

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
DEPARTAMENTO DE FISICA



**CARACTERIZACION DE LA LAVA VOLCANICA DE
QUEZALTEPEQUE POR EL METODO DE
DIFRACCION DE R_x.**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

Noel Antonio Martínez Morales

Para Optar al Título de

LICENCIADO EN FISICA

SEPTIEMBRE DE 1990

San Salvador, El Salvador, Centro America

TE-A 31 - E L 201. 71
M383c
1990
e12

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
DEPARTAMENTO DE FISICA



aproximado \$3000

**CARACTERIZACION DE LA LAVA VOLCANICA DE
QUEZALTEPEQUE POR EL METODO DE
DIFRACCION DE RX.**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

Noel Antonio Martínez Morales

Para Optar al Título de

LICENCIADO EN FISICA



SEPTIEMBRE DE 1990

San Salvador, El Salvador, Centro America

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR: LIC. JOSÉ LUIS ARGUETA ANTILLÓN

SECRETARIO GENERAL: ING. RENÉ MAURICIO MEJÍA MÉNDEZ

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO: ING. JOAQUÍN ALBERTO VANEGAS

SECRETARIO: ING. MARIO ARNOLDO MOLINA A.

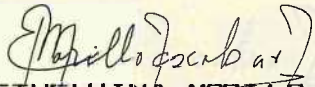
DEPARTAMENTO DE FISICA

JEFATURA: ING. MIGUEL ALEJANDRO TEVEZ FUMES

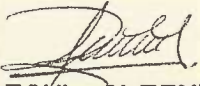
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

TRABAJO DE GRADUACION

CARACTERIZACION DE LA LAVA VOLCANICA
DE QUEZALTEQUE POR EL METODO DE DIFRACCION DE RX.


M.S. ETHELVINA MORILLO DE ESCOBAR
COORDINADORA ASE SOR


ING. MIGUEL ALEJANDRO TEVEZ
JURADO CALIFICADOR


LIC. RAUL ALFONSO ALVARENGA
JURADO CALIFICADOR

DEDICATORIA

DEDICO ESTA OBRA:

- AL SEÑOR DEL UNIVERSO
- A MIS PADRES: MARIA Y MANUEL ANTONIO MARTINEZ
- A MI ESPOSA: MARIA LUISA
- A MIS HIJAS: NIDIA ORDLID Y NOELY EUNICE
- A CADA UNA DE LAS PERSONAS QUE ME BRINDARON COMIDA Y ABRIGO CUANDO FUI MENDIGO.
- A TODAS LAS PERSONAS QUE VOLUNTARIAMENTE Y AUN SIN DARSE CUENTA HAN SIDO MIS MAESTROS.

NINGUN TRECHO HE CAMINADO, QUE NO HAYA SIDO DE LA MANO DE ALGUIEN.

AGRADECIMIENTOS

Deseo agradecer de manera especial, a la M.S. Ethelvina Morillo de Escobar, por el tiempo que muy amablemente dedicó para orientarme durante todo el desarrollo del presente trabajo.

Al Ing. Miguel Alejandro Tevez y al Lic. Raúl Alfonso Alvarenga, por sus oportunas observaciones.

Al señor Tomás Emilio Caprín por su colaboración en la elaboración y montaje de las figuras.

Al Ing. Manuel Ernesto Monterrosa y la encargada del Laboratorio de Rx, del "Instituto de Investigaciones Geotérmicas" de CEL, por su valiosa colaboración para la obtención de un difractograma de la muestra estudiada.

Al bachiller Pedro Antonio Santos, del "Centro de Investigaciones Geotécnicas" del Ministerio de Obras Públicas, por su colaboración en la tarea de pulverizado de la muestra, y el análisis por absorción atómica de la misma.

RESUMEN

El presente trabajo de graduación consiste en la caracterización de una muestra de lava volcánica de Quezaltepeque, mediante difracción de rayos X y mediante la determinación de la conductividad térmica.

Los objetivos de este trabajo son: a) identificar los componentes minerales de la muestra, empleando la difracción de Rx por el método de polvo: técnica de Debye-Scherrer y detectar móvil, b) identificar el tipo de simetría en que ha cristalizado cada componente, c) calcular analíticamente los índices de Miller para cada compuesto identificado, y d) determinar experimentalmente la conductividad térmica de la muestra pulverizada.

Los resultados principales obtenidos son:

Compuesto identificado	Sistema cristalino	Conductividad térmica en [Watt/m-°C]
SiO ₂ Fe ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ MnO ₂ Na ₂ O K ₂ O CaO	hexagonal romboédrico cúbico tetragonal cúbico cúbico cúbico	6.6 x 10 ⁻⁴ ± 0.1

Los compuestos minerales identificados son los mismos o concuerdan con los determinados por absorción atómica.

Por su conductividad térmica, la lava de Quezaltepeque tiende a comportarse como aislante térmico.

INTRODUCCION

La profundización de la crisis económica en la última década en nuestro país, obliga a hacer estudios formales encaminados a la búsqueda de un desarrollo apropiado, haciendo énfasis en el uso de los recursos propios, con el fin de ir minimizando la dependencia económica actual. Dentro de esta óptica se eligió la lava volcánica de Quezaltepeque, para hacer sobre ésta un estudio preliminar, el cual consiste de manera general, en determinar cuáles son los compuestos minerales que la constituyen y la determinación de la conductividad térmica. Al determinar su conductividad térmica, se busca clasificarla ya sea como aislante térmico o como conductor térmico. en cuanto a la identificación cristalográfica, podrían lograrse mayores alcances sólo en investigaciones posteriores, en las que se determinen otras características físicas de los componentes de la lava de Quezaltepeque.

El trabajo se desarrolló en tres etapas principales que son:
ETAPA DE IDENTIFICACION: En esta etapa, un polvo fino de la muestra fue expuesto a un haz de rayos X monocromático de longitud de onda (λ) igual a 1.54\AA ; obteniéndose un difractograma siguiendo los pasos indicados en la sección 3.1.5. Aplicando la ley de Bragg se calculó la distancia interplanar para cada pico de la gráfica (difractograma) de intensidad relativa contra el ángulo de difracción. Con los valores de distancia interplanar encontrados, se busca en

tablas del Manual "Powder Diffraction File, Alphabetic Index" y el "Powder Diffraction Search Manual Hanawalt Method" para determinar a qué compuestos químicos corresponden los valores de "d" determinados.

ETAPA DE CALCULO DE LOS INDICES DE MILLER. Para determinar los índices de Miller se utilizó la fórmula de distancia interplanar para cada componente, según la geometría determinada al momento de su identificación. Combinando la ecuación de Bragg con la fórmula de la distancia interplanar de la componente, fue posible determinar los índices de Miller, tal como se explica en el capítulo 4.

ETAPA DE DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA. En esta etapa, la muestra fue confinada en un tubo de P.V.C. sellado lateralmente con cemento y un cautín de 60 watt se ubicó en el centro geométrico del tubo para que se comportara como una línea de fuente de calor. Una vez estando el sistema a régimen permanente, se calculó la conductividad térmica aplicando la ley de Fourier. Esto es explicado en el capítulo 5.

En el capítulo 6 se presenta un análisis de los resultados, conclusiones y recomendaciones.



INDICE

	PAG.
RESUMEN.	vii
INTRODUCCION	viii
CAPITULO I	1
1.1. ORIGEN DE LAS ROCAS.	1
1.2. COMPOSICION QUIMICA DE LAS ROCAS IGNEAS.	3
1.3 TEXTURA DE LAS ROCAS.	4
1.3.1 Pegmatitas	4
1.3.2 Aplitas	5
1.3.3 Lamprófiros	5
1.4 UBICACION GEOGRAFICA DE LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.	5
1.5 CARACTERISTICAS GENERALES DE LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.	6
1.6 PRODUCCION DE RAYOS X.	7
1.6.1 Espectro Continuo de Rayos X.	8
1.6.2 Espectro Característico de Rayos X.	10
1.6.3 Interpretación de Mosely de los Rayos X Característicos	12
1.8 LEY DE DIFRACCION DE BRAGG.	15
CAPITULO 2	17
2.1 ESTRUCTURA CRISTALINA.	17
2.2 PLANOS CRISTALINOS E INDICES DE MILLER.	18
2.3 FACTOR DE MULTIPLICIDAD.	20
2.4 SISTEMAS CRISTALOGRAFICOS.	21
2.6 RELACIONES GEOMETRICAS DE UNA CELDA DIRECTA.	23

2.7 LA RED RECÍPROCA.	27
2.7.1. Sistema Cúbico.	32
2.7.2. Sistema Tetragonal.	32
2.7.3. Sistema Ortorrómico.	32
CAPITULO 3	33
3.1 DIFRACCION DE RAYOS SEGUN EL METODO DE POLVO.	33
3.1.1 Técnica de Debye-Scherrer.	34
3.1.2 Arreglo Experimental según la Teoría de Debye-Scherrer	35
3.1.2.1 Preparación de la muestra	36
3.1.2.2 Montaje y centrado de la muestra.	36
3.1.2.3 Alineado de la cámara.	36
3.1.2.4 Montaje de la película.	37
3.1.2.5 Exposición de la muestra.	37
3.1.2.6 Revelado de la película.	37
3.1.3 Significado físico del difractograma obtenido con la técnica de Debye-Scherrer.	38
3.1.4 Técnica del Detector Móvil.	40
3.1.5 Arreglo Experimental en la Técnica del Detector Móvil.	40
3.1.5.1 Preparación de la muestra.	41
3.1.5.2 Montaje la muestra.	41
3.1.5.3 Selección del ángulo de barrido.	42
3.1.5.4 Obtención del difractograma.	42
3.1.6 Significado Físico del Difractograma.	42

3.2 IDENTIFICACION DE LOS COMPONENTES DE LA MUESTRA.	44
CAPITULO 4	52
4.1 DETERMINACION DE LOS INDICES DE MILLER EMPLEANDO LA RED DIRECTA.	52
4.1.1 Sistema Cúbico.	52
4.1.2 Sistema Tetragonal.	54
4.1.3 Sistema Hexagonal.	55
4.1.4 Sistema Romboédrico.	56
4.1.5 Sistema Ortorrómbico.	56
4.1.6 Sistema Monoclínico.	59
4.1.7 Sistema Triclínico.	60
4.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES.	61
CAPITULO 5	67
5.1 TRANSFERENCIA DE CALOR POR CONDUCCION.	67
5.2 CONDUCCION DE CALOR A TRAVES DE UNA PARED PLANA.	70
5.3 CONDUCCION DE CALOR EN UN TUBO CILINDRICO CON FUENTE DE CALOR A REGIMEN PERMANENTE.	73
5.4 GROSOR CRITICO DE LOS AISLANTES CILINDRICOS.	74
5.5 DETERMINACION DE K A LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.	77
CAPITULO 6	79
6.1 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS EN LA ETAPA DE IDENTIFICACION CRISTALOGRAFICA.	79
6.2 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN EL CALCULO DE LOS INDICES DE MILLER.	84

6.3 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE RESULTADOS EN LA DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA.	85
6.4 RECOMENDACIONES.	86
BIBLIOGRAFIA	88
LISTA DE FIGURAS	90
LISTA DE TABLAS	92
APENDICE I	95
APENDICE II	96
APENDICE III	99
APENDICE IV	100

CAPITULO I

En este capítulo se discutirán los siguientes temas: Origen, Composición química y textura de las rocas ígneas; las características generales de la lava volcánica de Quezaltepeque y su ubicación geográfica. También se discutirá el mecanismo de producción del espectro de rayos X: continuo y característico ; la interpretación de Moseley de éstos últimos. Finalmente se estudiará la ley de Bragg.

1.1. ORIGEN DE LAS ROCAS.

Se da el nombre de roca a la mezcla de varios minerales agregados en diversas proporciones, las que constituyen una unidad de la corteza terrestre. Según su origen, las rocas pueden clasificarse en tres grandes grupos: a) ígneas, b) metamórficas y c) sedimentarias. Las rocas ígneas se forman debido al enfriamiento del MAGMA, el cual está dotado de movilidad debido a su alta temperatura; en su composición se encuentran todos los elementos químicos conocidos. A veces el MAGMA enfría dentro de la corteza terrestre, formando rocas ígneas intrusivas; otras veces asciende y enfría en la superficie terrestre, dando origen a rocas ígneas extrusivas o volcánicas.

Las rocas ígneas pueden sufrir modificaciones y evolucionar a rocas metamórficas o sedimentarias. Por ejemplo, un magma enfriado dentro de la corteza terrestre puede volver a fundirse nuevamente por acción de las altas temperaturas

debido a un magma ascendente, y como consecuencia sufrir una recristalización, lo que dará como resultado una nueva roca. En ambos casos resultará una roca metamórfica. En la Figura 1.1 se muestra el ciclo de las rocas, el cual nunca o raras veces se completa.

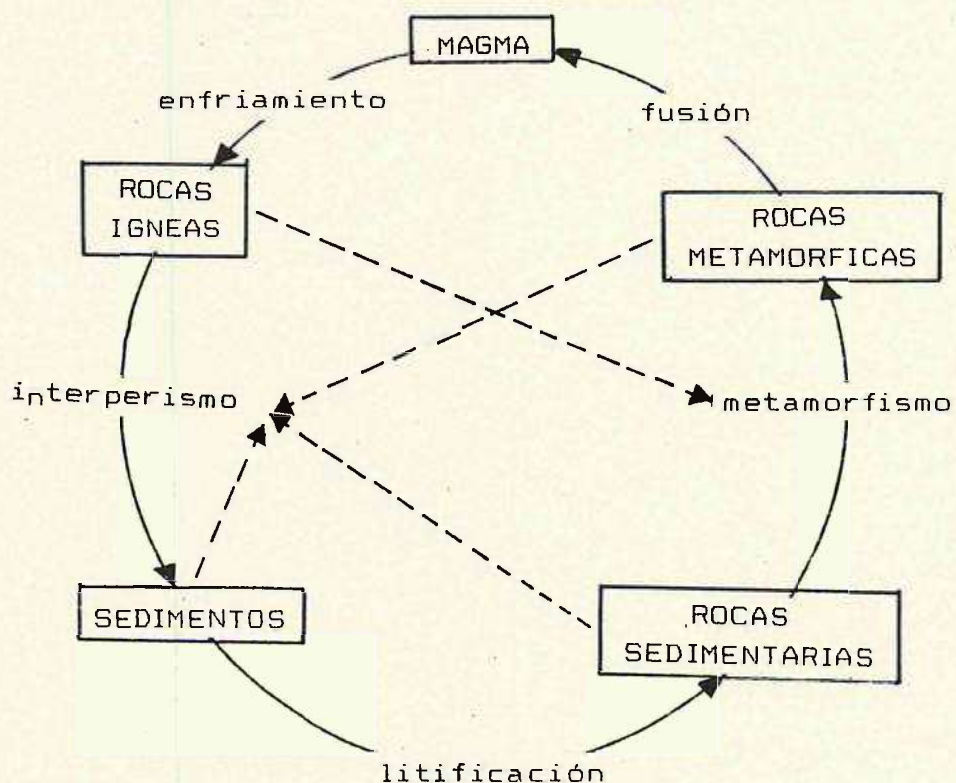


Figura 1.1 Ciclo de las rocas. (Tomado de Fundamentos de Geología Física de L. Leet y S. Judson, Edit. Limusa; México, 1974)

1.2. COMPOSICION QUIMICA DE LAS ROCAS IGNEAS.

Se ha estimado que las rocas ígneas forman alrededor del 95% en peso de la corteza terrestre. Prácticamente todos los elementos conocidos se encuentran presentes en las rocas ígneas, pero el predominante es sílice (SiO_2); le sigue en importancia la alúmina (Al_2O_3), y en este orden el Na_2O , K_2O , FeO y Fe_2O_3 ; el MgO y el CaO son escasos¹. Además de estos óxidos, se encuentran otros como los de manganeso, fósforo, cobre, etcetera.

Es tal la importancia del SiO_2 en las rocas ígneas, que se ha hecho una especificación de éstas de acuerdo a su contenido de SiO_2 . Se llaman "ácidas" si sobrepasan el 64% en peso de SiO_2 ; "intermedias" si contienen entre el 50% y el 64%, y "básicas" cuando su contenido en SiO_2 es menor del 50% en peso.

El aluminio alcanza un nivel máximo del 25% al 30% en peso, y el rango general es del 12% al 18% en peso. Los óxidos de hierro son bajos: el 1% ó menos en rocas muy ácidas; pero se incrementa en las básicas llegando hasta del 10% al 20% en peso. El magnesio representa únicamente trazas en las rocas ácidas, y se va elevando según va disminuyendo el SiO_2 , hasta un 30% en las rocas muy básicas. El óxido de calcio es muy bajo en las rocas ácidas y gradualmente crece hasta un 15% en las básicas. El potasio es alto en las rocas de leucita,

¹ Jacinto Meritano Arenas
Geología Para Estudiantes de Ingeniería.
Edit. Diana, México, 1979; Pág. 144

encontrándose entre el 10% y el 12% en peso; varía entre el 4% y el 7% en peso en las rocas ígneas que contienen albita y el mismo rango en las que contienen nepelita; acercándose a cero en las muy básicas.

1.3 TEXTURA DE LAS ROCAS.

La textura de una roca se refiere al aspecto exterior de su superficie; como el tamaño, la forma y la disposición de los granos. La textura de una roca refleja la rapidez de enfriamiento de la masa que le dió origen.

Un enfriamiento ultrarrápido, produce una textura vítrea; si el enfriamiento es rápido se produce una textura afanítica, en la cual los granos no son visibles ni con una lupa; solamente es posible observarlos con un microscopio petrográfico.

Un enfriamiento lento del magma produce una textura grueso-granular, que se denomina "fanero-cristalina" (fanerítica) o porfirídica.

Dentro de esta textura fanerítica se distinguen tres divisiones: Pegmatita, Aplitas y Lamprófiras².

1.3.1 Pegmatitas

Las pegmatitas, son rocas cuyos granos varían de tamaño; en ocasiones se han desarrollado en forma gigantesca, y forman cristales de varios metros de longitud. Las pegmatitas se

2 Arenas, Op. Cit., Pág. 153

presentan generalmente en diques o filones, los cuales varían en tamaño.

1.3.2 Aplitas

Las aplitas son rocas que a diferencia de las pegmatitas, están formadas por granos finos y son equigranulares. Estas rocas se presentan en forma de diques, filoncillos, etc. Son rocas de coloraciones gris claro y rosado.

1.3.3 Lamprófiras

Estas rocas están formadas en más del 30% por minerales básicos oscuros (biotita, augita, hornblenda, piroxeno). Se caracterizan por la abundancia de granos grandes que están emplazados sobre una masa feldepástica microgranulada. Esta clase de rocas tienen dos períodos de enfriamiento, uno rápido y otro lento en el que se desarrollan granos grandes. En las rocas de textura lamprófica, es común encontrar los granos en forma de diques dispuestos radialmente.

1.4 UBICACION GEOGRAFICA DE LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.

La cantera de lava volcánica de Quezaltepeque, eyectada por el volcán de San Salvador, está ubicada en El Sitio del Niño, Quezaltepeque, en el departamento de La Libertad. Dista 30 km. al oeste de la ciudad de San Salvador y 20 km. al sur de

la ciudad de Quezaltepeque. Su volumen aproximado³ es de $4.0 \times 10^7 \text{m}^3$.

1.5 CARACTERISTICAS GENERALES DE LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.

El color de esta roca es gris muy oscuro o negruzco; su textura parece ser fanerítica o porfirídica, del subgrupo lamprofiro, por estar sus granos dispuestos en diques en forma radial.

