones de simetrías se le llama grupo puntual. Cada uno de estos determina una clase, así decimos, que un cristal pertenece a una clase dada, cuando el conjunto de puntos de intersección tiene las simetrías del grupo puntual correspondiente.

Lo que se ha dicho hasta aquí, concierne a la teoría del cristal macroscópico, las simetrías de la red cristalina son más complejas, su teoría, o sea la de los grupos cristalográficos, trata de deducir todas las simetrías bajo las cuales la red cristalina se transforma en ella misma. Además de las simetrías arriba anotadas, dicha teoría incluye traslaciones por longitudes del orden de las dimensiones de los átomos, ejes de rotación por los mismos ángulos ya señalados, combinados con traslaciones a lo largo de dichos ejes y planos de reflexión combinados con traslaciones paralelas a los planos.

La teoría de los grupos, demuestra que existen 230 combinaciones diferentes de simetría, que transforman a la red cristalina en ella misma. Cada una de dichas combinaciones se le llama grupo espá-

cial.

Cuando se trata de determinar la estructura cristalina de un sólido, el conocimiento del grupo espacial de su red cristalina, es un elemento indispensable para la solución del problema.

b) Rayos X.

Para los fines del presente trabajo los rayos-X se supondrán, - estar constituidos por ondas electromagnéticas, las que se forman por dos campos que vibran sinusoidalmente en dos planos perpendiculares - (en el vacío), uno de ellos es un campo eléctrico, véase la Fig. 12, caracterizado por el vector

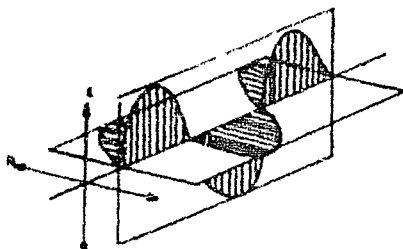


Fig. 12

de intensidad eléctrica E y el otro por un campo magnético señalado por el vector de intensidad magnética H. Las longitudes de onda de los rayos-X están comprendidas entre  $10^{-3}$  cm. y  $10^{-10}$  cm.

Los generadores de rayos-X, consisten de dos partes principales: Fuente de alto voltaje y tubo de rayos-X.

Este último es una ampolla de vidrio al alto vacío, que consta de tres elementos: cátodo, filamento y anticátodo ó placa, véase la =

Fig. 13.

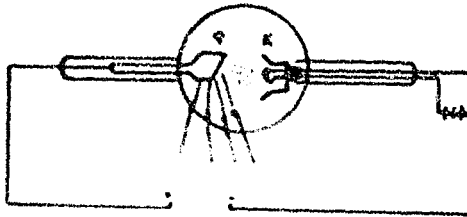


Fig. 13.

Los rayos X se producen cuando los electrones acelerados chocan contra una placa de un material determinado, en este caso de cobre.

En el filamento del tubo se producen electrones por efecto termiónico, cuando por él se hace circular una corriente eléctrica. La fuente de alto voltaje, establece el cátodo K y la placa P un intenso campo eléctrico el que al actuar sobre los electrones, los acelera y los precipita contra la placa, en donde se producen los rayos-X.

La Fig. 14 ilustra la radiación de un tubo de anticátodo de cobre, que es usado en los trabajos de difracción, la cual tiene lugar cuando la diferencia de potencial entre el cátodo y la placa es de 20 volts. Los picos constituyen líneas características del cobre  $K_{\alpha}$  y  $K_{\beta}$ .

Para los estudios de difracción es deseable tener, un haz de rayos-X monocromático, es decir, constituido de una estrecha banda de longitudes de onda, esto se logra filtrando la radiación del tubo a través de una delgada lámina de níquel, que absorbe energéticamente la línea  $K_{\beta}$ .

El generador de rayos-X tiene dos controles; a saber, el kilovoltaje, que es la diferencia de potencial aplicada entre el cátodo -

y el anticátodo de rayos-X y el miliamperaje que se refiere a la intensidad de la corriente que circula a través del tubo de rayos-X.

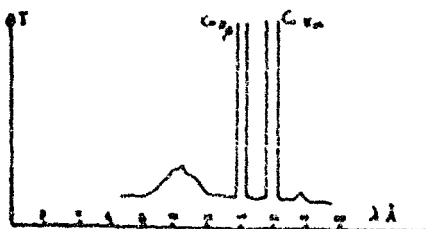


Fig. 14

El kilovoltaje da la dureza o penetración de los rayos-X mientras que el miliamperaje regula la intensidad de los mismos.

c) Difracción de rayos-X por cristales.

Consideremos la hilera de puntos de la red de un cristal y suponemos que en cada punto de la misma hay un electrón elásticamente ligado a él (piénsese si el electrón estuviese atado al punto mediante un resortito). Imaginemos un haz de rayos-X monocromático, incidente sobre el cristal en la dirección normal a la hilera de puntos de la Fig. 15. Los rayos-X al interaccionar sobre los electrones, los ponen a vibrar a su misma frecuencia. Puesto que la magnitud del vector de la intensidad eléctrica es la fuerza por unidad de carga que se ejerce sobre el electrón ( $E = \frac{f}{q}$ ) donde  $f$  es la fuerza y  $q$  la carga del electrón, este oscilará al compás del campo eléctrico.



Fig. 15.

De acuerdo con la teoría electromagnética, siempre que una carga eléctrica se mueve con un movimiento vibratorio ésta transmite ondas electromagnéticas de la misma frecuencia de su movimiento, en consecuencia los electrones asociados a cada punto de la figura, emitirán rayos-X de la misma frecuencia de los incidentes, en todas las direcciones del espacio excepto en la dirección en que se realice el movimiento oscilatorio.

Ahora se plantea la cuestión siguiente: habrá algunas direcciones en las cuales los efectos de las ondas emitidas por los electrones en movimiento, sumen sus efectos la respuesta es sí. En seguida se calculan esas direcciones.

Por construcción en la Fig. 15 se ve, que el ángulo  $C$ , es de  $90^\circ$  que cuando  $\overline{BC}$  es igual a  $n\lambda$  las ondas emitidas por los puntos  $A$  y  $B$  respectivamente están en fase y suman sus efectos. En la misma Fig. 15 se ve que  $\overline{BC} = a \sin \phi$  por lo tanto se tiene que  $a \sin \phi = n\lambda$  y es la condición para que las ondas radiadas por todos los electrones en todos los puntos de la hilera sumen sus efectos.

Consideremos ahora la red completa del cristal, que está formada por un conjunto de hileras paralelas de puntos, a los que pensamos asociado un electrón. La condición encontrada, sigue valiendo para todas las hileras y se tendrá en la dirección del ángulo  $\phi$ , un haz de rayos-X difractado. Esto explica el hecho experimental siguiente: cuando se hace incidir un haz de rayos-X en la dirección normal a un eje del cristal, aparte del haz directo que lo atraviesa, se obtienen otros haces que forman diversos ángulos  $\phi$  en la dirección del haz incidente, véase la Fig. 16



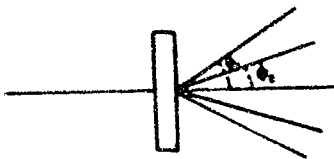


Fig. 16.

Para mayor generalidad consideremos ahora que el haz de rayos  $X$  incide sobre la hilera de puntos de la red, en la dirección que forma un ángulo  $\alpha$ , con dicha hilera. La dirección de incidencia se caracterizará mediante el vector  $\vec{k}_0$  con magnitud  $|\vec{k}_0| = \frac{1}{\lambda}$ , véase la Fig. 17. Los puntos  $P$  y  $Q$  representan dos puntos de la hilera, en cada uno de ellos se considera un electrón elásticamente ligado.