En la tabla 1.1 se muestra la composición química promedio de la lava volcánica de Quezaltepeque, determinada por absorción atómica.

Tabla 1.1 Composición química de la lava de Quezaltepeque, determinada por absorción atómica en el Centro de Investigaciones Geotécnicas del Ministerio de Obras Públicas.

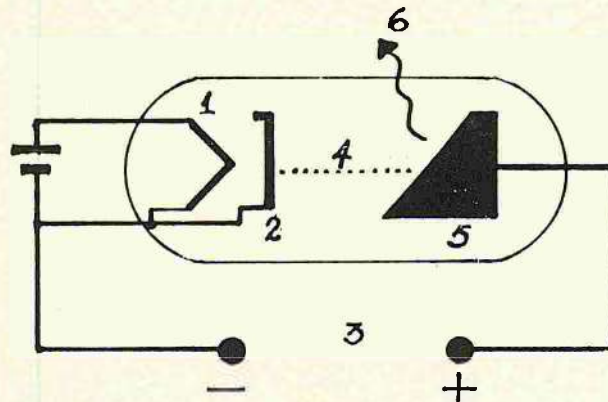
Compuesto	Porcentaje
SiO ₂	65.65
Al ₂ O ₃	12.75
Fe ₂ O ₃	13.78
CaO	0.81
MgO	1.38
Na ₂ O	4.16
K ₂ O	1.20
MnO ₂	0.27
Total	100.00

³ María Elena Cazares
Evaluación del Uso de la Lava Volcánica en la Industria
Trabajo de Graduación, UES, 1976.

1.6

PRODUCCION DE RAYOS X.

Los elementos principales de un tubo de rayos X, se muestran en la figura 1.2.



- | | |
|-----------------|----------------------------|
| 1. filamento | 4. electrones acelerados |
| 2. cátodo | 5. blanco metálico (ánodo) |
| 3. alto voltaje | 6. rayos X emitidos |

Figura 1.2 Esquema de un tubo de rayos X. (tomado de Teoría y Problemas Resueltos de Física Moderna, de R. Gautreau y W. Savin, Edit. McGraw-Hill, México, 1980).

Cuando el cátodo es calentado por el filamento, éste emite electrones, los cuales se aceleran mediante una diferencia de potencial entre el cátodo y el ánodo. Los electrones acelerados interactúan con el blanco (ánodo), produciendo un espectro de rayos X, el que consta de dos partes: un fondo generalmente llamado espectro continuo y un espectro formado por líneas características superpuestas sobre el espectro continuo, las cuales dependen del material del blanco. En la figura 1.3 se muestra el espectro de Rayos X de la plata.

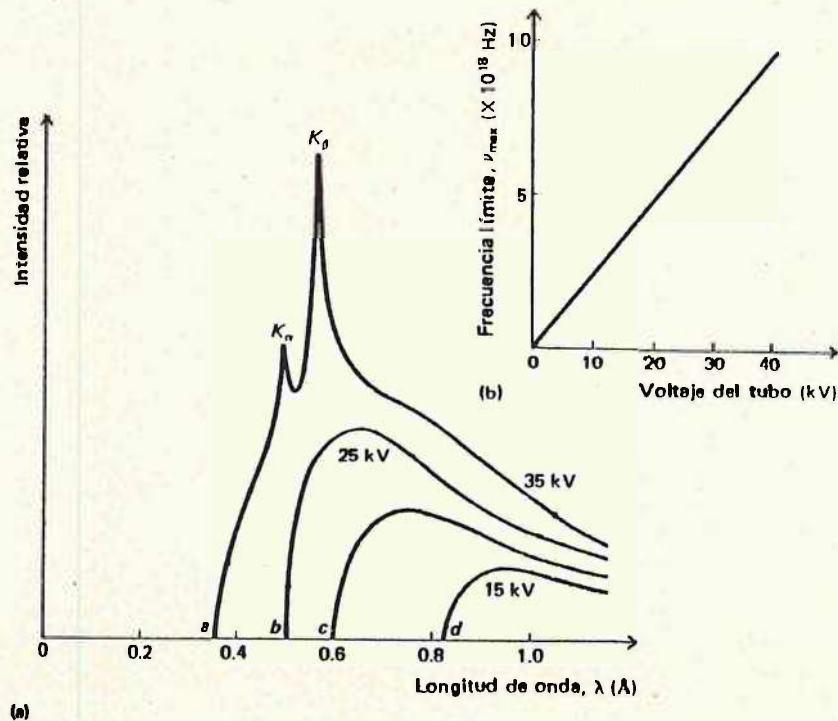


Figura 1.3 a) Espectro de rayos X de la plata. Muestra el espectro continuo y el espectro característico. b) Simple relación lineal entre la frecuencia de corte máxima y el voltaje acelerador. (tomado de Curso de Física Moderna de Virgilio Acosta y Clyde L. Cowan, Edit. Harla, México, 1975).

1.6.1 Espectro Continuo de Rayos X.

El espectro continuo se produce cuando los electrones acelerados interactúan con el campo coulombiano de los núcleos del material del blanco, produciendo un frenamiento de los electrones; la pérdida de energía debido a la desaceleración de los electrones es lo que produce los rayos X continuos, fenómeno conocido como BREMSTRAHLUNG.

Como se observa en la figura 1.3a, al aumentar el voltaje acelerador, la longitud de onda límite (λ_{\min}) se desplaza hacia valores inferiores. La figura 1.3b muestra que cuando la frecuencia de corte máxima (ν_{\max}) se grafica en función del potencial acelerador (V), existe una simple relación lineal entre estos:

$$\frac{\nu_{\max}}{V} = \left(\frac{C}{\lambda_{\min}} \right) = \frac{1}{V} \text{ Constante} \quad (1.1)$$

donde:

- C: velocidad de la luz
- V: voltaje acelerador
- ν_{\max} : frecuencia de corte máxima
- λ_{\min} : longitud de onda límite.

La ecuación (1.1) expresa, que la producción de rayos X se inicia a partir de un λ_{\min} o un ν_{\max} , llamado frecuencia de corte, la cual se explica de acuerdo con la hipótesis cuántica de Planck: la radiación producida por los electrones acelerados debe producirse en cuantos de valor $h\nu$. Sin embargo, la energía máxima de cualquiera de los cuantos no puede ser mayor que la energía del electrón incidente más energético que es frenado, es decir:

$$h\nu_{\max} = K_{\max} = eV \quad (1.2)$$

donde:

- K_{\max} : máxima energía cinética que un electrón puede alcanzar.

Entonces:

$$\frac{hc}{\lambda_{\min}} = eV \quad (1.3)$$

Siendo:

V: el potencial acelerador
 h: la constante de Planck
 λ_{\min} : longitud de onda mínima.

1.6.2 Espectro Característico de Rayos X.

El espectro característico, como se dijo en párrafos anteriores, es denotado por los picos de la figura 1.3a, las cuales tienen una longitud de onda definida; estos dependen del material del blanco.

En todo átomo, los electrones más cercanos al núcleo, los más fuertemente ligados, están en la capa K. Aquellos en la siguiente posición de mayor enlace están en la capa L, los siguientes en la capa M y así sucesivamente.

La línea K_{α} se origina cuando los electrones altamente energéticos que provienen del cátodo sacan a un electrón de la capa K, y la vacante dejada por éste en la capa K, es llenada por un electrón de la capa L.

Si un electrón de la capa M llena la vacante en la capa K, cede energía en forma de otro rayo X llamado línea K_{β} . Estas transiciones de las capas L, M, N, etc. a la capa K, dan lugar a la serie de líneas K_{α} , K_{β} , K_{γ} , etc., llamadas serie K.

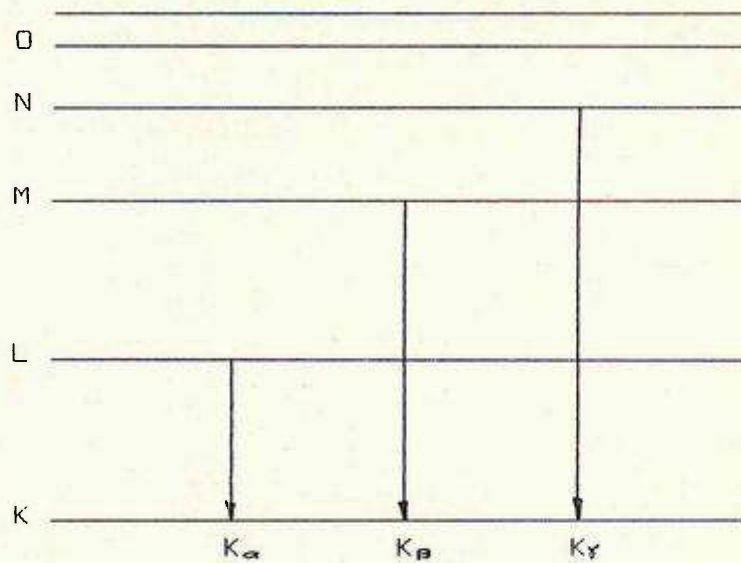


Figura 1.4 Diagrama de niveles de energía de los rayos X característicos K_{α} , K_{β} y K_{γ} . (tomado de Curso Física Moderna de Virgilio Acosta, Edit. Harla, México, 1975).

La figura 1.4 muestra las transiciones electrónicas para las capas cercanas al núcleo que dan lugar a los espectros característicos de los rayos X.

A medida que aumenta el voltaje acelerador del tubo de rayos X, los electrones incidentes producen un espectro continuo, hasta que, a cierto voltaje "crítico", los electrones adquieren suficiente energía para desalojar electrones de las capas interiores, o sea de las capas K, L ó M. Sólo cuando sea alcanzado el potencial crítico V_c , serán los electrones incidentes lo suficientemente energéticos para que ocurran las transiciones K. Así:

$$eV \geq E_k \quad (1.4)$$

donde:

E_k : es la energía necesaria para liberar un electrón de la capa K.

1.6.3 Interpretación de Mosely de los Rayos X

Característicos.

Mosely (1913), realizó una investigación sistemática de los espectros de emisión de rayos X de los elementos. Obtuvo datos sobre las longitudes de onda de las líneas de K_α y L_α para varios elementos.

Mosely encontró que el carácter de una serie dada era prácticamente el mismo para todos los elementos estudiados, y que la frecuencia de una raya particular de una serie, variaba de manera regular de uno a otro elemento de la tabla periódica. Construyendo la gráfica de la raíz cuadrada de la frecuencia de una de las líneas, llamada línea K_α (la más intensa de la serie K) en función del número atómico del elemento que emite esta línea, Mosely obtuvo una recta.

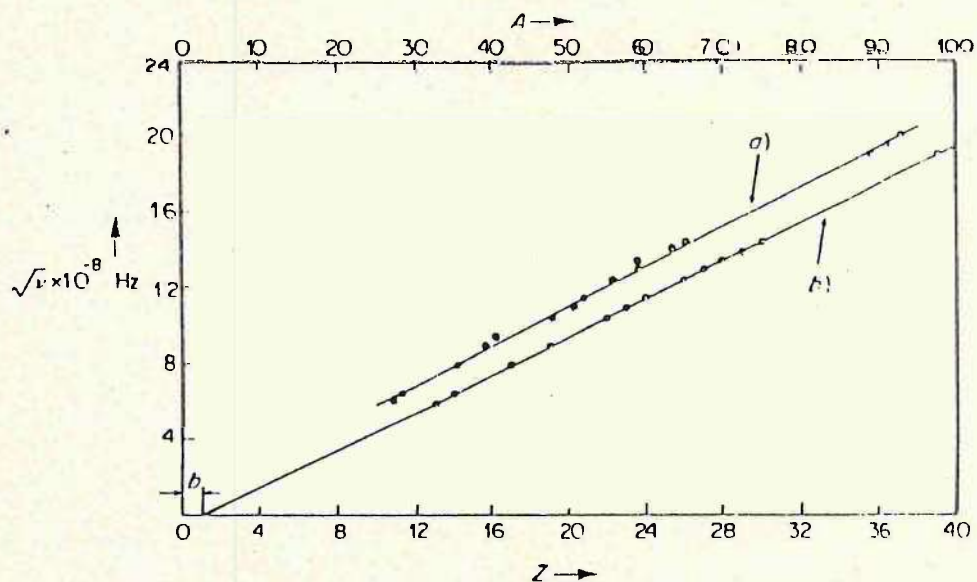


Figura 1.5 Diagrama de Mosely obtenido para la línea K_{α} (Mosely obtuvo una sola línea) a) $\nu^{1/2}$ contra el peso atómico A. b) $\nu^{1/2}$ contra el número atómico Z. (Tomado de Física Atómica de J.C. Willmott, Edit. Limusa, México, 1980).

La línea K_{α} es realmente un doblete, pero Mosely no la resolvió y la consideró como una línea simple.

La ecuación de cada una de las líneas del diagrama de Mosely, viene dada con buena aproximación, por la expresión:

$$\nu = C(Z-1)^2 \quad (1.5)$$

donde: ν : es la frecuencia

C: es una constante

Z: es el número atómico

Para la línea K_{α} , C resultó ser igual a $3/4 R_c$, siendo R la

constante de Rydberg y c la velocidad de la luz en el vacío. La ecuación empírica (1.5) puede escribirse en la forma:

$$v = \frac{3}{4} RC(Z - 1)^2 \quad (1.6)$$

Si ahora se reescribe la ecuación (1.6) de la siguiente manera:

$$v = cR(Z - 1) = \left(\frac{1}{1^2} - \frac{1}{2^2} \right) \quad (1.7)$$

Puede verse que la ecuación empírica de Mosely, es parecida a la ecuación de Bohr para átomos de un solo electrón excepto por el apareamiento del factor $(Z-1)$ en vez de Z . Esta diferencia se debe a que, cuando se intenta predecir cuantitativamente un espectro de rayos X basado en la teoría de Bohr, sólo puede esperarse una aproximación gruesa, pues la teoría se aplica solamente al caso de átomos de un solo electrón.

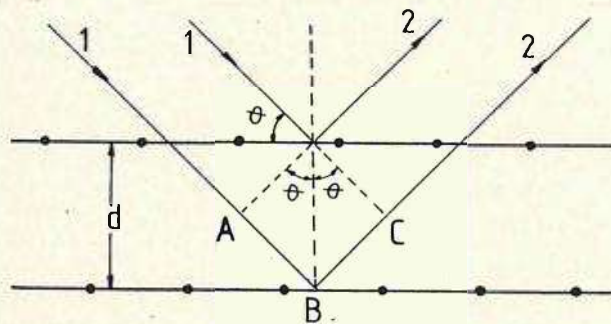
La interpretación de la ecuación empírica de Mosely modificada, es decir la ecuación (1.7), por la teoría de Bohr: es que la línea K_{α} se emite cuando un electrón salta de la órbita de número cuántico principal $n = 2$, a la del número cuántico principal $n = 1$. La aparición del factor $(Z-1)$ en vez de Z puede explicarse suponiendo que el electrón que salta de la órbita $n = 2$ a la $n = 1$, está protegido de la carga nuclear, Z , por la carga de un solo electrón. Esta explicación se comprende mejor considerando la manera como se

producen los rayos X. El elemento del blanco (anticátodo) está constituido por átomos neutros, en los que la primera capa, $n = 1$, contiene dos electrones. De acuerdo con el principio de exclusión de Pauli, en esta capa (K) no puede haber más electrones. El único instante en el que un electrón de la capa L ($n = 2$) puede saltar a la capa K ($n = 1$), es cuando falta uno de los electrones de la capa K de un átomo. Puesto que la mayoría de las otras capas están completas y no admiten más electrones, el electrón de la capa K (arrancado) tendrá que ir a uno de los niveles exteriores no ocupado o ser lanzado completamente fuera del átomo, lo cual dependerá de la energía que le comunique el electrón incidente.

1.8

LEY DE DIFRACCION DE BRAGG.

La teoría de difracción de rayos X fue desarrollada por William L. Bragg (1913), quien demostró que en un plano de átomos de un cristal, llamado plano de Bragg, se refleja la radiación del mismo modo que un espejo plano refleja la luz.



1- rayos X incidentes 2- rayos X reflejados
 Figura 1.6 Difracción de rayos X por un cristal
 (tomado de The Powder Method in X-ray
 Crystallography de L.V. Azaroff, Edit. McGraw-Hill
 Book Company, New York, 1968).

Si se considera la radiación reflejada en los planos de Bragg paralelos y sucesivos, separados una distancia d (figura 1.6); es posible que los haces reflejados en cada plano interfieran constructivamente. Para que se produzca una interferencia constructiva, se requiera que la diferencia de trayectorias entre los dos rayos, sea igual a un número entero de longitudes de onda. O sea:

$$\overline{ABC} = n\lambda \quad (1.8)$$

Pero:
$$\overline{ABC} = \overline{AB} + \overline{BC} = d\text{Sen}\theta + d\text{Sen}\theta \quad (1.9)$$

Por lo que:

$$2d\text{Sen}\theta = n\lambda \quad (1.10)$$

donde:

d : distancia interplanar

θ : ángulo de difracción de Bragg

n : orden de la difracción ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ : longitud de onda.

En el capítulo 3 se muestra, que cuando un polvo fino de un mineral simple o policristalino se expone a rayos X con longitud de onda comparable con los valores de d , lo que puede determinarse directamente es el ángulo de Bragg. Aplicando la ecuación(1.10) para un orden dado, puede calcularse el valor o los valores de d correspondientes.

CAPITULO 2

En este capítulo se discutirán los conceptos básicos de cristalografía. Se comenzará definiendo los conceptos de estructura cristalina, planos cristalinos e índices de Miller, distancia interplanar y factor de multiplicidad. Finalmente se plantearán las relaciones geométricas de una red directa, y se encontrará una expresión general para la distancia interplanar, partiendo del concepto de red recíproca.

2.1 ESTRUCTURA CRISTALINA.

De acuerdo con su estructura, los sólidos se clasifican en cristalinos y amorfos. En los sólidos amorfos, los átomos o moléculas están distribuidos al azar y no siguen un orden definido. La distribución de material alrededor de un punto de un sólido amorfo es particular al mismo y sólo en forma ocasional podrá resultar igual en otro punto.

En un sólido cristalino, los átomos se distribuyen en forma periódica y regular, y dicha periodicidad podrá variar según la dirección que se considere, pero siempre es la misma en direcciones paralelas.

Un sólido cristalino está formado por una serie de caras planas colocadas en distintas direcciones, las cuales forman un conjunto ordenado.

Para cada uno de los cristales que hay en la naturaleza se puede determinar un poliedro característico, que corresponde a la que se denomina celda primitiva de una red cristalina, el

que trasladado a lo largo de los ejes de la red permite reconstruir el cristal en su totalidad.

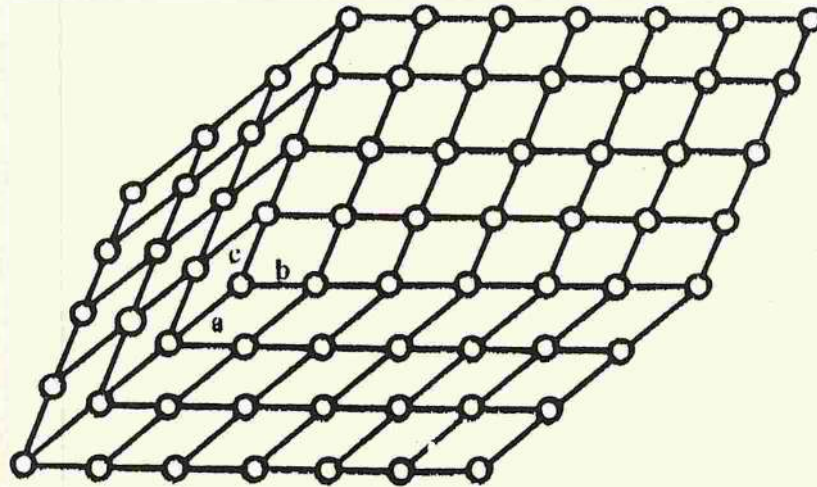


Figura 2.1 Arreglo periódico de un cristal. En general $a \neq b \neq c$ (tomado de Física de los Cristales, de Enrique G. León López. Edit. Limusa, México, 1984).