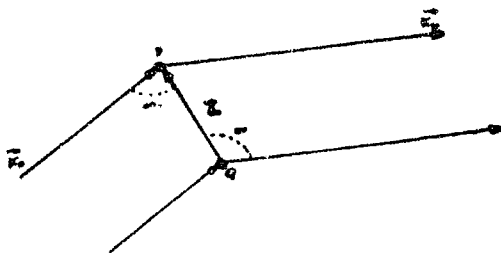


Fig. 17.

$P$ , se tomó como el origen del vector  $\vec{a}_1$ , que tiene su terminal en el punto  $Q$ . Sea el vector  $\vec{k}_H$  con  $|\vec{k}_H| = \frac{1}{\lambda}$ , la dirección en la cual las ondas emitidas por los electrones en los puntos  $P$  y  $Q$  van en fase. La condición para que haya un haz difractado en la dirección del vector  $\vec{k}_H$ , es  $\vec{k}_H \cdot \vec{a}_1 = \vec{k}_0 \cdot \vec{a}_1 = h_1$  en donde  $h_1$  es un número entero.

El razonamiento demuestra que en la dirección  $\vec{k}_H$  existe un haz difractado por los electrones en los puntos  $P$  y  $Q$ . Si se satis

face para P y Q se satisfará para todos los puntos de la hilera, - porque valdrá para Q y el punto próximo, par éste y el que sigue y así sucesivamente.

Si ahora se considera un plano de la red caracterizado por los vectores  $\vec{a}_1$  y  $\vec{a}_2$ , la condición para la existencia de una dirección en el que las ondas dispersadas por los átomos en los puntos de la misma, explicará la realización simultánea de las condiciones (1) y (2) en donde  $h_1$  y  $h_2$  son números enteros.

$$\vec{K}_H \cdot \vec{a}_1 - \vec{K}_O \cdot \vec{a}_1 = h_1 \quad (1)$$

$$\vec{K}_H \cdot \vec{a}_2 - \vec{K}_O \cdot \vec{a}_2 = h_2 \quad (2)$$

Finalmente cuando se consideran los puntos de la red cuyos vectores básicos son  $\vec{a}_1$ ,  $\vec{a}_2$ ,  $\vec{a}_3$  con sus respectivos electrones, la condición que ha de satisfacer la dirección del haz difractado  $\vec{K}_H$  es la siguiente,

$$\vec{K}_H \cdot \vec{a}_1 - \vec{K}_O \cdot \vec{a}_1 = h_1$$

$$\vec{K}_H \cdot \vec{a}_2 - \vec{K}_O \cdot \vec{a}_2 = h_2 \quad R$$

$$\vec{K}_H \cdot \vec{a}_3 - \vec{K}_O \cdot \vec{a}_3 = h_3$$

en donde  $h_1$ ,  $h_2$ ,  $h_3$ , son números enteros.

Estas tres ecuaciones constituyen la Ley de Laue.

Sea el conjunto de vectores  $\vec{b}_1$ ,  $\vec{b}_2$ ,  $\vec{b}_3$ , la terna recíproca de los vectores  $\vec{a}_1$ ,  $\vec{a}_2$ ,  $\vec{a}_3$ , es decir:

$$\bar{b}_1 = \frac{\bar{a}_2 \times \bar{a}_3}{(\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3)}$$

$$\bar{b}_2 = \frac{\bar{a}_1 \times \bar{a}_3}{(\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3)}$$

$$\bar{b}_3 = \frac{\bar{a}_1 \times \bar{a}_2}{(\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3)}$$

Las relaciones  $R$  pueden escribirse:

$$\bar{a}_1 \cdot (\bar{K}_H - \bar{K}_0) = h_1$$

$$\bar{a}_2 \cdot (\bar{K}_H - \bar{K}_0) = h_2$$

$$\bar{a}_3 \cdot (\bar{K}_H - \bar{K}_0) = h_3$$

Estas tres ecuaciones son equivalentes a la relación

$$\bar{K}_H - \bar{K}_0 = \bar{B}_H \text{ en donde } \bar{B}_H = h_1 \bar{b}_1 + h_2 \bar{b}_2 + h_3 \bar{b}_3$$

La red cuyos puntos expresados mediante la ecuación  $\bar{B}_H = h_1 \bar{b}_1 + h_2 \bar{b}_2 + h_3 \bar{b}_3$ , se designa como la red recíproca del cristal, en donde  $h_1, h_2, h_3$ , son números enteros.

El vector  $\bar{B}_H$  es perpendicular al plano cuyos índices de Miller son  $h_1, h_2, h_3$  y similarmente el vector  $A_L = l_1 \bar{a}_1 + l_2 \bar{a}_2 + l_3 \bar{a}_3$ , es normal a un plano de la red recíproca.

Por otra parte la distancia interplanar  $d_H$  de la familia de planos de la red cuyo vector normal es  $\bar{B}_H$  está dada por la expresión  $d_H = \frac{1}{|\bar{B}_H|}$

Ley de Bragg.- W.L. Bragg dió una interpretación muy sencilla para el fenómeno de difracción de los rayos-X por cristales, al suponer que dicha radiación se "refleja" en los planos de la red, obedeciendo la Ley de Bragg a saber:  $n\lambda = 2d \sin \theta$ , en donde  $n$  es un número entero,  $\lambda$  la longitud de onda de los rayos-X,  $d$  el período de translación de la red en la dirección normal al plano,  $\theta$  el ángulo que forma la dirección del haz incidente con dicho plano.

Esta ecuación será derivada de la Ley de Laue.

$$\vec{k}_H - \vec{k}_O = \vec{K}_H \quad (1)$$

Elevamos el cuadrado.

$$\vec{k}_H^2 - \vec{k}_O^2 - 2\vec{k}_H \cdot \vec{k}_O = \vec{K}_H^2 \quad (2)$$

$$|\vec{k}_H| = \frac{1}{\lambda}$$

$$|\vec{k}_H| = |\vec{k}_O| = \frac{1}{\lambda} \quad (3)$$

$$\vec{K}_H = \frac{1}{d_H} = \frac{1}{d_H} \quad (4)$$

$$\vec{k}_O = \vec{k}_H \cos 2\theta \quad (5)$$

$$\sin^2 \theta - \cos^2 \theta = \cos 2\theta$$

$$\sin^2 \theta - \cos^2 \theta = 1$$

$$1 - \cos^2 \theta = 2 \sin^2 \theta \quad (6)$$

Substituímos (3) y (5) en (2)

$$2 \frac{1}{\lambda^2} - \frac{1}{\lambda^2} \cos 2\theta = \vec{K}_H^2$$

$$\frac{1}{\lambda^2} [ 2 - \cos 2\theta ] = \vec{K}_H^2$$

$$\frac{2}{\lambda^2} [1 - \cos \theta] = \frac{2}{\lambda^2} \quad (7)$$

Substituimos (6) en (7)

$$\frac{2}{\lambda^2} [2 \cos^2 \theta] = \frac{2}{\lambda^2}$$

$$\frac{4}{\lambda^2} \cos^2 \theta = \frac{2}{\lambda^2}$$

Sacamos raíz cuadrada

$$\frac{2}{\lambda} \cos \theta = 2 \cos \theta \quad (8)$$

Substituimos (4) en (8)

$$\frac{n}{d} \lambda = 2 \cos \theta$$

$$n \lambda = 2 d \cos \theta$$

Interpretación de la Ley de Laue en la red recíproca.

Consideremos la Fig. 18, los puntos en la misma son puntos de la red recíproca de un cristal, que es irradiado con la radiación monocromática de longitud de onda  $\lambda$ . En la misma Fig., se ha trazado el vector  $\vec{K}_0$  de manera que su punto coincide con uno de los puntos de la red recíproca, el cual tomamos como origen O de la misma red; con centro en el origen de éste vector y con radio igual a su magnitud; es decir  $|\vec{K}_0| = \frac{1}{\lambda}$  se traza una esfera, sea que un punto P de la red recíproca cae sobre dicha esfera.

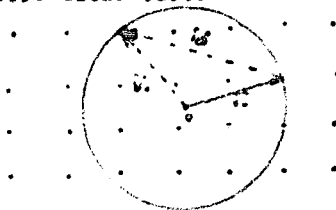


Fig. 18.

Quedarán definidos dos vectores, el que va de O a P que es un vector de la red recíproca y se designa por  $\vec{K}_H$  y el que va del origen de  $\vec{K}_O$  al punto P se denota como  $\vec{K}_H$ .

La relación que existe entre los vectores  $\vec{K}_O$ ,  $\vec{K}_H$  y  $\vec{K}_H$  es  $\vec{K}_H = \vec{K}_H + \vec{K}_O$  que es precisamente la Ley de Laue en forma vectorial. Puede verse si se multiplica ésta ecuación sucesivamente por  $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ , se llegará al conjunto de ecuaciones R, puesto que  $H_i = \vec{K}_H \cdot \vec{a}_i$ .

Esto quiere decir en otras palabras que para la construcción descrita, en virtud de la Ley de Laue, siempre que un punto de la red recíproca que sobre la esfera de reflexiones, existirá un haz difractado, cuyo vector de propagación es  $\vec{K}_H$ .

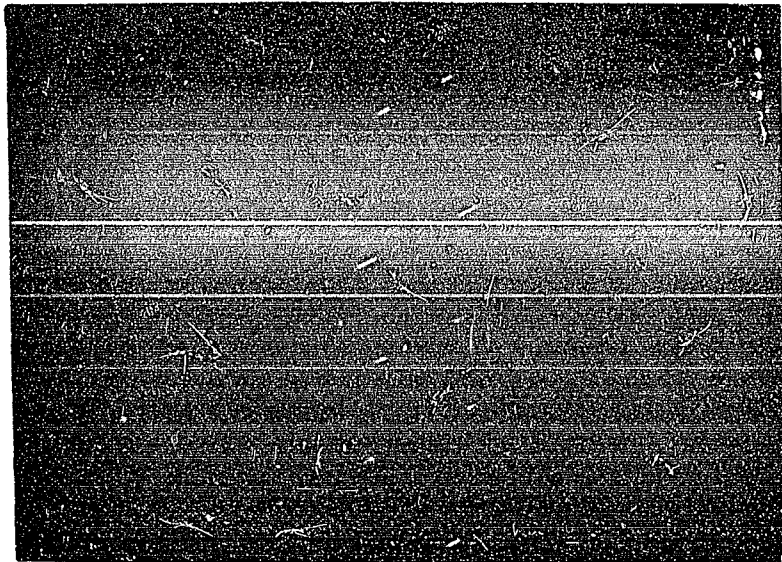


Fig. 19.- Fotografía Weissenberg de un cristal de Mexicanina I orientado en la dirección de una de sus aristas, durante una exposición de 20 horas, con radiación de  $Cu_K$ .

## C A P I T U L O    I I I

### MÉTODOS DE DIFRACCIÓN

Estos se aplican con aparatos de rayos-X y consisten en irradiar cristales o conjuntos de cristales con rayos-X que pueden ser mono o policromáticos y en estudiar en posición e intensidad los rayos-X difractados por los cristales. En el presente trabajo se discutirán solamente los métodos que en él se emplean, a saber, Métodos de oscilación, Weissenberg y de polvos.

a) Método de oscilación.- Este procedimiento tiene como objeto determinar el período de translación de la red cristalina de un cristal, en una dirección dada. Se aplica mediante un aparato de rayos-X con anticátodo de cobre. Los rayos-X producidos por el tubo operado a voltajes de 30 Kv., corriente de 15 mA, son aproximadamente monocromatizados haciéndolos pasar por una delgada lámina de níquel (de esa manera se elimina la línea  $K_{\beta}$  del espectro).

El cristal motivo de estudio, cuyas dimensiones son unas cuantas décimas de milímetro, es montado adhiriéndolo a una fibra de vidrio, que a su vez se fija en una cabeza de goniómetro.

Una vez orientado así, el cristal es irradiado por los rayos-X y los rayos-X difractados son registrados en una película fotográfica,



montada en un portapelículas cilíndrico,  $d = 57.3$  m.m., de diámetro interior cuyo eje coincide con el de la cabeza del goniómetro.

Un mecanismo adecuado hace que el cristal oscile por ángulos arbitrariamente escogidos. La cabeza del goniómetro y el portapelículas descrito con partes de una cámara de difracción, la cual se designa como cámara de Weissenberg, otras de sus características serán descritas posteriormente.

En la Fig. 19 se muestra la película que se obtiene de un cristal de Mexicanina I, orientado en la dirección de una de sus aristas. El cristal se ha mantenido girando durante la exposición de 22 horas con radiación  $\text{Cu}_K$  filtrada por una lámina de níquel. Las condiciones de unidad fueron; 35 Kv. y 15 mA.

La disposición de los puntos en las hileras paralelas a un lado a otro, respecto de un plano ecuatorial, puede explicarse mediante la descripción siguiente en términos de la red recíproca.

El cristal como ya se dijo estuvo orientado, con la dirección de una de sus aristas paralela al eje de rotación del mismo; conforme a lo antes explicado, las aristas del cristal son paralelas a los vectores  $A_L$  de la red; y estas a su vez son perpendiculares a planos de la red recíproca.

El vector asociado a los rayos incidentes  $\bar{K}_0$  es perpendicular a la arista y al eje de rotación. La esfera de reflexiones, (véase la Fig. 20) contendrá puntos de la red recíproca a lo largo de paralelos de la misma.

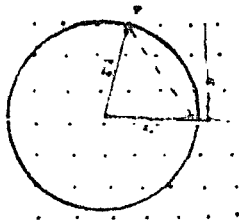


Fig. 20

Cuando el cristal gira sobre el eje del goniómetro, la red recíproca gira sobre el mismo eje y sus puntos cortarán a la esfera de reflexiones a lo largo de paralelos. Los vectores  $\vec{K}_H$  difractados, -- irán del centro de la esfera hacia puntos sobre paralelos, dichos rayos estarán contenidos en conos, cuyas cúspides serán el centro de la esfera de reflexión; habrá parejas simétricas de conos respecto de un plano ecuatorial, véase la Fig. 21.

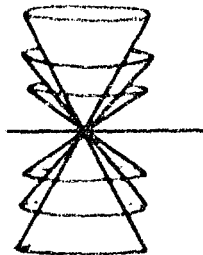


Fig. 21

Dichos planos difractados, cortarán a la película cilíndrica -- en círculos paralelos cuyo eje coincide con el de rotación del cristal. Al abatir la película en un plano los círculos aparecerán como las líneas de puntos de la Fig. 19.