2.2 PLANOS CRISTALINOS E INDICES DE MILLER.

Los planos cristalinos, a los que también se denominan planos reticulares, son los que forman las ordenaciones paralelas de átomos (Véase Fig. 2.2). De manera más general, un plano reticular, es el que contiene tres nodos no situados en línea recta.

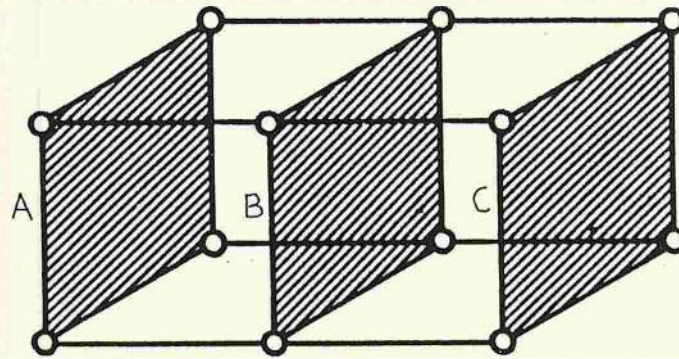


Figura 2.2. Planos reticulares en una estructura cristalina. (tomado de Física de los Cristales de Enrique G. León López, Edit. Limusa, México 1984).

La orientación de los planos cristalinos puede definirse mediante los llamados índices de Miller. Si se conoce la posición de un plano en un cristal, la de los otros planos podrán referirse con respecto a la del primero; así, suponiendo que el plano tomado como referencia corta al eje X a una distancia "a"; al eje Y a una distancia "b"; y al eje Z a la distancia "c": el conocimiento de la relación a:b:c permite identificar este plano. Si otro plano corta al eje X en 2a, al eje Y en 3b y al eje Z en el infinito, el procedimiento para determinar los índices de Miller de este plano es el siguiente:

a) Se toman los inversos de los interceptos: $\frac{a}{2a}$, $\frac{b}{3b}$, $\frac{c}{\infty}$

b) Se convierten a los tres números enteros más pequeños:

$$6(1/2, 1/3, 0) = 3, 2, 0$$

c) Se escriben entre paréntesis: (3 2 0)

Entonces (3 2 0) son los índices de Miller del plano cuyos interceptos son 2,3 e infinito. El conjunto completo de planos cristalográficos equivalentes, de los cuales (h k l) es un miembro se escribe {h k l}. En la figura 2.2 se muestra una familia de tres planos paralelos para las cuales los índices de Miller son semejantes. Siguiendo el mismo procedimiento ya descrito y tomando el plano A en el origen, puede determinarse fácilmente que los planos B y C tienen ambos los índices de Miller (0 1 0). Si después se traslada el origen al plano B, se obtienen los índices de Miller (0 $\bar{1}$ 0) para el plano A.

A la distancia perpendicular entre cada par de planos paralelos y adyacentes del mismo sistema, se les denomina distancia reticular o interplanar, y se representa por d_{hkl} . Para una familia de planos paralelos, la distancia entre cada plano y el plano adyacente será siempre d_{hkl} (ver figura 2.2).

2.3

FACTOR DE MULTIPLICIDAD.

El factor de multiplicidad se define como el número de planos con idéntica distancia interplanar, los cuales difractan un haz de rayos X con el mismo ángulo correcto o de Bragg. El factor de multiplicidad depende de la simetría o estructura cristalina.

En la tabla 2.1 se muestra el tipo de reflexión y el factor de multiplicidad según el sistema cristalino.

Tabla 2.1 Reflexiones y factor de multiplicidad según el sistema cristalino.

Sistema Cristalino	Tipo de reflexión y factor de multiplicidad						
Cúbico	(hkl) 48	(hhl) 24	(hko) 24	(hho) 12	(hhh) 8	(hoo) 6	
Hexagonal	(hkl) 24	(hhl) 12	(hol) 12	(hko) 12	(hho) 6	(hoo) 6	(ool) 2
Tetragonal	(hkl) 16	(hhl) 8	(hol) 8	(hko) 8	(hho) 4	(hoo) 4	(ool) 2
Ortorrómico	(hkl) 8	(hol) 4	(hko) 4	(okl) 4	(hoo) 2	(oko) 2	(ool) 2

(Tomado de X-ray Diffraction Procedures for polycrystalline and Amorphous Materials, de Harold P. Klug, Edit. John Willey and Sons, USA , 1974).

Mientras más grande es el factor de multiplicidad, mayor número de planos producen la misma línea de difracción, y como se verá más adelante, esto producirá mayor engrandecimiento en los anillos del difractograma obtenido según la técnica de Debye-Scherrer. En un difractograma obtenido por la técnica del detector móvil, la existencia de muchas líneas de difracción para las cuales la distancia interplanar es la misma, se determina por la altura relativa de los picos.

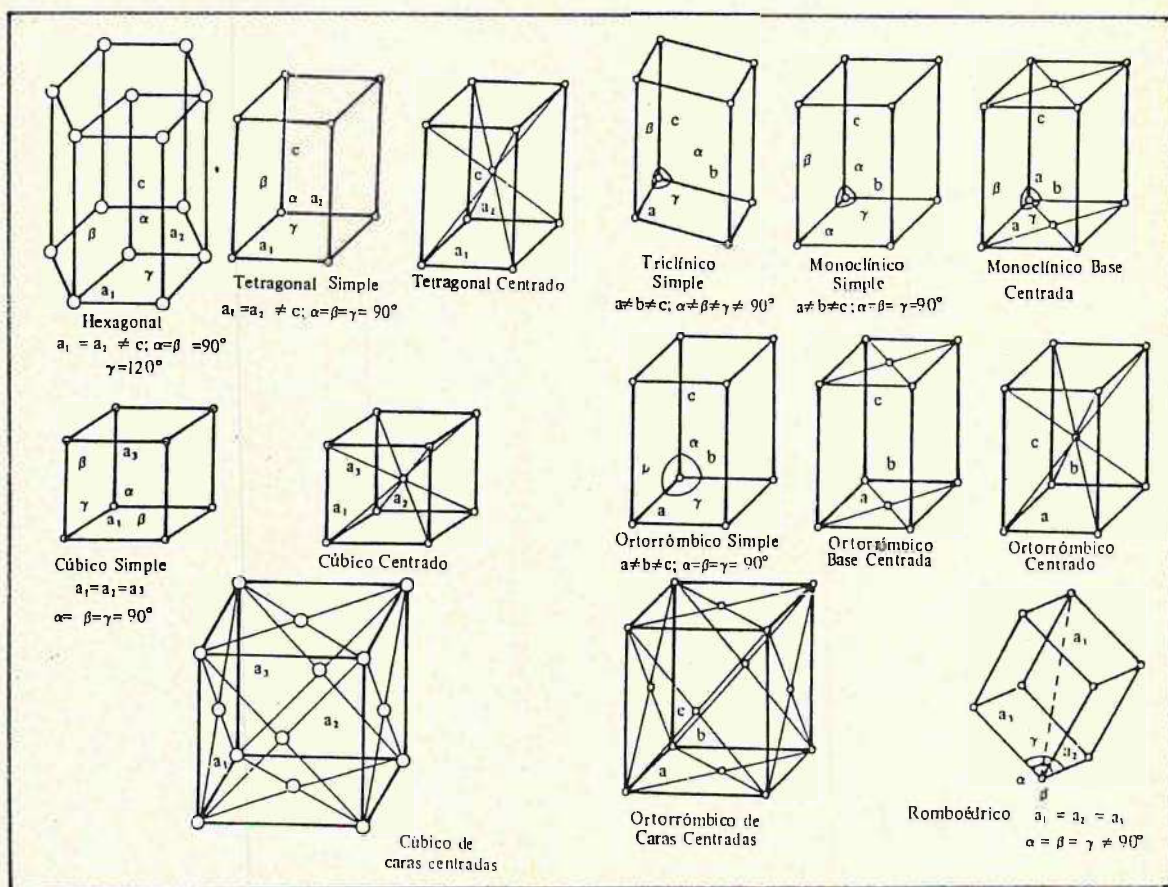
2.4 SISTEMAS CRISTALOGRAFICOS.

Se denomina "sistema cristalino", al conjunto de clases de simetría cuyos cristales tienen análogos los parámetros de la red, como son las aristas a, b y c (llamados ejes) y los ángulos entre dichas aristas. El ángulo entre a y b se designa

γ ; β al ángulo entre a y c , y α al ángulo entre b y c .

Existen catorce formas de acomodarse los puntos en las redes cristalinas, las que se conocen como redes de Bravais; de tal modo que todos los puntos de dichas redes tengan exactamente el mismo medio circundante. Estas catorce redes se pueden agrupar en siete sistemas cristalinos, cada uno de los cuales tiene en común ciertos elementos de simetría característicos, como se muestra en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Los sistema cristalinos



(Tomado de Física de los Cristales, de León López, Enrique G., Edit. Limusa México 1984).

2.6 RELACIONES GEOMETRICAS DE UNA CELDA DIRECTA.

Un problema cuya solución es frecuentemente deseado como dato fundamental de un difractograma, es encontrar las dimensiones de una celda del cristal, las cuales corresponden a los valores observados de "d" (distancia interplanar). Es bastante fácil derivar una expresión para celdas cuyas aristas forman ángulos rectos con respecto a las otras, esto es, para sistemas cristalinos ortogonales. Una celda de base ortogonal se muestra en la figura 2.3a. Los ejes a, b y c son los ejes ortogonales de dicha celda. Una familia de planos (hkl) cortan el eje "a" en h partes, al eje "b" en k partes y al eje "c" en l partes.

Estos planos tienen un espaciamento "d" entre si, uniforme. Nótese que un plano corta la celda en su mismo origen. Es conveniente considerar el espaciamento "d" entre este plano del origen y el primer plano fuera del origen.

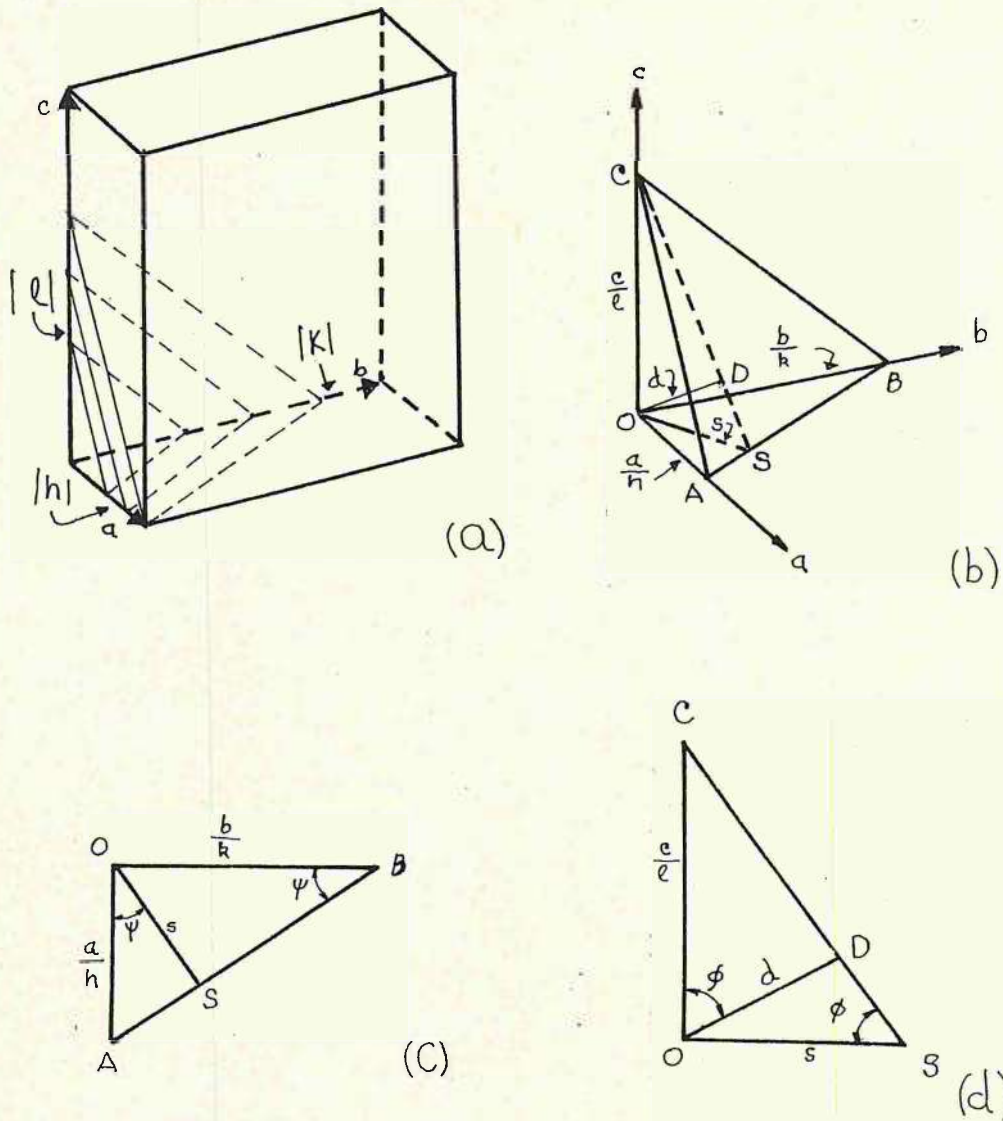


Figura 2.3 Relaciones geométricas de una red directa.
 Tomada de The Powder Method in X-ray Crystallography de L. V. Azaróff, Edit. MacGraw-Hill, New York 1958)
 (Tomado de Física de los Cristales, de León López, Enrique G., Edit. Limusa México 1984).

La Geometría en la región de interés es mostrada en la figura 2.3b, "d" es la longitud que va del origen al plano y es perpendicular a éste último. El primer plano intercepta los ejes a, b y c en A, B y C respectivamente y la distancia de estos puntos de intersección al origen son: a/h , b/k y c/l tal como se muestra en la figura 2.3b.

Para derivar la magnitud "d", es conveniente pasar un plano a través del eje c y perpendicular al plano (hkl) en la línea CS y al plano AOB en la línea OS. El plano AOB se muestra por separado en la figura 2.3c. Nótese que OS es perpendicular a AB, por otro lado, los triángulos AOB y OAS son semejantes, de ahí que:

$$\frac{OA}{OS} = \frac{AB}{OB} \quad (2.1)$$

Sustituyendo los valores de los lados contenidos en la EC. (2.1) se tiene:

$$\frac{\frac{a}{h}}{s} = \frac{\sqrt{\frac{b^2}{k^2} + \frac{a^2}{h^2}}}{\frac{b}{k}} \quad (2.2)$$

$$\frac{1}{s} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2}} \quad (2.4)$$

Similarmente el plano SOC es mostrado separadamente en la figura 2.3d. El segmento OD es perpendicular a SC y los triángulos SOC son semejantes; así que:

$$\frac{OS}{OD} = \frac{SC}{OC} \quad (2.5)$$

Sustituyendo los valores de las longitudes involucradas en la expresión anterior se tiene:

$$\frac{s}{d} = \frac{\sqrt{\frac{c^2}{l^2} + s^2}}{\frac{c}{l}} \quad (2.6)$$

$$\frac{1}{d} = \frac{1}{cs} \sqrt{\frac{c^2}{l^2} + s^2} \quad (2.7)$$

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{1}{s^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (2.8)$$

El valor de $1/s$ ha sido determinado en la ecuación 2.4, si este se sustituye en Ecuación (2.8) resulta:

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (2.9)$$

ó bien:

$$d = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad (2.10)$$

La ecuación (2.10) es la relación general entre la distancia interplanar "d", los índices de Miller (hkl) y los ejes ortogonales a, b y c para una celda ortogonal.

La derivación de la relación entre "d", (hkl), a, b, c y los ángulos entre los ejes para una celda no ortogonal es bastante complicado siguiendo el análisis anterior. Es mucho más simple cuando se hace uso de la red recíproca, lo cual será discutido a continuación.

2.7

LA RED RECÍPROCA.

La red recíproca es invaluable auxiliar para la interpretación de la difracción de rayos X en un cristal. Este concepto también puede ser usado para simplificar grandemente la tarea de asignar índices de Miller a un cristal, particularmente en aquella de simetría compleja, como es el caso del sistema monoclinico y triclinico.

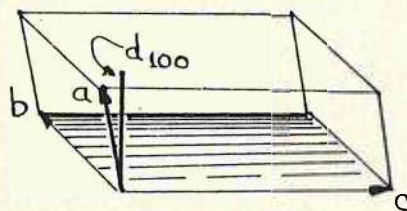


Figura 2.4 Ejes primitivos de una celda directa.

La figura 2.4 muestra los ejes a, b y c de una celda primitiva. El volumen de la celda es:

$$V = \text{Area} \times d_{100} \quad (2.11)$$

$$\text{ó} \quad \frac{1}{d_{100}} = \frac{\text{Area}}{V} \quad (2.12)$$

En notación vectorial, la normal al plano se representa por el vector unitario \hat{n} , entonces:

$$\sigma_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} \hat{n} \quad (2.13)$$

Donde σ_{hkl} es un vector en el espacio recíproco.