Se aplica la fórmula I

$$\text{sen } \gamma = \frac{hb_1}{|\vec{K}_H|}$$

$$\bar{b}_1 = \frac{1}{\sigma}$$

$$|\vec{K}_H| = \frac{1}{\lambda}$$

$$\begin{aligned} \operatorname{sen} \gamma &= \frac{\frac{h_1}{c}}{\frac{1}{\lambda}} \\ \text{o } \operatorname{sen} \gamma &= h \lambda \\ \text{o } c &= \frac{h \lambda}{\operatorname{sen} \gamma} \quad (0) \end{aligned}$$

para calcular el período  $c$  de translación a lo largo del eje de rotación (es decir, la distancia interplanar entre los planos de la red normal al eje de rotación)., donde  $h$  es el número entero correspondiente a la red recíproca, donde se encuentra el punto considerado. - Para el caso de la Fig. 20 el punto P tiene  $h = 3$ .

El ángulo asociado al nivel  $h$  de la red recíproca se calcula a partir de mediciones efectuadas sobre la película; resulta ser ---  $\gamma = \operatorname{ang} \operatorname{tg} \frac{y_h}{R}$  en donde  $y_h$  es la distancia entre la línea ecuatorial sobre la película y la línea de puntos que tiene un número de orden  $h$ , véase la Fig. 22.

El período de repetición quedará expresado por la fórmula A:

$$c = \frac{h \lambda}{\operatorname{sen} \gamma_h}$$

donde:  $c = \operatorname{ang} \operatorname{tg} \frac{y_h}{R}$

$$\therefore c = \frac{h \lambda}{\operatorname{sen}(\operatorname{ang} \operatorname{tg} \frac{y_h}{R})} \quad (A.)$$

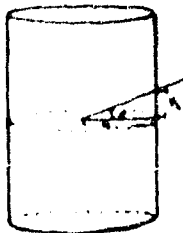


Fig. 22

b) Método de Weissenberg.- Cada hilera de puntos de los que aparecen en la película de rotación (Fig. 19) como ya se ha indicado, corresponde a un plano de la red recíproca.

Los puntos aparecen empalmados y no es fácil su identificación, es decir, la descripción de sus tres coordenadas de la red recíproca ( $h_1, h_2, h_3$ ). La introducción de modificaciones en la cámara Weissenberg, permite la identificación de dichas coordenadas. Lo primero que se hace es poner una pantalla, la cual aísla de puntos de un solo plano de la red recíproca, ó una sola hilera de puntos en la película de rotación, después se le imprime al portapelículas cilíndrico, un movimiento de traslación y de oscilación en la dirección normal a la incidencia de los rayos-X sobre el cristal.

El resultado para el nivel ecuatorial de puntos, se muestra en la película en la Fig. 23. En ella se ve una hilera diagonal de puntos, la cual corresponde a un eje de la red recíproca, que es tangente a la esfera de reflexiones, véase la Fig. 24.

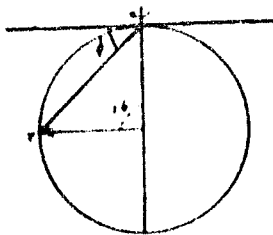


Fig. 24

Las otras curvas formadas de puntos, provienen de puntos de la red recíproca los cuales no son tangentes a dicha esfera de reflexiones.

Los valores de la distancia interplanar asociados a la hilera - diagonal de puntos, se calcula mediante la explicación de la fórmula.

$$c = \frac{a \lambda}{2 \sin \theta}$$

Donde  $\theta$  está expresado por

$$\theta = \frac{t \cos \mu}{2r} \frac{150}{2 \pi}$$

$t$  es la distancia representada en la Fig. 25

$$\mu = 63.5^\circ$$

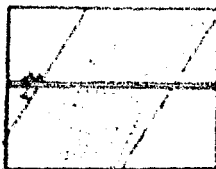


Fig. 25

Representación de la red recíproca.- El conjunto de puntos de la película tomada en la cámara Weissenberg, es una representación de un plano de la red recíproca, deformado por el dispositivo experimental.

Sean  $\xi$  y  $\eta$  el sistema de coordenadas polares empleadas para referir los puntos de un plano de la red recíproca ( $\xi$  el radio vector y  $\eta$  el ángulo). Dichas coordenadas correspondientes a los puntos de la película de Weissenberg, se determinan mediante dos escalas adecuadas; una de ellas en forma de escuadra, la cual tiene marcado el valor correspondiente de  $\xi$ , el que se lee como la distancia - medida en dicha escala entre el punto y la línea central de la película

la. La segunda es una regla acomodada paralela a dicha línea cen-  
tral y con origen en el punto en que el eje diagonal de puntos la  
corta, dicha línea mide el ángulo  $\eta$ .

A cada punto de la película de Weissenberg, le corresponderán  
las coordenadas  $\xi$  y  $\eta$  leídas como se ha indicado. Para obtener  
una representación no deformada, de dicho plano de la red recíproca,  
se obtiene graficando el papel de coordenadas polares dichas coordena  
das obtenidas.

Posteriormente se presentarán ejemplos de dicha representación.

c) Método de polvos.- En el capítulo anterior, se explicó la ma  
nera de obtener la red de un cristal a partir de la red cristalina y  
se vió que por los puntos de la red pueden hacerse pasar familias de  
planos paralelos, cada una de las cuales puede ser caracterizada por  
un valor de la distancia interplanar  $d$ . El cristal puede quedar de  
terminado en cierta medida por el conjunto de dichas familias de pla  
nos paralelos.

El método de polvos que ahora nos ocupa, es un procedimiento que  
permite derivar el conjunto de las distancias interplanares de un cris  
tal a partir de medidas efectuadas sobre películas que registran los  
rayos-X difractados por un polvo, cuando incide sobre éste un haz no  
monocromático de rayos-X.

Por ahora imaginemos un haz de rayos-X, que incide sobre un  
cristal y sea que dicho cristal gire sobre su centro de masa y asume  
todas las posiciones posibles, respecto de la dirección del haz inci  
dente. Consideremos una de las familias de planos del cristal, cuya  
distancia interplanar es  $d$ , véase la Fig. 26. Los rayos-X inciden  
tes, serán reflejados por los planos de la familia, cuando el ángulo  
 $\theta$  que forma el haz incidente con los planos, satisfaga la Ley de

Bragg  $n\lambda = 2d \sin \theta$ . Conforme a esta relación, cada familia dará origen a varios haces difractados para los diversos valores de  $n$ .



Fig. 26.

Observese que el ángulo entre la dirección del haz incidente y el haz difractado es  $2\theta$  (concentremos la atención del valor de  $n=1$ ). Si se gira la Fig., sobre la dirección de los rayos-X, los rayos-X reflejados por la familia de planos, al asumir éstas nuevas posiciones formará en todos los casos el ángulo  $2\theta$ , la dirección del haz incidente y los rayos-X reflejados describirán un cono cuyo ápice coincide con el cristal y cuyo ángulo semi vertical es  $2\theta$ .

Esto que hemos dicho para una familia particular de planos de la red, puede decirse para cualquiera otra, de suerte que los rayos-X difractados por ella se encontrarán a lo largo de direcciones que forman un cono cuya altura coincide con la dirección del haz incidente.