Por otro lado, el área del paralelepípedo de la figura 2.6 es igual al producto vectorial de los vectores de su base. Entonces, la expresión 2.12 puede escribirse:

$$\sigma_{100} = \frac{1}{d_{100}} \hat{n} = \frac{bxc}{V} \quad (2.14)$$

Pero el volumen puede escribirse como $a \cdot bxc$; de esta manera:

$$\sigma_{100} = \frac{bxc}{a \cdot bxc} \quad (2.15)$$

Siguiendo el mismo procedimiento para σ_{010} y σ_{001} se obtienen las siguientes expresiones:

$$\begin{aligned} a^* = \sigma_{100} &= \frac{bxc}{a \cdot bxc} = \frac{bc \text{Sen} \alpha}{V} \\ b^* = \sigma_{010} &= \frac{cxa}{a \cdot bxc} = \frac{ac \text{Sen} \beta}{V} \\ c^* = \sigma_{001} &= \frac{axb}{a \cdot bxc} = \frac{ab \text{Sen} \gamma}{V} \end{aligned} \quad (2.16)$$

siendo a^* , b^* y c^* , los vectores primitivos de una red recíproca y a , b y c los vectores primitivos de la red directa. V es el volumen de la red directa.

a^* es perpendicular a b y c

b^* es perpendicular a c y a

c^* es perpendicular a a y b

Estas condiciones generan las siguientes relaciones vectoriales:

$$a^* \cdot b = a^* \cdot c = b^* \cdot c = b^* \cdot a = c^* \cdot a = c^* \cdot b = 0 \quad (2.18)$$

$$a^* \cdot a = b^* \cdot b = c^* \cdot c = 1 \quad (2.19)$$

El espaciamiento entre los planos contiguos de una familia de planos (hkl) puede representarse en el espacio recíproco por el vector:

$$\sigma_{hkl} = h a^* + k b^* + l c^* \quad (2.20)$$

Al hacer el producto escalar del vector σ_{hkl} con él mismo se obtiene:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2hka^*b^* \cos \gamma^* + 2klb^*c^* \cos \alpha^* + 2lha^*c^* \cos \beta^*}{\quad} \quad (2.21)$$

donde $\frac{1}{d_{hkl}^2} = \sigma_{hkl} \cdot \sigma_{hkl}$ (Véase Ec. 2.13)

Además de las relaciones entre los parámetros lineales de la celda directa y las recíprocas dados en (2.16), también se dan las relaciones siguientes entre los parámetros angulares¹:

¹ L. V. Azároff, The Power Method in X-ray Crystallography. (Edit. McGraw-Hill, New York, 1959), Pag. 98.

$$\cos\alpha^* = \frac{\cos\beta \cos\gamma - \cos\alpha}{\sin\beta \sin\gamma}$$

$$\cos\beta^* = \frac{\cos\gamma \cos\alpha - \cos\beta}{\sin\gamma \sin\alpha} \quad (2.22)$$

$$\cos\gamma^* = \frac{\cos\alpha \cos\beta - \cos\gamma}{\sin\alpha \sin\beta}$$

Si ahora se sustituyen en la ecuación (2.21) las relaciones dadas en (2.16) y (2.22) se obtiene:

$$\begin{aligned} \frac{1}{d_{hkl}^2} &= \frac{h^2 b^2 c^2 \sin^2 \alpha}{v^2} + \frac{k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta}{v^2} + \frac{l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma}{v^2} \\ &+ 2hk \frac{bc \sin \alpha}{v} \cdot \frac{ac \sin \beta}{v} \cdot \frac{\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma}{\sin \alpha \sin \beta} \\ &+ 2hl \frac{bc \sin \beta}{v} \cdot \frac{ac \sin \gamma}{v} \cdot \frac{\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha}{\sin \beta \sin \gamma} \\ &+ 2lh \frac{bc \sin \gamma}{v} \cdot \frac{ac \sin \alpha}{v} \cdot \frac{\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta}{\sin \gamma \sin \alpha} \\ \frac{1}{d_{hkl}^2} &= \frac{h^2}{v^2} \frac{b^2 c^2 \sin^2 \alpha}{v^2} + \frac{k^2}{v^2} \frac{a^2 c^2 \sin^2 \beta}{v^2} + \frac{l^2}{v^2} \frac{a^2 b^2 \sin^2 \gamma}{v^2} \\ &+ 2hk \frac{abc^2}{v^2} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ &+ 2hk \frac{a^2 bc}{v^2} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \\ &+ 2hk \frac{ab^2 c}{v^2} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \end{aligned} \quad (2.23)$$

Esta forma general es fácilmente reducida de acuerdo al sistema cristalino, tal como se muestra a continuación.

2.7.1. Sistema Cúbico.

Condiciones $a = b = c.$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = a^3$

Reducción:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h^2 \frac{a^2 \cdot a^2 \cdot 1}{a^6} + k^2 \frac{a^2 \cdot a^2 \cdot 1}{a^6} + l^2 \frac{a^2 \cdot a^2 \cdot 1}{a^6} + 0 + 0 + 0$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2.24)$$

2.7.2. Sistema Tetragonal.

Condiciones $a = b \neq c.$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = a^2c$

Reducción:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h^2 \frac{a^2 \cdot c^2 \cdot 1}{a^4c^2} + k^2 \frac{a^2 \cdot c^2 \cdot 1}{a^4c^2} + l^2 \frac{a^2 \cdot c^2 \cdot a}{a^4c^2} + 0 + 0 + 0$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.25)$$

2.7.3. Sistema Ortorrómbico.

Condiciones $a \neq b \neq c.$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = abc$

Reducción:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h^2 \frac{b^2 \cdot c^2 \cdot 1}{a^2b^2c^2} + k^2 \frac{a^2 \cdot c^2 \cdot 1}{a^2b^2c^2} + l^2 \frac{a^2 \cdot b^2 \cdot 1}{a^2b^2c^2} + 0 + 0 + 0$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.26)$$

Procedimientos similares pueden seguirse para hallar la expresión particular correspondiente a la ecuación (2.23) en los demás sistemas cristalinos.

Un resumen de la relación entre la distancia interplanar y los parámetros de la red, puede verse en la tabla 2.3

Tabla 2.3 Relación entre la distancia interplana y los parámetros de la red directa.

Sistema Cristalino	$\frac{1}{d^2 hkl}$
Cúbico	$\frac{1}{a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$
Tetragonal	$\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Hexagonal	$\frac{4}{3a^2} (h^2 + k^2 + l^2) + \frac{l^2}{c^2}$
Romboédrico	$\frac{1}{a^2} \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \text{Sen}^2 \alpha + 2(hk + kl + lh)(\text{Cos} \alpha - \text{Cos} \alpha)}{1 - 2\text{Cos}^2 \alpha + 3\text{Cos} \alpha}$
Monoclínico	$\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{b^2} - \frac{2hk \text{Cos} \gamma}{ab}}{\text{Sen} \gamma} + \frac{l^2}{c^2}$ (a)
	$\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2kl \text{Cos} \beta}{ac}}{\text{Sen} \beta} + \frac{k^2}{b^2}$ (b)
Triclínico	$\left[\begin{aligned} &\frac{h^2}{a^2} \text{Sen} 2\alpha + \frac{k^2}{b^2} \text{Sen} \beta + \frac{l^2}{c^2} \text{Sen}^2 \gamma \\ &+ \frac{2hk}{ab} (\text{Cos} \alpha \text{Cos} \beta - \text{Cos} \gamma) + \frac{2kl}{bc} (\text{Cos} \beta \text{Cos} \gamma - \text{Cos} \alpha) \\ &+ \frac{2hk}{ca} (\text{Cos} \gamma \text{Cos} \alpha - \text{Cos} \beta) \end{aligned} \right] \\ 1 - \text{Cos}^2 \alpha - \text{Cos}^2 \beta - \text{Cos}^2 \gamma + 2\text{Cos} \alpha \text{Cos} \beta \text{Cos} \gamma$

(Tomado de The Powder Method in X-ray Crystallography, de L. V. Azároff. Edit. McGraw-Hill, New York 1958)

CAPITULO 3

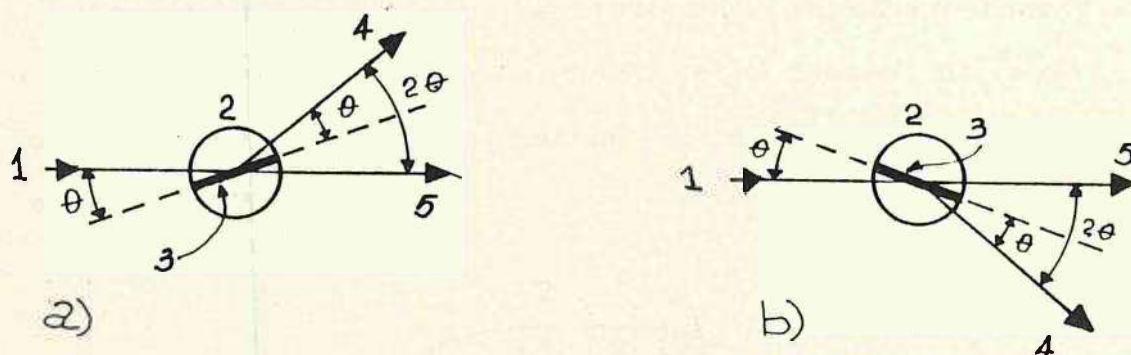
En este capítulo se describen tanto teórica como experimentalmente las dos técnicas básicas de difracción de rayos X por el método de polvo; ellos son la técnica de la cámara de difracción de Debye-Scherrer, y la técnica del detector móvil. Finalmente se presentan los valores experimentales de las distancias interplanares y los compuestos que le fueron identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque.

3.1 DIFRACCION DE RAYOS SEGUN EL METODO DE POLVO.

En la difracción de rayos X según el método de polvo, se utiliza una muestra finamente pulverizada de material a analizar, sobre la cual se hace incidir un haz de rayos X monocromáticos. El hecho de usar un polvo formado por un gran número de cristalitas, se hace con el fin de que siempre haya algunos de ellos con orientación correcta para producir una reflexión de Bragg.

En la figura 3.1a se muestra un grano único de una muestra de polvo, el cual tiene un plano que forma un ángulo θ con un haz incidente de rayos X. El haz difractado forma también el mismo ángulo θ con respecto al plano, y con el haz directo formará un ángulo de 2θ . Si el grano se encuentra girando alrededor de su eje, el cual es perpendicular al plano del papel, habrá un momento que el plano cristalino se encuentre formando el mismo ángulo θ con respecto al haz incidente de rayos X, pero

en la posición mostrada en la figura 3.1b; el resultado es la formación de un cono de difracción.



1- haz incidente
2- grano de polvo
3- plano difractante

4- haz difractado
5- haz directo

Figura 3.1 Haces difractados por un solo plano de un grano de polvo.

En el método de polvo existen dos variantes ampliamente usadas, las cuales son:

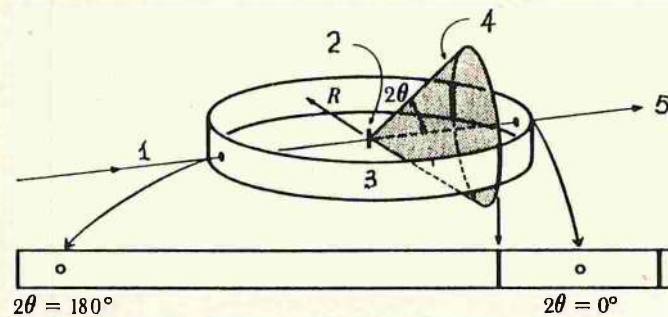
- a) la técnica de la cámara de Debye-Scherrer, y
- b) la técnica del detector móvil.

Ambas técnicas serán detalladas a continuación.

3.1.1 Técnica de Debye-Scherrer.

La técnica de Debye-Scherrer, consiste en colocar la muestra en el interior de un tubo capilar de paredes delgadas, el cual es colocado en el centro geométrico de una cámara llamada de Debye-Scherrer. Durante la exposición la muestra está girando, con el fin de lograr que el mayor número de planos estén en la dirección correcta con respecto al haz incidente de rayos X.

Los conos de difracción producidos por la muestra, inciden sobre una película que es sensible a los rayos X colocada a su alrededor, en el cilindro interno de la cámara. Al revelar la película se obtiene un patrón de difracción, el cual se analiza posteriormente.



- | | |
|------------------|--------------------------------|
| 1- haz incidente | 4- cono de rayos X difractados |
| 2- muestra | 5- haz directo |
| 3- película | |

Figura 3.2 Formación de los anillos de difracción sobre la película en la técnica de Debye-Scherrer.

3.1.2 Arreglo Experimental Según la Teoría de Debye-Scherrer.

Según la técnica de Debye-Scherrer, se deben seguir los siguientes pasos para la obtención de un patrón de difracción:

- 1- Preparación de la muestra.
- 2- Montaje y centrado de la muestra
- 3- Alineado de la cámara
- 4- Montaje de la película
- 5- Exposición de la muestra
- 6- Revelado y fijado de la película.

3.1.2.1 Preparación de la muestra. La muestra de interés debe

ser reducida a fragmentos cuyo tamaño oscile entre los 20μ y los 100μ . Luego de esta operación de molido, el polvo debe tamizarse o colarse para obtener granos cuyo tamaño no sea mayor de 28μ . Una vez molida y tamizada la muestra, se procede a la formación de un espécimen cilíndrico de 1 mm. de diámetro y 5 mm. de longitud, el cual será colocado en la cámara de Debye-Scherrer para su correspondiente exposición.

3.1.2.2 Montaje y centrado de la muestra. El espécimen cilíndrico se coloca en el portamuestra de la cámara y se centra de la manera siguiente: se coloca en el extremo de uno de los colimadores de la cámara, un lámpara de manera que un rayo de luz penetre por el agujero del colimador, y mientras se gira el tornillo de centrado, debe observarse a través del otro colimador hasta que la muestra se interponga entre el ojo del observador y el rayo de luz. Esto garantiza que la muestra se encuentra en la trayectoria del haz incidente de rayos X.

3.1.2.3 Alineado de la cámara. Habiendo montado y centrado la muestra en la cámara, puede procederse a alinear la cámara con el haz de rayos X como sigue: colóquese la cámara en su soporte y deslícese hasta que el colimador de entrada encaje en el hueco de la ventana del tubo de rayos X. Luego quítese el colimador de salida y póngase en su lugar un colimador especial que contiene una pantalla fluorescente transversalmente a su eje.

Después de esto enciéndase el aparato de rayos X, y moviendo el soporte portacámara, debe observarse la fluorescencia producida por el haz de rayos X sobre la pantalla, justo en el centro de ésta.

3.1.2.4 Montaje de la película. Estando debidamente montada y centrada la muestra en la cámara, así como alineada esta última con el haz de rayos X, se procede a colocar la película contra el cilindro interior de la cámara. Esta operación debe hacerse en un cuarto oscuro para evitar que la película sea velada. Otro cuidado que debe tenerse es el de no tocar la superficie de la película con los dedos, pues la huella aparecerá al revelar la película y dificultará la lectura del patrón de difracción. Una vez montada la película, se colocan los colimadores y la tapa de la cámara. Finalmente se ajusta la película contra las paredes internas de la cámara, mediante un tensor especial dispuesto para este fin.

3.1.2.5 Exposición de la muestra. El tiempo promedio de exposición de la muestra a la radiación es de dos horas. En caso de no tenerse información sobre el tiempo de exposición, puede aumentarse o disminuirse el tiempo de acuerdo a la calidad del patrón de difracción obtenido.

3.1.2.6 Revelado de la película. El revelado de la película se lleva a cabo en un cuarto oscuro de la siguiente manera: a) durante 2.5 minutos se mantiene la película en la solución reveladora, sin agitar y asegurándose que éste completamente

inmersa, b) durante 30 segundos se introduce en agua destilada a temperatura ambiente (no se debe agitar), c) durante 3.5 minutos se mantiene inmersa en la solución fijadora, agitando durante 5 segundos cada 30 segundos y d) la película se lava en agua de chorro por unos 2 o 3 minutos. En el apéndice I se muestra el procedimiento para preparar la solución de revelado y de fijado.

3.1.3 Significado físico del difractograma obtenido con la técnica de Debye-Scherrer.

Tal como se explicó en la sección 3.1.1, los conos de radiación provenientes de los planos cuyas distancias interplanares satisfacen la ley de Bragg; interceptan la película dando origen a los anillos que se observan en la figura 3.3b.

La relación entre θ y la distancia S entre arcos correspondientes, de acuerdo a la figura 3.3a es:

$$4\theta = \frac{S}{R} \quad (\text{Radianes}) \quad (3.1)$$

$$4\theta = S \left(\frac{180^\circ}{\pi R} \right) \text{ grados} \quad (3.2)$$

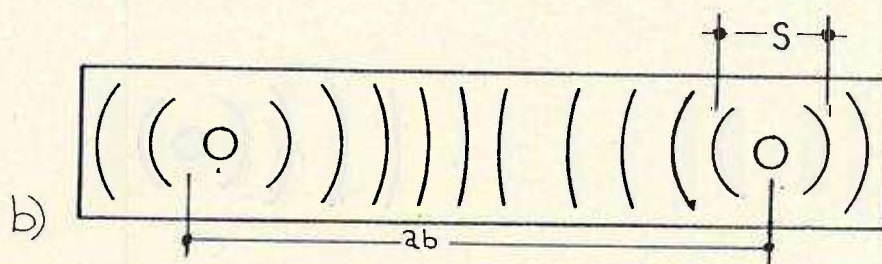
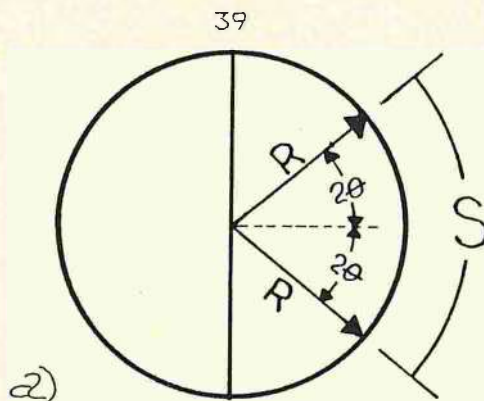


Figura 3.3 a) Relación geométrica entre θ y S .
b) Medición lineal de S .

Si $R = \frac{180}{\pi}$ mm. ≈ 57.3 mm., entonces la ecuación (3.2) puede escribirse: $\theta = \frac{S}{4}$ ó bien $\theta = \frac{S'}{4}$ (3.3)

siendo: $S' = S + S \frac{P}{100}$ (3.4)

donde P es la diferencia entre la distancia teórica ab (ver figura 3.3b) y la distancia medida experimentalmente.

Una vez determinado el ángulo θ , se puede aplicar la ley de Bragg para calcular la distancia interplanar para cada par de arcos.

Es importante tener en cuenta que cada cono de difracción es el lugar geométrico generado por los rayos X difractados por todos aquellos planos cuya orientación con respecto al haz incidente es tal que se cumple la ley de Bragg. Por esta razón, cada par de anillos correspondientes del difractograma,

puede ser la contribución de más de una familia de planos.

Dos características son importantes en el difractograma obtenido por la técnica de Debye-Scherrer, estos son:

a) la distancia lineal entre cada par de arcos correspondientes .

b) el ennegrecimiento relativo de los arcos.

La distancia lineal entre cada par de arcos correspondientes depende de θ (ángulo correcto): mientras que el mayor o menor ennegrecimiento es función del número de planos difractantes que producen la misma línea de difracción.

3.1.4 Técnica del Detector Móvil.

En la técnica del detector móvil, se hace incidir un haz de rayos X monocromáticos sobre la muestra de polvo, al tiempo que un contador de centelleo móvil, se mueve alrededor de un goniómetro, para detectar los haces difractados por la muestra. El contador de centelleo envía la señal para que sea registrada en un graficador, obteniéndose así un difractograma que puede ser analizado para identificar los componentes minerales de la muestra y/o los parámetros de la red.

3.1.5 Arreglo Experimental en la Técnica del Detector Móvil.

Según la técnica del Detector Móvil, se deben seguir los siguientes pasos para obtener un difractograma:

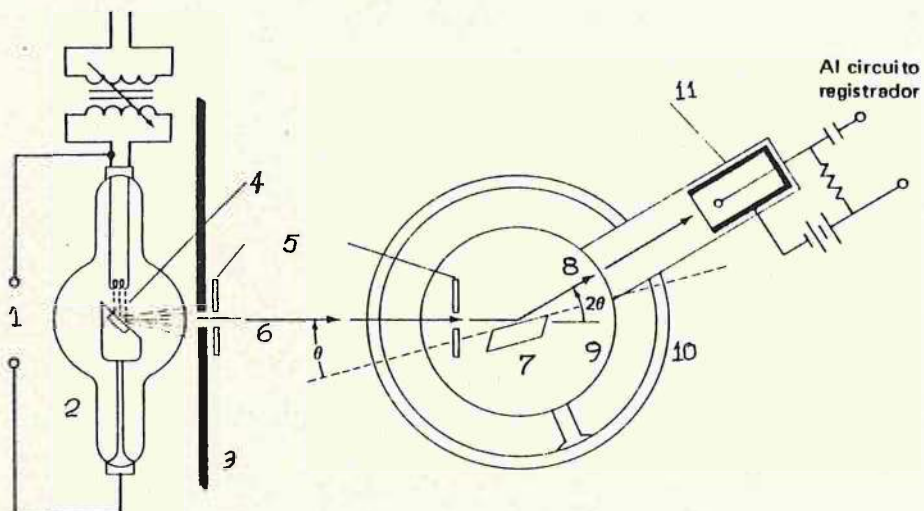
- 1- preparación de la muestra
- 2- montaje y centrado de la muestra

3- selección del ángulo de barrido del detector

4- obtención de un difractograma.

3.1.5.1 Preparación de la muestra. La preparación de la muestra de interés, es la de la misma forma que fue explicado en la sección 3.1.2.1, para el caso de la técnica Debye-Scherrer.

3.1.5.2 Montaje la muestra. La muestra pulverizada se coloca en el portamuestra localizado en el centro del goniómetro, tal como se ilustra en el figura 3.4.



- | | |
|---------------------------------|--------------------------|
| 1- alto voltaje | 7- muestra |
| 2- tubo de rayos X | 8- haz difractado |
| 3- escudo de plomo | 9- goniómetro |
| 4- electrones de alta velocidad | 10- mesa |
| 5- colimadores | 11- contador de centello |
| 6- haz de rayos X | |

Figura 3.4 Disposición experimental según la técnica del detector móvil. (tomado de Curso de Física Moderna, de Virgilio Acosta, Edit. Harla, México 1975).

3.1.5.3 Selección del ángulo de barrido. El ángulo de barrido sobre el goniómetro, por parte del detector móvil puede seleccionarse a conveniencia por el experimentador. En este trabajo el ángulo de barrido fue seleccionado en el intervalo de $2\theta = 3^\circ$ a $2\theta = 59^\circ$.

3.1.5.4 Obtención del difractograma. El difractograma es obtenido simultáneamente a la exposición de la muestra. Para ésto, el registrador grafica la intensidad del haz difractado contra 2θ (siendo θ el ángulo correcto) en el mismo momento en que aquel se produce. El difractograma obtenido en este trabajo se muestra en la figura 3.5.

3.1.6 Significado Físico del Difractograma.

El difractograma obtenido por la técnica del detector móvil, es una serie de picos tal como se muestra en la figura 3.6. El eje vertical representa la intensidad de los haces difractados y el eje horizontal, el ángulo θ para el cual se produce la difracción. Cada pico representa un haz difractado, y la altura del pico es proporcional a la intensidad de dicho haz. Para cada pico puede leerse el ángulo θ que le corresponde y con este dato y sabiendo que $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$, se puede calcular la distancia interplanar empleando la ley de Bragg.

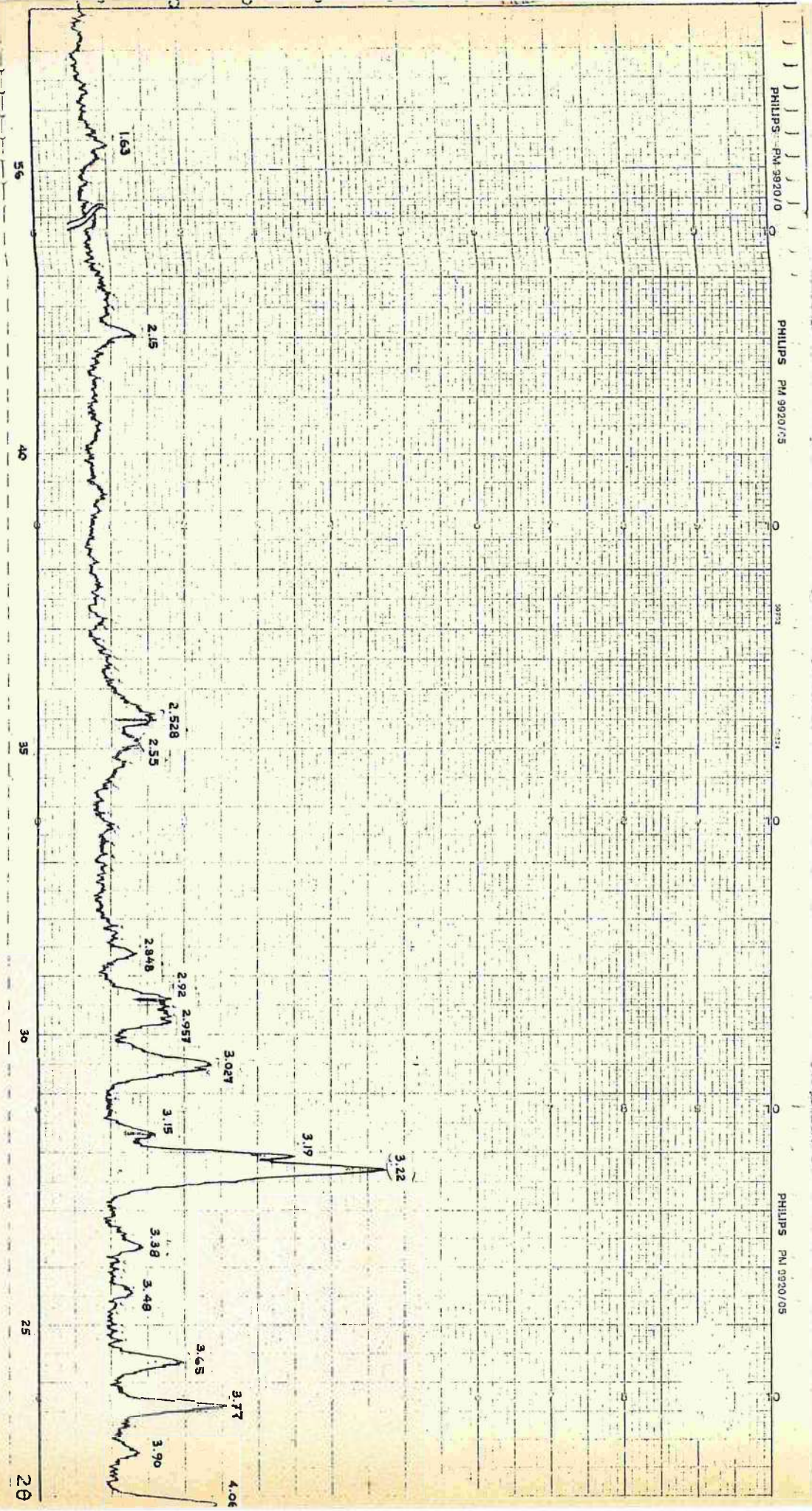


Figura 3.5 Difractrograma de la lava de Quezaltenpeque obtenido por la técnica del detector mdv11

3.2 IDENTIFICACION DE LOS COMPONENTES DE LA MUESTRA.

En la tabla 3.1a se muestran los valores experimentales de la distancia interplanar, determinados empleando la técnica de Debye-Scherrer; la tabla 3.2a contiene los valores de la distancia interplanar encontrados con la técnica del detector móvil.

Los componentes identificados empleando la técnica de Debye-Scherrer, se muestran en la tabla 3.1b; y los resultados obtenidos siguiendo la técnica del detector móvil, son mostrados en la tabla 3.2b.

El procedimiento para la identificación de los componentes de la muestra fue el siguiente:

a) Primero se identifican los valores de distancia interplanar (d) para las líneas más internas de cada componente: comparando cada uno de los valores experimentales de " d " con el conjunto de valores correspondientes a las líneas más intensas de un compuesto dado, según el libro "Powder Diffraction, Search Manual Hanawalt Method". Si se observa correspondencia se anota el número de ficha del compuesto y el número de tomo del manual "Powder Diffraction File, Alphabetic Index" donde se ubica.

b) Sabiendo el número de ficha del compuesto puede hacerse una identificación más completa de los valores de " d ".

En la mayoría de los casos, el tipo de simetría del compuesto está indicado en su ficha correspondiente.

Tabla 3.1a Resumen de las medidas y cálculos, en el difractograma de la muestra de lava volcánica de Quezaltepeque, obtenidos por la técnica de Debye-Scherrer.

Lineas	S (mm)	Corrección C=SxP/100	S' = S + C	$\theta = S' / 2$	Sen θ	$d = \frac{1.54A}{2 \text{ Sen}\theta}$
1	26.50	0.09275	26.59275	13.296375	0.22998	3.34 ± 0.2
2	27.30	0.09555	27.4911	13.74555	0.23761	3.24 ± 0.2
3	27.85	0.097475	27.947475	13.973738	0.24147	3.19 ± 0.2
4	29.50	0.10325	29.60325	14.8001625	0.25547	3.01 ± 0.2
5	29.60	0.1036	29.7036	14.8518	0.25631	3.01 ± 0.2
6	31.05	0.111475	31.961475	15.980738	0.27531	2.80 ± 0.1
7	33.60	0.1176	33.7176	16.8588	0.290041	2.66 ± 0.1
8	33.75	0.118125	33.868125	16.934063	0.29127	2.64 ± 0.1
9	35.60	0.1246	35.7246	17.8623	0.30673	2.51 ± 0.1
10	38.00	0.1358	38.9358	19.4679	0.33327	2.31 ± 0.05
11	40.20	0.1407	40.3407	20.17035	0.34481	2.22 ± 0.06
12	41.00	0.1435	41.1435	20.57175	0.35138	2.19 ± 0.04
13	41.45	0.145075	41.595075	20.797538	0.35506	2.17 ± 0.04
14	44.05	0.154175	44.204175	22.102088	0.37625	2.05 ± 0.04
15	44.55	0.155925	44.705925	22.352963	0.38031	2.02 ± 0.03
16	54.60	0.1911	54.7911	27.39555	0.46013	1.67 ± 0.01
17	54.65	0.191275	54.841275	27.420638	0.46051	1.67 ± 0.01
18	60.60	0.1221	60.7221	30.36105	0.50544	1.52 ± 0.01
19	61.00	0.2135	61.2135	30.60675	0.511914	1.51 ± 0.01
20	64.10	0.22435	64.32435	32.162175	0.53231	1.45 ± 0.1
21	65.00	0.2275	65.2275	32.61375	0.53897	1.43 ± 0.01

Tabla 3.1b Compuestos identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque, empleando la técnica de Debye-Scherrer.

Valor experimental de "d" (Å)	Valor de "d" según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{Å}$)	Compuesto	Sistema Cristalino
2.05 \pm 0.04 3.19 \pm 0.02 2.66 \pm 0.10 3.19 \pm 0.20 1.67 \pm 0.01	1.95 3.19 2.67 3.19 1.67	Na ₂ O	Cúbico
2.51 \pm 0.10 2.17 \pm 0.04 2.51 \pm 0.10 2.02 \pm 0.03 1.52 \pm 0.01	2.40 2.11 2.40 1.98 1.53	Al ₂ O ₃	Cúbico
2.51 \pm 0.10 1.67 \pm 0.01 2.66 \pm 0.10 2.66 \pm 0.10 1.45 \pm 0.10	2.41 1.70 2.78 2.778 1.451	CaO	Cúbico
3.34 \pm 0.20 2.23 \pm 0.06 2.23 \pm 0.06 2.17 \pm 0.04 2.02 \pm 0.03 1.67 \pm 0.01 1.67 \pm 0.01 1.52 \pm 0.01 1.43 \pm 0.01 1.43 \pm 0.01	3.34 2.28 2.237 2.128 1.98 1.672 1.659 1.453 1.418 1.382	SiO ₂	Hexagonal
2.17 \pm 0.04 1.51 \pm 0.01 2.51 \pm 0.01	2.11 1.49 2.431	MgO	Cúbico
3.24 \pm 0.20 2.17 \pm 0.04 3.34 \pm 0.20 3.34 \pm 0.20	3.04 2.16 3.50 3.50	KO ₂	Cúbico

Tabla 3.1b (Continuación)

Valor experimental de "d" (Å)	Valor de "d" según el método Hanawalt($\pm 0.01\text{Å}$)	Compuesto	Sistema Cristalino
2.80 \pm 0.10	2.69	Fe ₂ O ₃	Romboédrico
1.67 \pm 0.01	1.69		
2.51 \pm 0.10	2.51		
2.23 \pm 0.06	2.285		
2.17 \pm 0.04	2.201		
2.02 \pm 0.30	2.07		
1.67 \pm 0.01	1.634		
1.51 \pm 0.01	1.484		
1.45 \pm 0.10	1.452		
3.34 \pm 0.20	3.14		
2.51 \pm 0.10	2.41		
1.67 \pm 0.01	1.63		
3.34 \pm 0.20	3.14		
2.17 \pm 0.04	2.21		
2.17 \pm 0.04	2.12		
2.02 \pm 0.03	1.98		
1.67 \pm 0.01	1.68		
1.52 \pm 0.01	1.56		
1.43 \pm 0.01	1.43		

Tabla 3.2b Componentes identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque, empleando la técnica del detector móvil.

Componente	Sistema Cristalino	Valores conocidos de "d" según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{\AA}$)	Valores experimentales de "d" ($\pm 0.01\text{\AA}$)
Al_2O_3	Cúbico	1.39	----
		2.40	2.40
		2.11	2.11
		2.40	2.40
		1.98	1.98
		1.53	----
MnO_2	Tetragonal	3.14	3.14
		2.41	2.41
		1.63	1.63
		3.14	3.14
		3.48	3.48
		2.21	2.20
		2.13	2.12
		1.98	1.98
		1.81	1.80-1.82
		1.68	1.68
		1.63	1.63
		1.56	----
		1.43	----
		1.40	----
1.31	----		
1.25	----		
1.20	----		
KO_2	Cúbico	3.04	3.04
		2.16	2.16
		3.50	3.50
		3.50	3.50
		1.83	1.82-1.83
		1.76	1.76
		1.40	----
		1.36	----

Tabla 3.2b (Continuación)

Componente	Sistema Cristalino	Valores conocidos de "d" según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{\AA}$)	Valores experimentales de "d" ($\pm 0.01\text{\AA}$)
Fe_2O_3	Romboédrico	2.69	2.70
		1.69	1.69
		2.51	2.51
		3.66	3.65
		2.285	2.29
		2.201	2.20
		2.070	2.09
		1.838	1.83-1.84
		1.69	1.68-1.69
		1.634	1.63
		1.596	1.60
		1.484	-----
		1.452	-----
		1.349	-----
		1.310	-----
		1.258	-----
		1.226	-----
1.213	-----		
1.189	-----		
1.162	-----		
1.141	-----		
CaO	Cúbico	2.41	2.41
		1.70	1.70
		2.78	2.77
		2.778	2.77
		1.451	-----
		1.390	-----
		1.203	-----
1.104	-----		
Na_2O	Cúbico	1.95	1.95
		3.19	3.19
		2.76	2.76
		3.19	3.19
		1.67	1.67
		1.60	1.60
1.39	-----		

Tabla 3.2b (Continuación)

Componente	Sistema Cristalino	Valores conocidos de "d" según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{\AA}$)	Valores experimentales de "d" ($\pm 0.01\text{\AA}$)
SiO ₂	Hexagonal	3.34	3.34
		4.26	4.27
		1.82	1.82
		2.456	2.46
		2.282	2.29
		2.237	2.23
		2.128	2.12
		1.980	1.98
		1.801	1.80
		1.672	1.67
		1.659	1.65
		1.608	1.60
		1.541	----
		1.453	----
		1.418	----
		1.382	----
1.375	----		
1.372	----		
1.288	----		
1.256	----		

CAPITULO 4

En este capítulo se describe el método analítico de red directa para determinar los índices de Miller. También se presentan tablas resumen de los cálculos realizados para determinar los índices de Miller a los componentes de la lava volcánica de Quezaltepeque.

4.1 DETERMINACION DE LOS INDICES DE MILLER EMPLEANDO LA RED DIRECTA.

Una vez determinado el conjunto de valores de distancia interplanar (d) que le corresponden a cada componente de la lava volcánica de Quezaltepeque, es conveniente asignar los índices de Miller a todas las reflexiones que pertenecen a la misma componente, con el objeto de que dichas líneas puedan ser eliminadas de otras consideraciones.

Conociendo el tipo de simetría de cada componente, puede usarse la ecuación del componente que relaciona la distancia interplanar (d) y los índices de Miller (hkl), dadas en la tabla 2.3; y combinándola con la ecuación de Bragg para $n=1$, puede obtenerse una expresión que permita la asignación de los índices de Miller para cada reflexión que ha sido obtenida experimentalmente a partir del difractograma y que corresponden a la misma componente.

4.1.1 Sistema Cúbico.

Para un cristal perteneciente al sistema cúbico, la relación entre la distancia interplanar (d) y los índices de Miller

(hkl), está dada por la siguiente expresión (ver Ec. 2.10 en la tabla 2.3).

$$d^2_{hkl} = \frac{a^2}{Q} \quad (4.1)$$

donde: $Q = h^2 + k^2 + l^2$ y h, k y l son tres números enteros que representan a los índices de Miller; a es la longitud de cada uno de los tres ejes ortogonales de la red.

Es fácil darse cuenta que siendo h, k y l tres números enteros, Q que es la suma de sus cuadrados también será un entero.

Combinando la expresión (4.1) con la ecuación de Bragg para las reflexiones de primer orden se tiene:

$$\frac{\lambda^2}{4\text{Sen}^2\theta} = \frac{a^2}{Q} \quad (4.2)$$

La ecuación (4.2) puede reescribirse de la siguiente manera:

$$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q} = \frac{\lambda^2}{4a^2} = \text{constante} \quad (4.3)$$

Expresión que puede emplearse para determinar los índices de Miller de un cristal del sistema cúbico. Es importante tener en cuenta que Q no puede tomar los valores 7, 15, 23, 28, 31, etc., debido a que no es posible obtenerlos por la suma de los cuadrados de tres números enteros.

El procedimiento práctico para obtener los índices de Miller de las reflexiones producidas por un cristal del sistema

cúbico, se ilustra con el siguiente ejemplo:

Supóngase que:

$$\frac{\text{Sen}^2\theta_1}{3} = \frac{\text{Sen}^2\theta_2}{8} = \frac{\text{Sen}^2\theta_3}{12} = \text{cte} \quad (4.4)$$

Donde θ_1 , θ_2 y θ_3 son tres ángulos que han sido determinados experimentalmente; 3, 8 y 12 son los valores que toma Q cada vez.

Entonces:

Para $Q = 3$; $h^2 + k^2 + l^2 = 1^2 + 1^2 + 1^2$ y $(hkl) = (111)$

Para $Q = 8$; $h^2 + k^2 + l^2 = 2^2 + 2^2 + 0$ y $(hkl) = (220)$

Para $Q = 12$; $h^2 + k^2 + l^2 = 2^2 + 2^2 + 2^2$ y $(hkl) = (222)$

(111), (220) y (222) representan los índices de miller de tres planos orientados con ángulos θ_1 , θ_2 y θ_3 con respecto al haz incidente de rayos X, los cuales cumplen con la ley de Bragg.

4.1.2 Sistema Tetragonal.

De acuerdo a la tabla 2.3, la relación entre la distancia interplanar y los índices de Miller para un cristal con simetría tetragonal está dado por:

$$d_{hkl}^2 = \frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (4.5)$$

haciendo $l = 0$, la ecuación (4.5) puede escribirse así:

$$d_{hko}^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2} \quad (4.6)$$

Combinando la expresión (4.6) con la ecuación de Bragg para $n = 1$ se obtiene:

$$\frac{\text{Sen}^2\theta}{S} = \frac{\lambda^2}{4a^2} = \text{constante} \quad (4.7)$$

donde: $S = h^2 + k^2 + 0$

A partir de la ecuación (4.7), los índices de Miller pueden ser calculados siguiendo un procedimiento parecido al explicado para el sistema cúbico.