Si en lugar de imaginar que un solo cristal es irradiado, suponemos que los rayos-X, bañan a un numeroso conjunto de cristales pequeños orientados al azar, el resultado será el mismo arriba descrito; esto es, los rayos-X difractados por un polvo se encontrarán distribuidos, sobre las superficies de los conos a que se ha hecho referencia. Para una familia de planos particular, habrá un conjunto de conos correspondientes, para  $n = 2$  y otro para  $n = 3$  etc., de ellos sólo algunos se observarán porque con el valor del ángulo  $\theta$  las intensidades difractadas decrecen rápidamente.

El máximo del valor entero se deriva de la Ley de Bragg y de con  
sideración de que el  $\cos \theta$  es menor o igual a uno; es decir,  $\cos \theta = \frac{n\lambda}{2d}$   
 $\leq 1$ .

Como dicho previamente que el conjunto de familias de planos de la red pueden caracterizar al cristal, de igual manera el conjunto de conos de radiación serán característicos del mismo, si la radiación correspondiente al conjunto de conos puede registrarse, el registro será característico del cristal. El método empleado para tal fin se conoce como el Método de polvos, que se explica mediante la cámara de polvos. Esta consta de un cilindro de escasa altura, en cuyo eje puede montarse el polvo, dentro de un tubo capilar. Se hace incidir un haz monocromático de rayos-X a la mitad de la altura del cilindro, en la dirección perpendicular al eje del mismo.

De la región irradiada de la muestra, saldrán los conos a los que arriba nos hemos referido; su registro se hace mediante una película fotográfica, que se acomoda en estrecho contacto, con la superficie interior del cilindro. Los conos de radiación, al cortar la película sensible, dan origen a segmentos de arco simétricos, respecto del punto donde la radiación primaria corta la película.

El círculo de la Fig. 27, representa la película fotográfica, - el punto M es la posición de la muestra, y el punto P representa los planos de la familia que da lugar al cono C'M C.

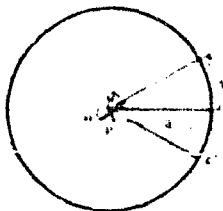




Fig. 27.

Cuando la película se retira de la cámara se obtiene una cinta que registra arcos simétricos respecto de la posición del punto. Sea que  $S$  represente la distancia entre dicho punto  $O$  y uno de los arcos  $S = 2R\theta$ , en donde  $2\theta$  se mide en radianes.

$$\theta = \frac{S}{2R}$$

$$\theta^\circ = \frac{S}{2R} \cdot \frac{180}{\pi}$$

Si el radio de la cámara se escoge con el valor de  $R = \frac{180}{\pi}$  en tonces  $\theta^\circ = \frac{S}{2}$  y por la Ley de Bragg  $n\lambda = 2d \text{ sen } \theta$ , se tendrá que:

$$\frac{d}{n} = \frac{\lambda}{2 \text{ sen } \frac{S}{2}}$$

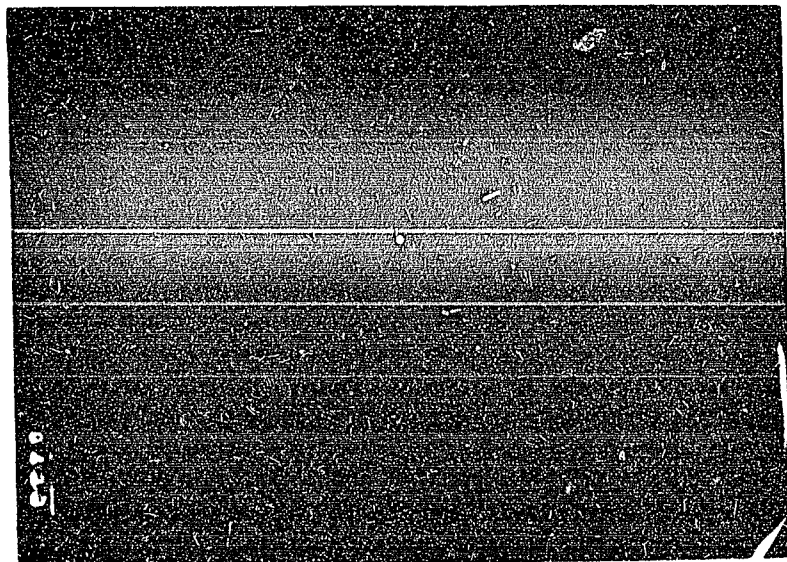
De acuerdo con lo anterior para un arco dado, asociado a cierta familia de planos, lo que puede conocerse es el valor de la distancia interplanar, dividido entre el número de orden.

Para los propósitos de mera identificación de una sustancia - cristalina, no es necesario conocer el valor de  $d$  mismo, sino que basta con los valores de  $\frac{d}{n}$ . Son estos los valores que aparecen en la literatura para caracterizar a las sustancias cristalinas. A ellas también se les llama distancias interplanares, aunque por lo aquí explicado, se vé que no lo son estrictamente.

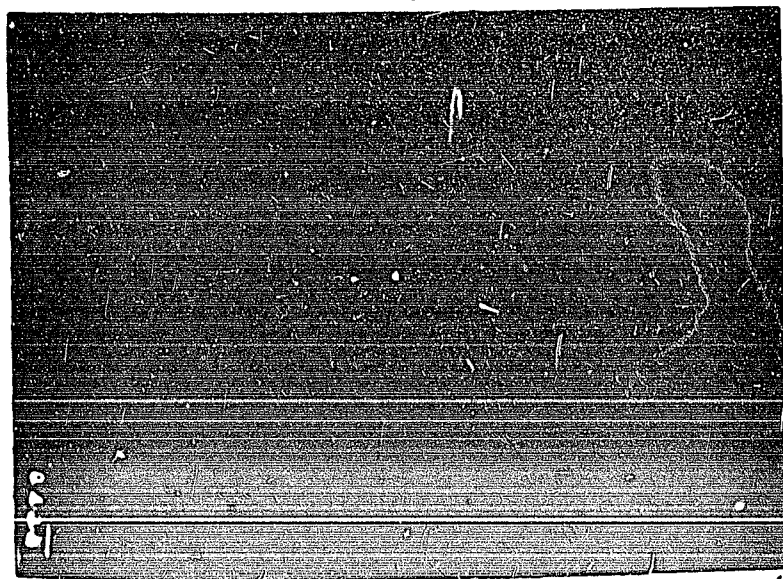
Los datos de las distancias interplanares, que caracterizan a las sustancias cristalinas, se complementan con las intensidades difractadas a lo largo de los mantos de los conos correspondientes.