4.1.3 Sistema Hexagonal.

Consultando la tabla 2.3, puede verse que para un cristal con simetría hexagonal, y para el caso cuando $l = 0$; la ecuación que relaciona la distancia interplanar con los índices de Miller puede escribirse así:

$$d_{hko}^2 = \frac{3}{4} \left(\frac{a^2}{h^2 + hk + k^2} \right) \quad (4.8)$$

Si (4.8) se combina con la ley de Bragg cuando $n = 1$, se tiene:

$$\frac{\text{Sen}^2\theta}{S} = \frac{\lambda^2}{3a^2} = \text{cte} \quad (4.9)$$

Siendo: $S = h^2 + hk + k^2$

Puede determinarse fácilmente, que valores de $S = 2, 5, 6, 8, 10, 14, 15$, etc., no son posibles para este sistema.

Usando la ecuación (4.9), pueden determinarse los índices de Miller de un cristal del Sistema hexagonal.

4.1.4 Sistema Romboédrico.

Tal como puede verse en la tabla 2.3, la expresión que relaciona la distancia interplanar con los parámetros de la red en un cristal con simetría romboédrica, es bastante complicada para ser usada directamente. Es posible sin embargo, usar la ecuación (4.9) para asignar los índices de Miller a un cristal romboédrico, debido a que éste se comporta en la práctica como un cristal del Sistema hexagonal¹.

4.1.5 Sistema Ortorrómico.

Según puede observarse en la tabla 2.3, para cristales del sistema ortorrómico, la relación entre la distancia interplanar y los índices de Miller está dada por:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.10)$$

Por otro lado, la ecuación de Bragg para difracciones de primer orden puede escribirse:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4 \text{Sen}^2 \theta_{hkl}}{\lambda^2} \quad (4.11)$$

Igualando las ecuaciones (4.10) y (4.11) se obtiene la siguiente expresión:

¹ L.V. Azaroff y M. J. Buerger.
The Powder Method in X-ray Crystallography
Edit. McGraw-Hill, New York, 1958, Pág. 83.

$$\frac{4\text{Sen}^2\theta_{hkl}}{\lambda^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.12)$$

La ecuación (4.12) puede rearrreglarse de la siguiente manera:

$$\text{Sen}^2\theta_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 \quad (4.13)$$

Siendo: $A = \lambda^2/4a^2$; $B = \lambda^2/4b^2$ y $C = \lambda^2/4c^2$

Una característica interesante de la ecuación (4.13) es que $\text{Sen}^2\theta_{hkl}$ es una suma de varias partes, dependiendo cada parte de su índice h, k ó l. Así pues:

$$\text{Sen}^2\theta_{hoo} = Ah^2 \quad (4.14)$$

$$\text{Sen}^2\theta_{oko} = Bk^2 \quad (4.15)$$

$$\text{Sen}^2\theta_{ool} = Cl^2 \quad (4.16)$$

Cada uno de términos dados en (4.14), (4.15) y (4.16) es independiente uno de otro. Pueden entonces establecerse relaciones de suma o de diferencia. Por ejemplo:

Relaciones de suma.

$$\text{Sen}^2\theta_{hoo} + \text{Sen}^2\theta_{okl} = \text{Sen}^2\theta_{hko}$$

$$\text{Sen}^2\theta_{hko} + \text{Sen}^2\theta_{ool} = \text{Sen}^2\theta_{hkl} \quad (4.17)$$

$$\text{Sen}^2\theta_{hoo} + \text{Sen}^2\theta_{ool} = \text{Sen}^2\theta_{hol}, \text{ etc.}$$

Relaciones de diferencia.

$$\text{Sen}^2\theta_{hko} - \text{Sen}^2\theta_{oko} = \text{Sen}^2\theta_{hoo}$$

$$\text{Sen}^2\theta_{hko} - \text{Sen}^2\theta_{hoo} = \text{Sen}^2\theta_{oko} \quad (4.18)$$

$$\text{Sen}^2\theta_{hkl} - \text{Sen}^2\theta_{hko} = \text{Sen}^2\theta_{ool}, \text{ etc.}$$

Este método, conocido como método de Hesse-Lipson², está basado en la suposición de que si todos los valores experimentales de $\text{Sen}^2\theta$ son empleados para formar relaciones de diferencia como se muestra en las ecuaciones (4.18). Las diferencias que más se repitan son las que representan las reflexiones hoo, oko, y ool.

La probabilidad de que una celda unitaria sea primitiva es mayor si los vectores base son pequeños, y puesto que las reflexiones hoo, oko y ool dependen de a, b y c respectivamente; es necesario que los valores elegidos para ser las reflexiones 100, 010, 001, sean los más pequeños que se repiten en las relaciones de diferencia. Sólo es necesario que un valor de diferencia (de los más pequeños que se repiten) corresponda aproximadamente a un valor experimental. Las reflexiones múltiplos de las reflexiones 100, 010 y 001 pueden identificarse con las siguientes expresiones:

² Azaroff, Op. Cit., Pág. 84.

$$\text{Sen}^2\theta_{nhoo} = n^2 \text{Sen}^2\theta_{hoo}$$

$$\text{Sen}^2\theta_{onko} = n^2 \text{Sen}^2\theta_{oko} \quad (4.19)$$

$$\text{Sen}^2\theta_{oonl} = n^2 \text{Sen}^2\theta_{ool}$$

donde n es un número entero; h = k = l = 1.

Una vez identificadas las reflexiones hoo, oko y ool, pueden identificarse todas las reflexiones hkl, por medio de relaciones de suma o relaciones de diferencia, según se muestra en Ec. (4.17) y Ec.(4.18) respectivamente.

Si para un valor de $\text{Sen}^2\theta_{hkl}$, determinado por una relación de suma o diferencia, hay un valor experimental que le es comparable, entonces esa reflexión existe y se le puede asignar los índices de Miller que le corresponden.

4.1.6 Sistema Monoclínico.

Según la tabla 2.3, existen dos ecuaciones que relacionan la distancia interplanar con los parámetros de la red de una celda con simetría monoclínica. Si se toma la ecuación (b) y se hace l = 0 se tiene.

$$\frac{1}{d^2_{hko}} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} \quad (4.20)$$

Al combinar la ecuación (4.20) con la ley de Bragg de primer orden se obtiene:

$$\text{Sen}^2\theta_{hko} = h^2A + k^2B \quad (4.21)$$

donde: $A = \lambda^2/4a^2\text{Sen}^2\beta$ y $B = \lambda^2/4b^2$

De manera similar puede obtenerse:

$$\text{Sen}^2\theta_{okl} = k^2B + l^2C \quad (4.22)$$

donde: $B = \lambda^2/4b^2$ y $C = \lambda^2/4c^2\text{Sen}^2\beta$

Un procedimiento idéntico al descrito para el sistema ortorrómbico, puede ahora ser usado para determinar las reflexiones presentes en el sistema monoclinico.

4.7 Sistema Triclinico.

Según la expresión dada en la tabla 2.3 para la distancia interplanar en un cristal triclinico, el número de constantes de la celda unitaria que se requieren para su definición, se incrementan de cuatro para el sistema monoclinico, a seis para el sistema triclinico. Ninguno de los métodos descritos hasta aquí puede ser aplicado para determinar los valores de estas constantes. Un método un tanto más trabajoso para determinar los índices de Miller a cristales de este sistema, consiste en un método analítico, el cual emplea la red recíproca en vez de la red directa. Este método, sin embargo, no se describe en el presente trabajo, pues se trabajó en base a la red directa.

4.2

RESULTADOS EXPERIMENTALES.

Las simetrías de los compuestos identificados a la lava de Quezaltepeque son: cúbica, tetragonal, hexagonal y romboédrico.

Un resumen de los cálculos necesarios para determinar los índices de Miller de los componentes se muestra en las tablas 4.1a, 4.1b, 4.1c, 4.1d, 4.1e, 4.1f, y 4.1g. En la tabla 4.2 se muestran los índices de Miller determinados a cada componente.

Tabla 4.1a Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del SiO_2 utilizando la expresión $\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$, siendo $Q = h^2 + hk + k^2$

d (Å)	θ grad.	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$	$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q}$
		1	3	4	7	9	12	13	16	19	21	25	27
3.34	13.35	0.053	0.018	0.013	0.008	0.006	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.002	0.002
4.27	10.40	0.033	0.011	0.008	0.005	0.004	0.003	0.003	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
1.82	25.00	0.179	0.060	0.045	0.023	0.020	0.015	0.014	0.011	0.009	0.009	0.007	0.007
2.46	18.20	0.098	0.033	0.024	0.014	0.011	0.008	0.008	0.006	0.005	0.005	0.004	0.004
2.29	16.95	0.085	0.028	0.021	0.012	0.009	0.007	0.007	0.005	0.004	0.004	0.003	0.003
2.23	20.20	0.119	0.040	0.030	0.017	0.013	0.010	0.009	0.007	0.006	0.006	0.005	0.004
2.12	21.35	0.133	0.044	0.033	0.019	0.015	0.011	0.010	0.008	0.007	0.006	0.005	0.005
1.98	22.90	0.151	0.050	0.038	0.022	0.017	0.013	0.012	0.009	0.008	0.007	0.006	0.006
1.80	25.35	0.183	0.061	0.046	0.026	0.020	0.015	0.014	0.011	0.010	0.009	0.007	0.007
1.67	27.40	0.212	0.071	0.053	0.030	0.024	0.018	0.016	0.013	0.011	0.010	0.008	0.008
1.65	27.90	0.219	0.073	0.055	0.031	0.024	0.018	0.017	0.014	0.012	0.010	0.009	0.008
1.60	28.70	0.231	0.077	0.058	0.033	0.026	0.019	0.018	0.014	0.012	0.011	0.009	0.009

Tabla 4.1b Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del Fe_2O_3 utilizando la expresión $\text{Sen}^2\theta = \text{cte.} \cdot \frac{1}{Q}$ siendo $Q = (h^2 + hk + k^2) \frac{1}{d^2}$

d	θ grad.	Sen ² θ 1	Sen ² θ 2	Sen ² θ 3	Sen ² θ 4	Sen ² θ 5	Sen ² θ 6	Sen ² θ 8	Sen ² θ 9	Sen ² θ 10	Sen ² θ 11	Sen ² θ 12
2.70	16.58	0.081	0.041	0.027	0.020	0.016	0.014	0.010	0.009	0.008	0.007	0.007
1.69	27.10	0.208	0.104	0.069	0.052	0.042	0.035	0.026	0.023	0.021	0.019	0.017
2.51	17.86	0.094	0.047	0.031	0.023	0.019	0.016	0.012	0.010	0.009	0.008	0.008
3.65	12.18	0.044	0.022	0.015	0.011	0.009	0.007	0.006	0.005	0.004	0.004	0.004
2.29	19.64	0.113	0.056	0.038	0.028	0.023	0.019	0.014	0.013	0.011	0.010	0.009
2.20	20.46	0.122	0.061	0.041	0.030	0.024	0.020	0.015	0.014	0.012	0.011	0.010
2.09	21.60	0.136	0.068	0.045	0.034	0.027	0.023	0.017	0.015	0.014	0.012	0.011
1.84	24.80	0.176	0.088	0.059	0.044	0.035	0.029	0.022	0.019	0.018	0.016	0.015
1.63	28.10	0.222	0.111	0.079	0.056	0.044	0.037	0.031	0.028	0.025	0.023	0.021
1.60	28.72	0.231	0.116	0.077	0.058	0.046	0.038	0.029	0.026	0.023	0.021	0.019

Tabla 4.1c Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del MnO_2 utilizando la expresión:

$$\frac{\text{Sen}^2\theta}{Q} = \text{cte.} \text{, siendo } Q = h^2 + k^2 + l^2$$

d	θ grad.	Sen ² θ 1	Sen ² θ 2	Sen ² θ 4	Sen ² θ 5	Sen ² θ 8	Sen ² θ 9	Sen ² θ 10	Sen ² θ 13	Sen ² θ 16	Sen ² θ 17	Sen ² θ 18
3.14	14.20	0.060	0.030	0.015	0.012	0.008	0.007	0.006	0.005	0.004	0.004	0.003
2.41	18.60	0.102	0.051	0.025	0.020	0.013	0.011	0.010	0.008	0.006	0.006	0.006
1.63	28.10	0.222	0.111	0.056	0.044	0.028	0.025	0.022	0.017	0.014	0.013	0.012
3.14	14.20	0.060	0.030	0.015	0.012	0.008	0.007	0.006	0.005	0.004	0.004	0.003
3.48	12.80	0.049	0.024	0.012	0.010	0.006	0.005	0.005	0.004	0.003	0.003	0.003
2.21	20.35	0.121	0.060	0.030	0.024	0.015	0.013	0.012	0.009	0.008	0.007	0.007
2.12	21.35	0.132	0.066	0.033	0.026	0.017	0.015	0.013	0.010	0.008	0.008	0.007
1.98	22.90	0.151	0.076	0.038	0.030	0.019	0.015	0.015	0.012	0.009	0.009	0.008
1.82	25.05	0.179	0.090	0.045	0.036	0.022	0.020	0.018	0.014	0.011	0.011	0.010
1.68	27.35	0.211	0.106	0.053	0.042	0.026	0.024	0.021	0.016	0.013	0.012	0.012
1.63	28.00	0.223	0.112	0.056	0.045	0.028	0.025	0.022	0.017	0.014	0.013	0.012

Tabla 4.1d Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del NaO_2 utilizando la expresión: $\text{Sen}^2\theta$, siendo $Q = h^2 + k^2 + l^2$

d	θ grad.	$\text{Sen}^2\theta$ 1	$\text{Sen}^2\theta$ 2	$\text{Sen}^2\theta$ 4	$\text{Sen}^2\theta$ 5	$\text{Sen}^2\theta$ 8	$\text{Sen}^2\theta$ 9	$\text{Sen}^2\theta$ 10	$\text{Sen}^2\theta$ 13	$\text{Sen}^2\theta$ 16	$\text{Sen}^2\theta$ 17	$\text{Sen}^2\theta$ 18
1.95	23.25	0.156	0.078	0.052	0.039	0.031	0.026	0.020	0.017	0.016	0.014	0.013
3.19	13.95	0.058	0.029	0.019	0.015	0.012	0.010	0.007	0.006	0.006	0.005	0.005
2.76	16.20	0.078	0.039	0.026	0.019	0.016	0.013	0.010	0.009	0.008	0.007	0.006
1.67	27.51	0.213	0.107	0.071	0.053	0.043	0.036	0.027	0.024	0.021	0.019	0.018
1.60	28.72	0.231	0.116	0.077	0.058	0.046	0.038	0.029	0.026	0.023	0.021	0.019

Tabla 4.1e Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del KO_2 utilizando la expresión: $\text{Sen}^2\theta$, siendo $Q = h^2 + k^2 + l^2$

d	θ grad.	$\text{Sen}^2\theta$ 1	$\text{Sen}^2\theta$ 2	$\text{Sen}^2\theta$ 3	$\text{Sen}^2\theta$ 4	$\text{Sen}^2\theta$ 5	$\text{Sen}^2\theta$ 6	$\text{Sen}^2\theta$ 8	$\text{Sen}^2\theta$ 9	$\text{Sen}^2\theta$ 10	$\text{Sen}^2\theta$ 11	$\text{Sen}^2\theta$ 12
3.04	14.70	0.064	0.032	0.022	0.016	0.013	0.011	0.008	0.007	0.006	0.006	0.005
2.16	20.86	0.127	0.063	0.042	0.032	0.025	0.021	0.016	0.014	0.013	0.012	0.011
3.50	12.70	0.048	0.024	0.016	0.012	0.010	0.008	0.006	0.005	0.005	0.004	0.004
1.83	24.90	0.177	0.089	0.059	0.044	0.036	0.030	0.022	0.020	0.018	0.016	0.015
1.76	25.95	0.192	0.096	0.064	0.048	0.038	0.032	0.024	0.021	0.019	0.017	0.016

Tabla 4.1f Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del CaO utilizando la expresión: $\text{Sen}^2\theta$, siendo $Q = h^2 + k^2 + l^2$

d	θ grad.	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$
		1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12
2.14	18.60	0.102	0.051	0.034	0.025	0.020	0.017	0.013	0.011	0.010	0.009	0.008
1.70	26.96	0.206	0.103	0.068	0.051	0.041	0.034	0.026	0.023	0.021	0.019	0.017
2.76	16.20	0.078	0.039	0.026	0.019	0.016	0.013	0.010	0.009	0.008	0.007	0.006
2.77	16.13	0.077	0.039	0.026	0.019	0.015	0.013	0.010	0.009	0.008	0.007	0.006

Tabla 4.1g Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del Al_2O_3 utilizando la expresión: $\text{Sen}^2\theta$, siendo $Q = h^2 + k^2 + l^2$

d	θ grad.	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$	$\text{Sen}^2\theta$
		1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12
2.40	18.70	0.103	0.051	0.034	0.026	0.021	0.017	0.013	0.011	0.010	0.009	0.009
2.11	21.37	0.133	0.066	0.044	0.033	0.027	0.022	0.017	0.015	0.013	0.012	0.011
2.40	18.70	0.103	0.051	0.034	0.026	0.021	0.017	0.013	0.011	0.010	0.009	0.009
1.98	22.86	0.151	0.076	0.050	0.038	0.030	0.025	0.019	0.017	0.015	0.014	0.013

Tabla 4.2 Indices de Miller determinados para cada compuesto identificado, a partir de la tablas 4.1

Compuesto	Q	(hkl)	Factor de multiplicidad	Compuesto	Q	(hkl)	Factor de multiplicidad
SiO ₂	1	(100)	6	MnO ₂	2	(110)	8
	3	(110)	6		4	(200)	4
	4	(200)	6		5	(210)	8
	7	(210)	12		8	(220)	4
	9	(300)	6		9	(300)	4
	12	(220)	6		10	(310)	8
	13	(310)	12		13	(320)	8
	16	(400)	6		16	(400)	4
	19	(320)	12		17	(410)	8
	21	(410)	12		18	(330)	4
25	(500)	6	FeO ₃	2	(101)	6	
27	(330)	6		3	(110)	6	
Al ₂ O ₃	6	(211)		24	4	(111)	-
	8	(220)		12	4	(200)	6
	9	(300)		6	5	(102)	12
	9	(221)		24	8	(202)	6
	10	(310)		24	8	(211)	12
	11	(311)		24	9	(300)	6
12	(222)	8		10	(301)	12	
CaO	3	(111)		8	11	(212)	12
	4	(200)		6	12	(113)	12
	6	(211)		24	KO ₂	3	(111)
	8	(220)	12	4		(200)	6
	9	(300)	6	5		(210)	24
	9	(221)	24	6		(211)	12
	10	(310)	24	8		(220)	6
	11	(311)	24	9		(300)	24
12	(222)	8	9	(221)		24	
NaO ₂	2	(110)	12	10		(310)	24
	3	(111)	8	11		(311)	8
	4	(200)	6	12		(222)	
	5	(210)	24				
	6	(211)	24				
	8	(220)	12				
	9	(300)	6				
	9	(221)	24				
	10	(310)	24				
	11	(311)	24				
	12	(222)	6				

CAPITULO 5

En este capítulo se discuten los conceptos básicos de la transferencia de calor por conducción, explicando el caso particular de un cilindro conteniendo en su interior una línea de fuente de calor de régimen permanente. Finalmente se presentan tablas con los cálculos necesarios para la determinación de la conductividad térmica de la lava volcánica de Quezaltepeque.