Película de polvos de la Mexicana I.  
Condiciones de operación 35 Kv. 15 A



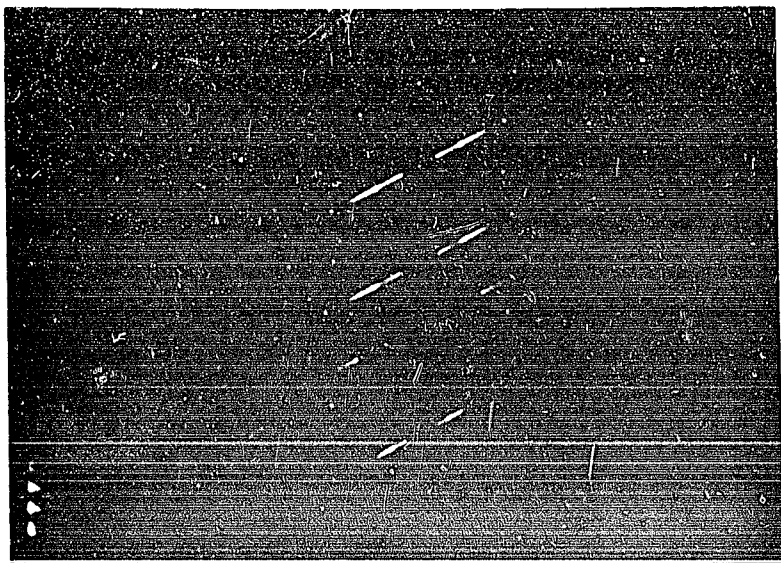
Película de Oscilación. Exposición 12 horas con radiación  $Cu_K$



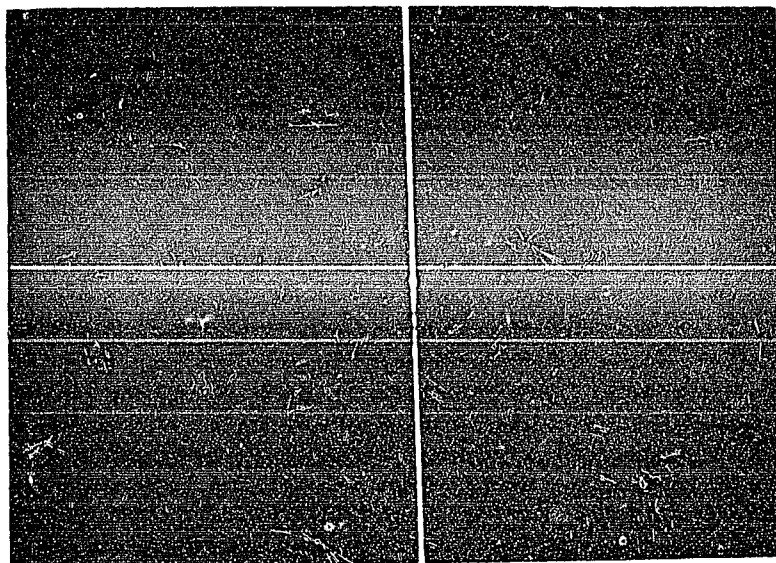
Película de Oscilación. Exposición 11 horas con radiación  $Cu_K$



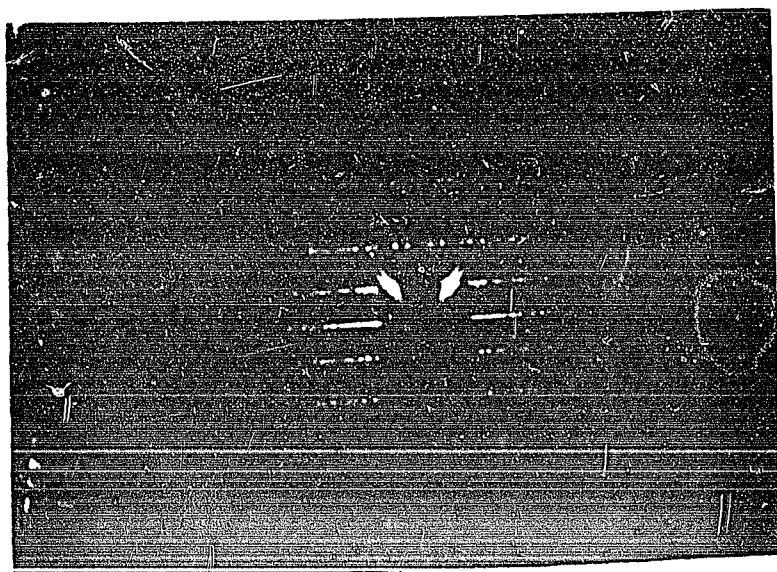
Película de rotación total. Exposición 18 horas con radiación  $\text{Cu}_K$



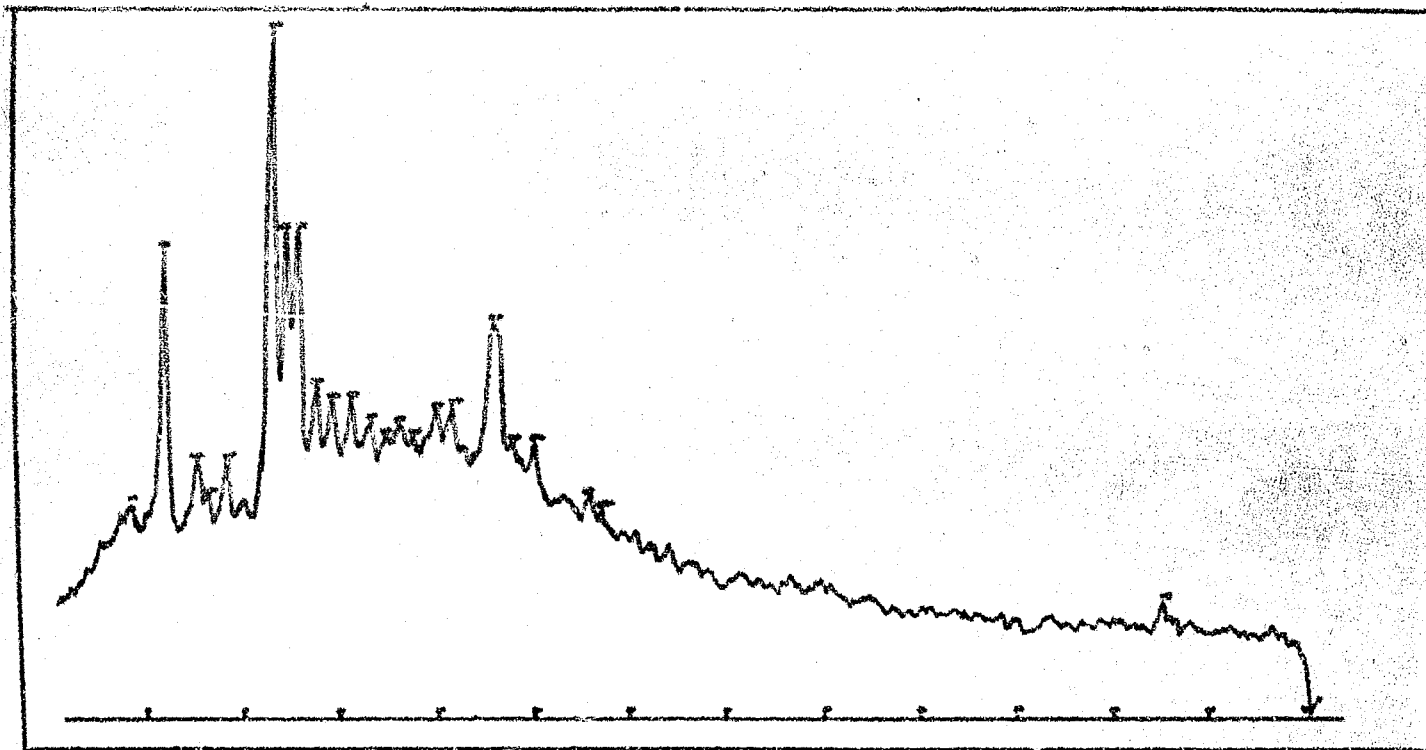
Película Weissenberg. Exposición 20 horas con radiación  $\text{Cu}_K$



Película de doble oscilación. Exposición 16 horas con radiación  $\text{Cu}_K$



Película de doble oscilación. Exposición 16 horas con radiación  $\text{Cu}_K$



GRAFICA DE DIFRACCION DE LA MEXICANINA I  
condiciones de operacion 35 kv 20, A

## CAPITULO IV

### ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA MEXICANINA

Los cristales de Mexicanina I, son placas de forma romboidal muy delgadas, únicamente presentan caras pinacoidales simétricas respecto al centro.