5.1 TRANSFERENCIA DE CALOR POR CONDUCCION.

La transferencia de calor por conducción se logra a través de dos mecanismos. El primero es la interacción molecular, en la cual las moléculas de niveles energéticos relativamente mayores debido a su temperatura, ceden energía a moléculas adyacentes en niveles inferiores de energía. El segundo mecanismo de transferencia de calor por conducción es el de electrones "libres", los cuales se presentan principalmente en los sólidos metálicos puros. La facilidad que tienen los sólidos para conducir el calor varía directamente con la concentración de electrones libres: esta es la razón por la que los metales puros son buenos conductores de calor. En los sólidos no metálicos sin embargo, la concentración de electrones libres es muy baja y a eso se debe que no son tan buenos conductores de calor como los metales.

La ley más simple de la conducción térmica está dada por la ecuación de Fourier:

$$q_x = -KA \frac{dT}{dx} \quad (5.1)$$

donde:

q_x : flujo de calor en la dirección x , dado en watts

k : conductividad térmica en watt/m-°C

A : área perpendicular a la dirección del flujo de calor

$\frac{dT}{dx}$: gradiente de temperatura en la dirección x , medida en °C/m.

La ecuación (5.1) implica que el calor fluye en la dirección de la temperatura decreciente y que la rapidez del flujo de calor es proporcional al gradiente de temperatura. La expresión completa para el flujo de calor es:

$$q = -k\nabla T \quad (5.2)$$

donde:

q : es el vector flujo de calor

∇T : es el gradiente de temperatura en forma vectorial.

Considérese ahora una superficie cerrada S , que forma la frontera de una región R de un cuerpo dado. Sea $T(x, y, z, t)$ la temperatura en un punto $P(x, y, z)$ interior a dicho cuerpo. Si el calor es conducido en el cuerpo, el flujo para cada superficie orientada S es:

$$\iint_S q_n dA \quad (5.3)$$

Según el teorema de la divergencia, se tiene que:

$$\iint_S \dot{q}_n dA = \iiint_R \nabla \cdot \dot{q}_n dV \quad (5.4)$$

Luego la cantidad total de calor que sale de Res:

$$\iint_S \dot{q}_n dA = - \iiint_R k \nabla \cdot (\nabla T) dx dy dz \quad (5.5)$$

La expresión (5.5) puede escribirse:

$$\iint_S \dot{q}_n dA = - \iiint_R k \nabla^2 T dx dy dz \quad (5.6)$$

Por otra parte, la rapidez con la cual sale calor por unidad de tiempo de la región R, también puede medirse por $C \partial T / \partial t$, siendo C el calor específico del material y t el tiempo. La rapidez con que R está cediendo calor, es pues:

$$\iiint_R \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} dx dy dz = \iint_S \dot{q}_n dA \quad (5.7)$$

Siendo ρ la densidad del material, y $\dot{q} = c \partial T / \partial t$ igualando (5.6) y (5.7) se obtiene:

$$\iiint_R \left(\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + k \nabla^2 T \right) dx dy dz = 0 \quad (5.8)$$

puesto que esto debe regir para una región arbitraria sólida R, la función integrada (si es continua) debe ser cero en todas partes; por lo tanto:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + k \nabla^2 T = 0 \quad (5.9)$$

haciendo $K/c\rho$ igual a α , siendo α la difusividad térmica, la ecuación (5.9) puede escribirse:

$$\frac{\partial T}{\partial t} + \alpha \nabla^2 T = 0 \quad (5.10)$$

La ecuación (5.10) es la ecuación para la conducción de calor de estado estable con generación interna, y es conocida también como la "Segunda Ley de Fourier de la conducción de calor" ¹.

En régimen permanente, es decir, cuando T no depende del tiempo: $\partial T/\partial t = 0$ y la ecuación (5.10) reduce a la ecuación de Laplace.

$$\nabla^2 T = 0 \quad (5.11)$$

5.2 CONDUCCION DE CALOR A TRAVES DE UNA PARED PLANA.

El caso más sencillo de conducción de calor es el estado estable en una pared plana de material homogéneo de conductividad térmica K y una temperatura uniforme en cada cara.

¹ James R. Welty.
Transferencia de Calor Aplicado a la Ingeniería
Edit. Limusa, México, 1988. Pag. 36.

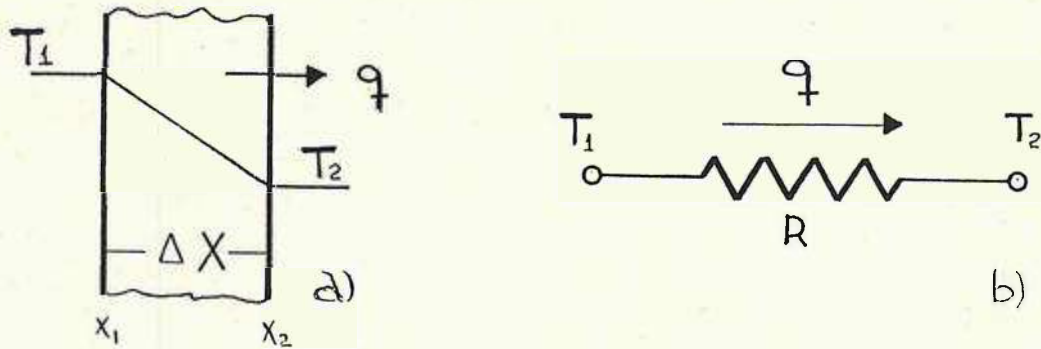


Figura 5.1 a) flujo de calor a través de una pared plana. b) analogía eléctrica para la situación física mostrada en a. R es la resistencia térmica.

Por la ecuación 5.1 se tiene:

$$q \int_{x_1}^{x_2} dx = -KA \int_{T_1}^{T_2} dT \quad (5.12)$$

ó

$$q = -KA \frac{(T_2 - T_1)}{x_2 - x_1} = KA \frac{(T_1 - T_2)}{\Delta X} \quad (5.13)$$

Por la analogía térmica presentada en la figura 5.1b puede escribirse:

flujo de calor = $\frac{\text{diferencia potencial térmica}}{\text{resistencia térmica}}$

$$q = \frac{T_1 - T_2}{R} \quad (5.14)$$

Si la Ec (5.13) se reorganiza de la siguiente manera:

$$q = \frac{(T_1 - T_2)}{\Delta X / KA} \quad (5.15)$$

Comparando (5.15) con (5.14) puede verse que la resistencia al flujo de calor es $\Delta X / KA$.

Este principio puede ser extendido al caso de una pared plana compuesta tal como se muestra en la figura 5.2.

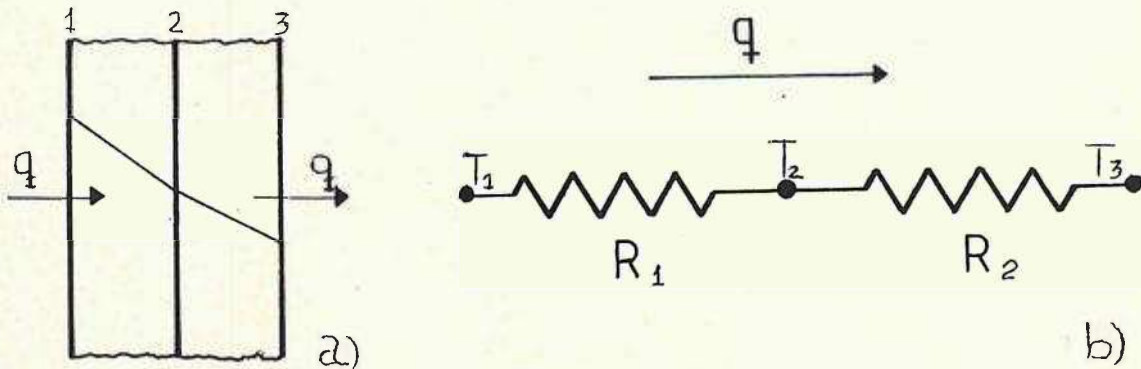


Figura 5.2 a) Flujo de calor a través de una pared compuesta. b) Analogía eléctrica del flujo de calor a través de la pared en (a).

En el estado estable, la tasa de transferencia de calor que entra por la cara izquierda es la misma que abandona la cara derecha. Así pues, utilizando la analogía eléctrica según 5.2b se tiene:

$$q = \frac{T_1 - T_3}{\Delta X_a / K_a A + \Delta X_b / K_b A} \quad (5.16)$$

Es conveniente expresar la ley de Fourier como sigue:

flujo de calor conductivo = $\frac{\text{diferencia total de temperatura}}{\text{suma de las resistencias térmicas}}$

Si ahora se define el coeficiente global de transferencia de calor como:

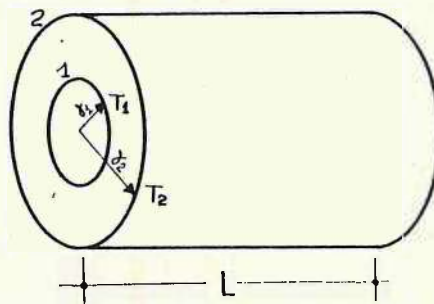
$$U = \frac{1}{A \sum R_t} \quad (5.17)$$

donde R_t es la resistencia térmica. Para cualquier forma geométrica se ve que:

$$\frac{q}{A} = U(\Delta T)_{\text{global}} \quad (5.18)$$

desde luego que siendo U función de A y de R ; depende de la geometría del cuerpo en cuestión.

5.3 CONDUCCION DE CALOR EN UN TUBO CILINDRICO CON FUENTE DE CALOR A REGIMEN PERMANENTE.



1: línea de fuente de calor 2: cascarón exterior
Figura 5.3 Conducción de calor en un cuerpo cilíndrico.

Si $q = f(r)$ y la temperatura no depende del tiempo, al

integrar la ecuación (5.1) en su forma radial se tiene:

$$T_2 - T_1 = -\frac{q}{2\pi KL} \ln(\gamma_2/\gamma_1) \quad (5.19)$$

$$q = \frac{2\pi KL(T_1 - T_2)}{\ln(\gamma_2/\gamma_1)} \quad (5.20)$$

de (5.20) puede verse que la resistencia térmica es $[\ln(\gamma_2/\gamma_1)]/2\pi KL$. Para un cilindro de capa doble, usando (5.16) se tiene:

$$q = \frac{2\pi L(T_1 - T_3)}{\frac{1}{K_1} \ln(\gamma_2/\gamma_1) + \frac{1}{K_2} \ln(\gamma_3/\gamma_2)} \quad (5.21)$$

Este resultado es extensivo al caso de tres o más capas.

5.4 GROSOR CRITICO DE LOS AISLANTES CILINDRICOS.

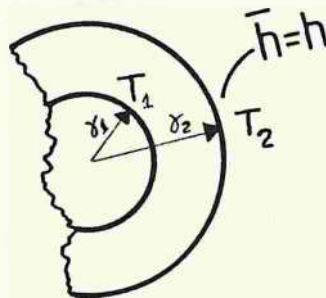


Figura 5.4 Corte seccional de una cáscara cilíndrica aislante.

Para una simple capa aislante, la tasa de transferencia de calor por unidad de longitud viene dada por:

$$\frac{q}{L} = \frac{2\pi(T_1 - T_2)}{\frac{\ln(\gamma_2/\gamma_1)}{K} + \frac{1}{h\gamma_2}} \quad (5.22)$$

dado que q/L es una función de r , el máximo flujo de calor se produce cuando $\frac{d}{dr_2}(q/L) = 0$

Al derivar respecto de r la Ec(5.22) y simplificar se tiene:

$$r_2 = \frac{K}{h} = r_{\text{critico}} \quad (5.23)$$

Si $r_2 < r_{\text{crit.}}$, la tasa de pérdida de calor aumenta al incrementar el aislante hasta $r_2 = r_{\text{crit.}}$, y luego disminuye al aumentar el aislante. Por otra parte, si $r_2 > r_{\text{crit.}}$, la tasa de pérdida de calor disminuye al incrementar el aislante. En la práctica, k/h es con frecuencia pequeño y menor que r del tubo, en cuyo caso la razón de flujo de calor es máximo. Cuando la pared del tubo es delgada y no tiene aislamiento, el flujo de calor radial a través del tubo se puede simplificar empleando el radio medio y tratando el problema como flujo a través de una placa en el cascarón.

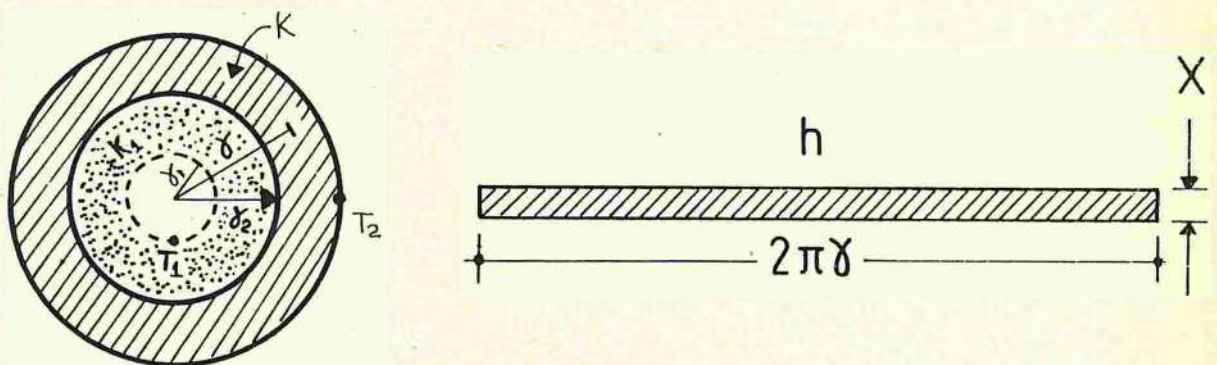


Figura 5.5 Aproximación para un tubo de pared delgada.

De acuerdo a la aproximación que se ha planteado, para la figura (5.5) se tiene:

$$q = \frac{(T_1 - T_2)}{\frac{\ln(\gamma_2/\gamma_1)}{2\pi K_1 L} + \frac{X}{K_2} + \frac{1}{hr}} \quad (5.24)$$

T_1 : temperatura de la línea de fuente de calor

K_1 : conductividad térmica del material que contiene el cilindro

K_2 : conductividad térmica del cascarón del tubo

h : coeficiente de convección del aire.

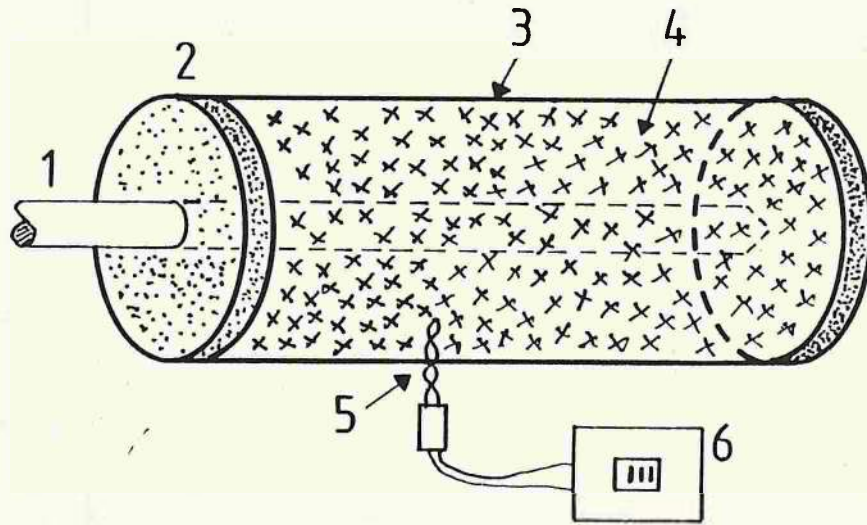
Consideraciones prácticas:

a) con frecuencia el término de la conducción es mucho menor que el término $1/h$ y en ese caso el término $1/hr$ puede desprejarse.

b) la resistividad térmica del cascarón es mucho menor que la resistividad del material confinado dentro del cilindro; por esta razón puede también desprejarse el término X/K_2 .

Entonces, la ecuación (5.24) se reduce a la ecuación (5.20), la cual será usada para determinar la conductividad térmica de la muestra.

5.5 DETERMINACION DE K A LA LAVA DE QUEZALTEPEQUE.



- | | |
|--------------------|------------------------------|
| 1- calentador | 4- lava pulverizada |
| 2- tapa de cemento | 5- termopar cobre-constantan |
| 3- tubo de PVC | 6- medidor de temperatura |

Figura 5.6 Arreglo experimental para determinar la conductividad térmica de la lava de Quezaltepeque.

Las condiciones experimentales fueron las siguientes:

- q_r está dado por la potencia del calentador y es igual a 60 watts.
- la longitud del cilindro es de 98.0 mm.
- el grosor del cascarón cilíndrico es de ~1.3 mm.
- $r_1 = (7.0 \pm 0.5) \text{ mm}$.
- $T_1 = (308.0 \pm 0.5)^\circ \text{C}$

r_1 y T_1 son como se indicó en la figura 5.3.

Después de setenta minutos de haber energizado eléctricamente la línea de fuente de calor, se observó que el sistema se encontraba a régimen permanente, es decir, que la temperatura

ya no dependía del tiempo. Luego se procedió a tomar las lecturas mostradas en la tabla 5.1.

Tabla 5.1 Resultados experimentales en la Medición de la conductividad térmica de la lava de Quezaltepeque.

r_1 (mm) ± 0.5	r_2 (mm) ± 0.5	T_1 ($^{\circ}\text{C}$) ± 0.5	T_2 ($^{\circ}\text{C}$) ± 0.5	$K = \frac{q \ln(r_2/r_1)}{2\pi L(T_1 - T_2)} \frac{\text{Watt}}{\text{m}^{\circ}\text{C}} \pm 0.1$
7.0	27.0	308.0	108.0	6.6×10^{-1}
			110.0	6.7×10^{-1}
			107.0	6.6×10^{-1}
			105.0	6.5×10^{-1}
			106.0	6.5×10^{-1}
			109.0	6.6×10^{-1}

$$\bar{K} = (6.6 \times 10^{-1} \pm 0.1) \frac{\text{Watt}}{\text{m}^{\circ}\text{C}}$$

CAPITULO 6

En este capítulo se presenta el análisis y conclusiones de los resultados obtenidos en la etapa de identificación cristalográfica; etapa analítica de la determinación de los índices de Miller, y en la determinación de la conductividad térmica de la lava volcánica de Quezaltepeque. Se presentan también algunas recomendaciones que se consideran pertinentes.

6.1 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS EN LA ETAPA DE IDENTIFICACION CRISTALOGRAFICA.

En la tabla 6.1 se presenta una comparación de los valores experimentales de las distancias interplanares de cada componente identificado mediante el difractograma de la lava volcánica de Quezaltepeque, tanto por el método del detector móvil como por el método de Debye-Scherrer; con los valores de las distancias interplanares tabuladas en el método Hanawalt para las mismas componentes.

Tabla 6.1 Comparación de los valores experimentales de las distancias interplanares correspondientes a los compuestos identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque.