La densidad obtenida por el método del picnómetro fué de  $1.324 \text{ g/cm}^3$ , este valor fué además comprobado por el método de flotación en líquidos pesados, que dió una densidad de  $1.33 \text{ g/cm}^3$ .

Estudio por el método de polvos.- De una muestra de Mexicanina I debidamente pulverizada, se obtuvieron diagramas de difracción mediante el difractómetro y una película en la cámara de polvos.

Los promedios de las distancias interplanares calculados a partir de la gráfica y de la película, así como las intensidades relativas, medidas de las gráficas aparecen en la tabla siguiente:

d	I/I <sub>0</sub>
5.25	100
5.05	60
4.9	60
7.8)	57

$d$	$1/d$
3.17	43
4.65	30
4.25	28
4.48	27
3.56	26
4.37	23
3.93	21
3.83	21
3.72	20
3.07	19
2.96	19
6.15	16
6.92	15
2.71	9
9.4	6
2.667	6

Estudio por el método del cristal solo.- Este consistió en orientar dos cristales a lo largo de dos aristas diferentes y obtener de ellos películas de rotación total y de Weissenberg. Por los métodos anteriormente descritos, explicados se obtuvieron de las primeras los períodos de translación a lo largo de las zonas correspondientes y a partir de las segundas se construyeron los planos correspondientes de la red recíproca.

El estudio de los diagramas de rotación total y de Weissenberg, muestran la ausencia de ejes de simetría, lo cual permite concluir - que la Mexicana I, cristaliza en el sistema triclínico.



Los estudios de cristal solo, permiten conocer cuatro magnitudes correspondientes a cuatro períodos de translación de la red. Fenéticamente se asignarán los nombres de ejes, al paralelo a la dirección que tiene el menor período de translación, de eje b y c a los que siguen en orden creciente.

Determinación del período de translación a lo largo del eje a.

2h	h	k	$\lambda$	h/R	ang tg h/R	
54.35	27.17	28.65	1.54	0.9483	49°	30'
29.35	14.675	28.65	1.54	0.5122	27°	10'
13.40	6.70	28.65	1.54	0.2338	13°	10'

sen [ang tg h/R]	$\frac{\lambda}{\text{sen [ang tg h/R]}}$	n	$\frac{n \lambda}{\text{sen [ang tg h/R]}}$
0.6884	2.237	3	6.681
0.4566	3.372	2	6.744
0.2278	6.76	1	6.76

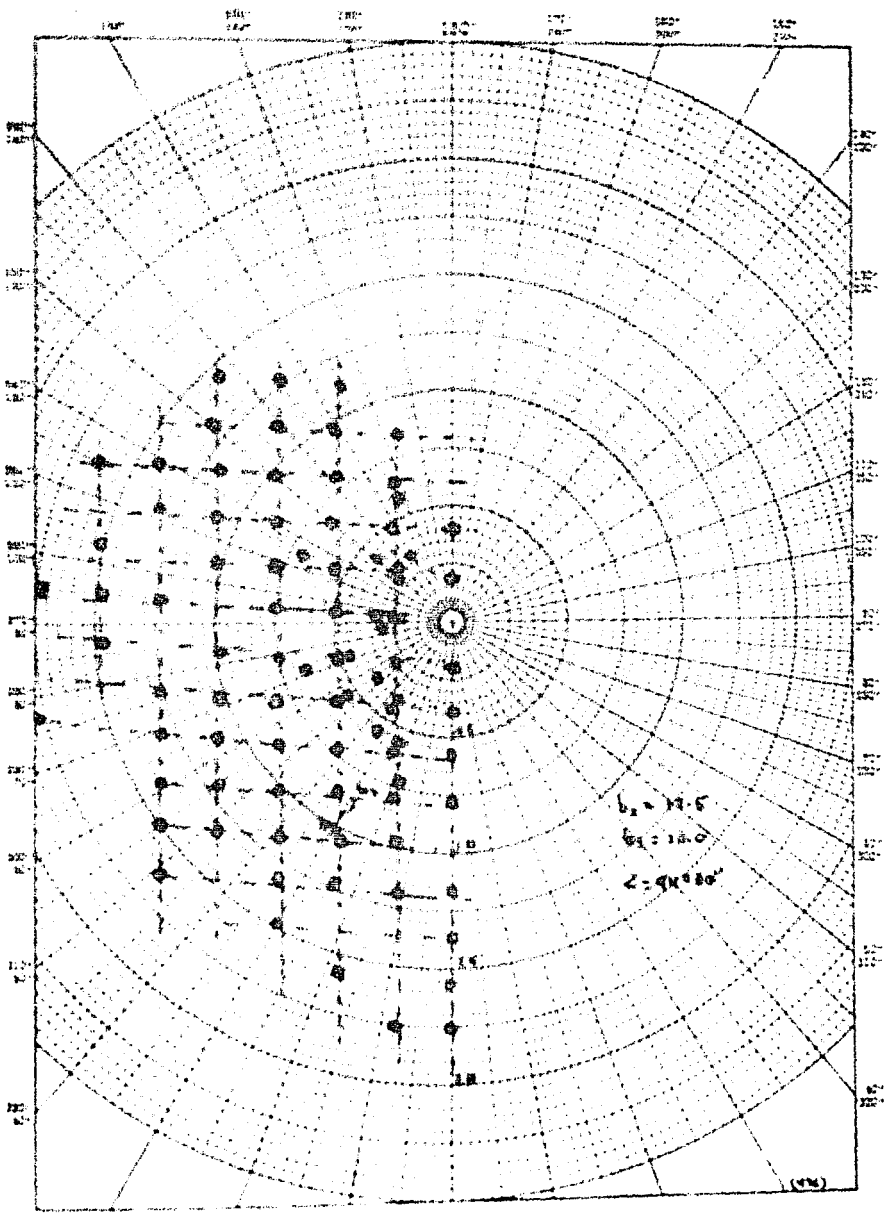


Figure 1. A circular grid plot showing data points and handwritten parameters.

$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	$\sin \alpha$	$\sin \alpha \cos \theta$	$\theta^\circ$	$\sin \theta$
12.45	6.225	63.5	0.8949	5.5707	5° 34'	0.9585
25.0	12.5	63.5	0.8949	11.1862	11° 11'	0.1937
37.75	18.875	63.5	0.8949	16.8912	16° 53'	0.2896
50.00	25.45	63.5	0.8949	22.7752	22° 46'	0.3854
62.65	31.325	63.5	0.8949	28.9276	28° 55'	0.4823
69.35	34.675	63.5	0.8949	31.0300	31° 18'	0.5200
86.40	42.70	63.5	0.8949	38.2122	38° 12'	0.6180

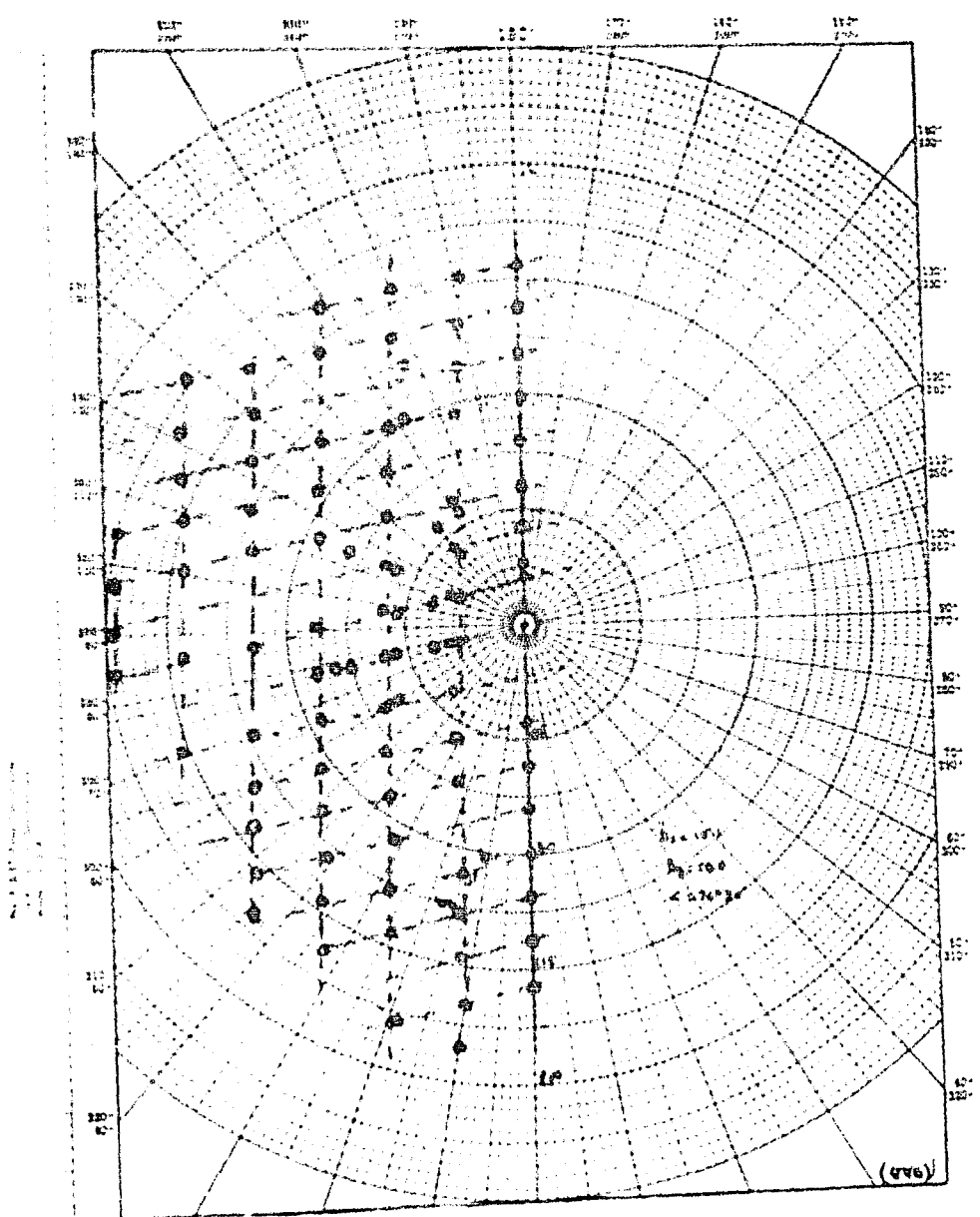
$\gamma \sin \theta$	$\lambda/2 \sin \theta$	$n$	$n \lambda/2 \sin \theta$
0.19170	8.03	1	8.03
0.3874	3.975	2	7.950
0.5792	2.658	3	7.974
0.7708	1.997	4	7.988
0.9646	1.596	5	7.980
1.0400	1.4807	6	8.8845
1.2360	1.245	7	8.71

Las translaciones básicas de la red recíproca derivadas del pla  
no son:

$$b_3 = 10.0$$

$$b_2 = 12.5$$

$$(b_3 \ b_2) = 94^\circ \ 30'$$



Plano de ... al nivel zero del eje E.

(476)

Determinación del período de translación a lo largo del eje b.

2h	h	R	h/R	ang tg h/R	sen[ang tg h/R]	
42.85	21.425	28.65	1.54	0.747	36.74	0.59879
24.75	12.375	28.65	1.54	0.431	23.21	0.39635
11.75	5.875	28.65	1.54	0.205	11.38	0.20165

$\frac{\text{sen[ang tg h/R]}}{h/R}$	n	$\frac{\text{sen[ang tg h/R]}}{h/R}$
2.572	3	7.716
3.882	2	7.770
7.638	1	7.638

Estudio de Weissenberg del nivel cero asociado al eje b.

2θ	S	Sen μ = θ	sen = θ°	sen θ	2 sen θ
12.1	6.5	5.8170	5° 49'	0.10135	0.20270
25.0	12.5	11.1866	11° 11'	0.19396	0.38790
37.65	18.825	16.8470	16° 50'	0.28959	0.57918
51.14	25.57	22.8833	22° 53'	0.3886	0.7772
64.89	32.445	28.0360	30° 38'	0.50956	1.01908
79.40	39.7	35.5287	35° 31'	0.58094	1.16188
95.80	47.9	42.8671	42° 52'	0.68029	1.36055
114.10	57.05	51.0557	51° 33'	0.78335	1.56630

$\frac{\lambda}{\text{sen } \theta}$	n	$\frac{\lambda}{2 \text{ sen } \theta}$
7.59	1	7.597
3.97	2	7.940
2.65	3	7.974
1.98	4	7.920
1.54	5	7.710
1.32	6	7.956
1.13	7	7.924
0.98	8	7.8756

Las translaciones básicas de la red recíproca derivadas del pla  
no son:

$$b_1 = 15.1$$

$$b_2 = 10.0$$

$$(b_1, b_2) = 76^\circ 30'$$

## CAPITULO V

### CONCLUSIONES

- 1.- La Mexicanina I cristaliza en el sistema triclínico.
- 2.- Se lograron medir cuatro períodos de translación de la red cristalina, ellos son:  $a = 6.76$  ;  $b = 7.7$  ;  $c = 7.9$  ;  
 $d = 8.2$
- 3.- Se estudiaron dos planos de la red recíproca; los períodos de translación y los ángulos son los siguientes:

$b_1$	=	10.0
$b_2$	=	12.5
$b_3$	=	15.1
$(b_1 \ b_3)$	=	$76^\circ 30'$
$(b_1 \ b_2)$	=	$94^\circ 30'$

## B I B L I O G R A P H I A

- H. LIPSON and W. COCHARNE. The determination of crystal structure. London G. Bell (1953).
- M. J. BUECKER. Elementary crystallography an introduction to the fundamental geometrical features of crystals. X-Rays crystallography. New York. S. Wilky (1956).
- K. LONSDALE. Crystals and X-Rays. London. G. Bell and sons. (1948).
- W. R. WOOD. Physical Optics. 3rd. ed. New York. The Mcmillan Co. (1944).
- J. KELLOCK ROBERTSON. Introduction to physical Optics. University physics. Series. 3rd. ed. New York. D. Van Nostrand Co. Inc. (1951).
- CH. W. BUNN. Chemical crystallography an introduction to optical and X-ray methods. Crystallography. Oxford. The Clarendon Press. (1946).
- AZAROFF and BUECKER. The powder method in X-ray crystallography. New York. Toronto. London. McGraw-Hill Book. Co. Inc. (1958).
- J. M. BLJVOET. X-Ray analysis of crystals. New York. London. (1951).



Fourth International Congress of Crystallography. Montreal,  
1959.

Special Issues. Part I o Part II.