Componente	Sistema Cristalino	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica de Debye-Scherrer	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica del detector móvil ($\pm 0.01\text{Å}$)	Valores conocidos de "d" (Å) según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{Å}$)
SiO ₂	Hexagonal	3.34 ± 0.20	3.34	3.34
		-----	4.27	4.26
		-----	1.82	1.82
		-----	2.46	2.46
		2.23 ± 0.06	2.29	2.28
		2.23 ± 0.06	2.23	2.237
		2.17 ± 0.04	2.12	2.128
		2.02 ± 0.03	1.98	1.98
		-----	1.80	1.801
		1.67 ± 0.01	1.67	1.672
		1.67 ± 0.01	1.65	1.659
		-----	1.60	1.608
		1.52 ± 0.01	-----	1.541
		1.43 ± 0.01	-----	1.453
		1.43 ± 0.01	-----	1.418
		-----	-----	1.382
-----	-----	1.375		
-----	-----	1.372		
-----	-----	1.288		
-----	-----	1.256		

Tabla 6.1 (Continuación)

Componente	Sistema Cristalino	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica de Debye-Scherrer	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica del detector móvil ($\pm 0.01\text{Å}$)	Valores conocidos de "d" (Å) según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{Å}$)
Al ₂ O ₃	Cúbico	-----	-----	1.39
		2.51 \pm 0.10	2.40	2.40
		2.17 \pm 0.04	2.11	2.11
		2.51 \pm 0.10	2.40	2.40
		2.02 \pm 0.03	1.98	1.98
1.52 \pm 0.01	-----	1.53		
MnO ₂	Tetragonal	3.34 \pm 0.20	3.14	3.14
		2.51 \pm 0.10	2.41	2.41
		1.67 \pm 0.01	1.63	1.63
		3.34 \pm 0.20	3.14	3.14
		-----	3.48	3.48
		2.17 \pm 0.04	2.21	2.21
		2.17 \pm 0.04	2.12	2.13
		2.02 \pm 0.03	1.98	1.98
		-----	1.81	1.81
		1.67 \pm 0.00	1.68	1.68
		1.52 \pm 0.01	-----	1.56
		1.43 \pm 0.01	-----	1.43
		-----	-----	1.40
-----	-----	1.31		
-----	-----	1.25		
-----	-----	1.20		
CaO	Cúbico	2.51 \pm 0.10	2.41	2.41
		1.67 \pm 0.01	1.70	1.70
		2.66 \pm 0.10	2.77	2.78
		2.66 \pm 0.10	2.76	2.778
		1.45 \pm 0.10	-----	1.451
		-----	-----	1.390
-----	-----	1.203		
-----	-----	1.104		
Fe ₂ O ₃	Romboédrico	2.80 \pm 0.10	2.70	2.69
		1.67 \pm 0.01	1.69	1.69
		2.51 \pm 0.10	2.51	2.51
		-----	3.65	3.66
		2.23 \pm 0.06	2.29	2.285
2.17 \pm 0.30	2.20	2.201		

Tabla 6.1 (Continuación)

Componente	Sistema Cristalino	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica de Debye-Scherrer	Valores de "d" (Å) obtenidos por la técnica del detector móvil ($\pm 0.01\text{Å}$)	Valores conocidos de "d" (Å) según el método Hanawalt ($\pm 0.01\text{Å}$)
Fe ₂ O ₃	Romboédrico	2.02 ± 0.30	2.09	2.070
		-----	1.84	1.838
		1.67 ± 0.01	1.63	1.634
		-----	1.60	1.596
		1.51 ± 0.01	-----	1.484
		1.45 ± 0.10	-----	1.452
		-----	-----	1.349
		-----	-----	1.310
		-----	-----	1.258
		-----	-----	1.226
Na ₂ O	Cúbico	2.05 ± 0.04	1.95	1.95
		3.19 ± 0.02	3.19	3.19
		2.66 ± 0.10	2.76	2.76
		3.19 ± 0.20	3.19	3.19
		1.67 ± 0.01	1.67	1.67
		-----	1.60	1.60
		-----	-----	1.39
K ₂ O	Cúbico	3.24 ± 0.20	3.04	3.04
		2.17 ± 0.04	2.16	2.16
		3.34 ± 0.20	3.50	3.50
		3.34 ± 0.20	3.50	3.50
		-----	1.83	1.83
		-----	1.76	1.76
		-----	-----	1.40
MgO	Cúbico	2.17 ± 0.04	2.11	2.11
		1.51 ± 0.01	-----	1.49
		-----	-----	1.22
		2.51 ± 0.01	-----	2.431
		-----	-----	1.270
		-----	-----	1.216
-----	-----	1.053		

De acuerdo a la tabla 6.1 puede decirse lo siguiente:

- 1- Empleando la técnica de Debye-Scherrer, se identificaron los siguientes compuestos a la lava volcánica de Quezaltepeque: SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO , MnO_2 y MgO .
- 2- Al analizar los valores de "d" obtenidos por la técnica del detector móvil, se encontraron los mismos compuestos que por la técnica de Debye-Scherrer, excepto el MgO , lo que se explica porque en la técnica del detector móvil, el ángulo de barrido seleccionado fue de $1.5^\circ \leq \theta \leq 29.5^\circ$; siendo para dicho rango de valores de θ , el valor más pequeño de distancia interplanar, igual a 1.57Å.
- 3- Al examinar los valores de "d" obtenidos según la técnica de Debye-Scherrer, puede verse que estos no son mayores que 3.54Å ni menores que 1.44Å. Para valores de "d" mayores que 3.54Å los arcos correspondientes se hallan muy próximos al agujero del difractograma y no resultan distinguibles por la poca resolución de la cámara, debido a que su diámetro es muy pequeño. Los valores menores que 1.44Å caen en la zona de los arcos formados por los rayos difractados que atraviesan la muestra, y por ésta razón aparecen demasiado tenues o no resultan distinguibles.
- 4- Los valores de "d" determinados por la técnica del detector móvil, son más precisos que los obtenidos según la técnica de Debye-Scherrer,; esto se debe a que en el difractograma obtenido según ésta última, se da una superposición de líneas,

lo cual no ocurre en el difractograma obtenido con la técnica del detector móvil, ya que se puede seleccionar un rango específico para 2θ y registrar sólo las reflexiones que ocurren en ese rango; mientras que en la técnica de Debye-Scherrer, deben registrarse todas las reflexiones que ocurren entre $2\theta = 0^\circ$ y $2\theta = 180^\circ$; de ahí la superposición.

5- Cuando se utilizó la técnica de Debye-Scherrer, no fueron determinados los siguientes valores de "d": 1.60, 1.76, 1.81, 1.83 y 2.46; pertenecientes a algunos de los compuestos identificados, a pesar de encontrarse entre el menor y el mayor de los valores experimentales de "d" determinados. Lo anterior puede explicarse por la poca resolución de la cámara como se dijo anteriormente. También podría ser que las líneas correspondientes a dichos valores de "d" hayan sufrido una segunda difracción y haber sido absorbidas por la muestra, y por lo tanto no registrarse en el difractograma.

6.2 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN EL CALCULO DE LOS INDICES DE MILLER.

1- El factor de multiplicidad es una medida de número de planos cristalinos que contribuyen a la misma línea de difracción y depende de la simetría del cristal (véase tabla 4.2).

2- Para una misma red cristalina, el factor de multiplicidad representa a la familia de planos que tienen los mismos índices de Miller.

6.3 ANALISIS Y CONCLUSIONES DE RESULTADOS EN LA DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA.

1- El valor de la conductividad térmica determinada experimentalmente a la lava volcánica de Quezaltepeque, fue $K = (6.6 \times 10^{-1} \pm 0.1) \text{ watt/m-}^\circ\text{C}$

2- Comparando el valor de K para la lava volcánica de Quezaltepeque, con la conductividad de los metales menos conductores de calor, puede verse que la muestra pulverizada de la lava volcánica de Quezaltepeque, se comportó como aislante térmico durante el experimento.

Tabla 6.2 Comparación de la conductividad termica de la lava de Quezaltepeque con la de otros materiales.

Material	K[Watt/m-°C]
Plata	407.0
Cobre	386.0
Aluminio	204.0
Hierro	73.0
Plomo	35.0
Acero inoxidable	16.3
Concreto	1.7
Vidrio de ventana	0.87
Lava de Quezaltepeque	0.657
Yeso	0.47
Lámina de asbesto	0.144

3- Cuando la conductividad térmica de la lava volcánica de Quezaltepeque se compara con la conductividad de materiales típicos considerados como aislantes térmicos, por ejemplo con el asbesto puede verse que la lava de Quezaltepeque se comporta como un mal aislante térmico. Pero resulta ser mejor

aislante térmico que el concreto por ejemplo.

6.4 RECOMENDACIONES.

1- Para obtener difractogramas con mayor resolución cuando se emplea la técnica de Debye-Scherrer, se recomienda la obtención o construcción de una cámara con un diámetro por lo menos cuatro veces mayor que el de la empleada en el presente trabajo.

2- Se recomienda la construcción de un dispositivo para mejorar la lectura del difractograma obtenido por la técnica de Debye-Scherrer. Este dispositivo podría construirse así: una caja cerrada conteniendo en su interior una lámpara de neón y en la parte superior un vidrio opaco que deje pasar la luz. Montado sobre este vidrio un calibrador fijo de punta móvil a manera de gramil, con la que pueda determinarse la distancia entre cada par de arcos correspondientes del difractograma.

3- Cuando se obtengan difractogramas empleando la técnica del detector móvil, es recomendable registrar todas las reflexiones para ángulos comprendidos entre $2\theta = 0^\circ$ y $2\theta = 180^\circ$, a fin de poder hacer una identificación más completa de los componentes de una muestra mineral policristalina dada.

4- Dada la relativamente baja conductividad térmica de la lava volcánica de Quezaltepeque, ésta puede ser recomendada como materia prima en la elaboración de ladrillos de construcción,

de los que tienen una cámara de aire en su interior, pues de esta manera sería aun más baja la conducción de calor a través de él.

5- Pruebas de dureza pueden ser realizadas en la lava volcánica de Quezaltepeque, para determinar si podría ser usada en la elaboración de abrasivos como lijas o pastas de esmeril.

6- Se recomienda ampliar los usos del aparato de rayos X de la sección de Estado Sólido. Podrían hacerse por ejemplo, estudios sobre caracterización de suelos para determinar su fertilidad. También podría determinarse la existencia de impurezas en sustancias conocidas.

BIBLIOGRAFIA

- 1- ACOSTA, VIRGILIO; COWAN, C. L. y GRAHAM, B. J.
Curso de Fisica Moderna
Edit. Harla, México, 1975.
- 2- ARENAS, JACINTO MERITANO
Geología Para Estudiantes de Ciencias e Ingenieria
Edit. Diana, México, 1979.
- 3- AZAROFF, L. V. y BUERGER, M. J.
The Powder Method in X-ray Crystallography
Edit. McGraw-Hill, New York, 1958.
- 4- CORNWEL, KEITH
Transferencia de Calor
Edit. Limusa, México, 1981.
- 5- GIJY, A. G.
Fundamentos de Ciencia de Materiales
Edit. McGraw-Hill, México, 1981.
- 6- HOLMAN, J. P.
Métodos Experimentales Para Ingenieros
Edit. McGraw-Hill, México 1987.
- 7- KITTEL, CHARLES
Introducción a la Fisica del Estado Sólido
Edit. Reverté, Barcelona, 1976.
- 8- KLUG, HAROLD P. y LEROY, E. ALEXANDER
X-ray Diffraction Procedures for Pollycrystalline
and Amorphos Materials.
- 9- LEET, L. SON y JUDSON, SHELDON
Fundamentos de Geología Fisica
Edit. Limusa, México, 1974.
- 10- LEON LOPEZ, ENRIQUE G.
Fisica de los Cristales
Edit. Limusa, México, 1984.
- 11- MCKELVEY, P. J.
Fisica del Estado Sólido y Semiconductores
Edit. Limusa, México, 1976.
- 12- PITTS, DONALD R. y SISSOM, LEIGHTON E.
Transferencia de Calor
Edit. McGraw-Hill Latinoamericana, Bogotá, 1979.

- 13- SEMAT, HENRY
Física Atómica y Nuclear
Edit. Aguilar, Madrid, España, 1966.
- 14- WELTY, JAMES R.
Transferencia de Calor Aplicado a la Ingeniería
Edit. Limusa, México, 1988.
- 15- WILLMOTL, J. C.
Física Atómica
Edit. Limusa, México, 1980.

LISTA DE FIGURAS

CAPITULO 1.

Fig. 1.1 Ciclo de las rocas

Fig. 1.2 Esquema de un tubo de rayos X

Fig. 1.3 a) Espectro de rayos X de la plata. Muestra el espectro continuo y el espectro característico. b) Simple relación lineal entre la frecuencia de corte máxima y el voltaje.

Fig. 1.4 Diagrama de los niveles de energía de los rayos X característicos $K\alpha$, $K\beta$ y $K\gamma$.

Fig. 1.5 Diagrama de Mosely obtenido para la línea $K\alpha$. a) $\nu^2 \times 10^{-8}$ contra el peso atómico A, b) $\nu^2 \times 10^{-8}$ contra el número atómico Z.

Fig. 1.6 Difracción de rayos X por un cristal.

CAPITULO 2.

Fig. 2.1 Arreglo periódico de un cristal

Fig. 2.2 Planos reticulares en una estructura cristalina

Fig. 2.3 Relaciones geométricas de una red directa.

Fig. 2.4 Ejes primitivos de una celda directa.

CAPITULO 3.

Fig. 3.1 Haces difractados por un solo plano de un grano de polvo.

Fig. 3.2 Formación de los anillos de difracción sobre la película en la técnica de Debye-Scherrer.

Fig. 3.3 a) Relaciones geométricas entre θ y S .

b) Medición lineal de S .

Fig. 3.4 Disposición experimental según la técnica del detector móvil.

Fig. 3.5 Difractograma obtenido por la técnica del detector móvil.

CAPITULO 5.

Fig. 5.1 a) Flujo de calor a través de una pared plana

b) Analogía eléctrica para la situación física mostrada en (a).

Fig. 5.2 a) Flujo de calor a través de una pared compuesta

b) Analogía eléctrica del flujo de calor a través de la pared en (a).

Fig. 5.3 Conducción de calor en un cuerpo cilíndrico.

Fig. 5.4 Corte seccional de una cáscara cilíndrica aislante.

Fig. 5.5 Aproximación para un tubo de pared delgada.

Fig. 5.6 Arreglo experimental para determinar la conductividad térmica de la lava de Quezaltepeque.

LISTA DE TABLAS

CAPITULO 1.

TABLA 1.1 Composición química de la lava volcánica de Quezaltepeque, determinada por absorción atómica.

CAPITULO 2.

TABLA 2.1 Reflexiones y factor de multiplicidad según el sistema cristalino.

TABLA 2.2 Los sistemas cristalinos.

TABLA 2.3 Relación entre la distancia interplanar y los parámetros de la red directa.

CAPITULO 3.

TABLA 3.1a Resumen de las medidas y cálculos en el difractograma de la muestra de la lava volcánica de Quezaltepeque, obtenidos por la técnica de Debye-Scherrer.

TABLA 3.1b Compuestos identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque, empleando la técnica de Debye-Scherrer.

TABLA 3.2a Valores experimentales de "d" determinados a la muestra de lava de Quezaltepeque, empleando la técnica del detector móvil.

TABLA 3.2b Componentes identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque, empleando la técnica del detector móvil.

CAPITULO 4.

- TABLA 4.1a Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del SiO_2 .
- TABLA 4.1b Resumende los cálculos para obtener los índices de Miller del Fe_2O_3 .
- TABLA 4.1c Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del MnO_2 .
- TABLA 4.1d Resumen de cálculos para obtener los índices de Miller del NaO_2 .
- TABLA 4.1e Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del KO_2 .
- TABLA 4.1f Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del CaO .
- TABLA 4.1g Resumen de los cálculos para obtener los índices de Miller del Al_2O_3 .
- TABLA 4.2 Índices de Miller determinados a cada componente identificado.

CAPITULO 5.

- TABLA 5.1 Resultados experimentales en la medición de la conductividad térmica de la lava de Quezaltepeque.

CAPITULO 6.

- TABLA 6.1 Comparación de los valores experimentales de las distancias interplanares correspondientes a los

componentes identificados a la lava volcánica de Quezaltepeque.

TABLA 6.2 Comparación de la conductividad térmica de la lava de Quezaltepeque con otros materiales.

APENDICE I

MODO DE PREPARAR LA SUSTANCIA DE REVELADO Y DE FIJADO A USARSE EN LA TECNICA DE DEBYE-SCHERRER.

SUSTANCIA DE REVELADO:

1.9 lt. de H ₂ O destilada a 27°C	+	944 ml. de solución F ₁ A Kodak 1404114 (agitar)	+	104ml. de solución B Kodak KP77883-A (agitar)	+	H ₂ O destilada hasta completar 3.8lt. de solución (agitar)
---	---	---	---	---	---	--

PREPARACION DEL FIJADOR:

La sustancia de fijado se prepara de la siguiente manera: dos partes de H₂O destilada a 27°C, por una parte de solución "Developer and replenisher 1900984, KODAK".

APENDICE II

DETERMINACION DEL ERROR EXPERIMENTAL DE " d ", SEGUN LA TECNICA DE DEBYE-SCHERRER.

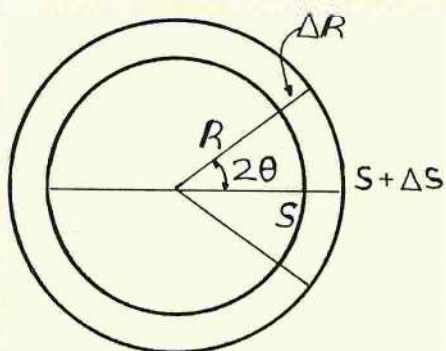


Figura 1. Efecto del error del radio en el valor de S .

Para un par de líneas separados por un intervalo S sobre el difractograma, el supuesto ángulo está dado por:

$$\theta = \frac{S}{4(R + \Delta R)} \quad (1)$$

El error en la medida de θ es:

$$\Delta\theta(R) = \theta_{\text{aparente}} - \theta_{\text{verdadero}} \quad (2)$$

Por lo que:

$$\Delta\theta(R) = \frac{S}{4(R + \Delta R)} - \frac{S}{4R} \quad (3)$$

$$\Delta\theta(R) = -\frac{S}{4R} \left(\frac{\Delta R}{R + \Delta R} \right) \quad (4)$$

$$\Delta\theta(R) = -\theta\left(\frac{\Delta R}{R}\right) \quad (5)$$

de la misma forma:

$$\Delta\theta(s) = \frac{S + \Delta S}{4R} - \frac{S}{4R} \quad (6)$$

$$\Delta\theta(s) = \frac{\Delta S}{4R} \quad (7)$$

Pero: $\theta = \frac{S}{4R}$, así que:

$$\Delta\theta(s) = \theta\left(\frac{\Delta S}{S}\right) \quad (8)$$

Finalmente:

$$\Delta\theta = \Delta\theta_R + \Delta\theta_s = -\theta(\Delta R/R) + \theta(\Delta S/S) \quad (9)$$

o sea:

$$\Delta\theta = \theta\left(\frac{\Delta S}{S} - \frac{\Delta R}{R}\right) \quad (10)$$

Por otra parte, diferenciando la ecuación de la ley de Bragg se tiene:

$$0 = 2 \frac{\Delta d}{\Delta\theta} \text{Sen}\theta + 2d \text{Cos}\theta \quad (11)$$

$$2\Delta d = -2d \frac{\text{Cos}\theta}{\text{Sen}\theta} (\Delta\theta) \quad (12)$$

de donde:

$$\Delta d = -d \cot \theta (\Delta \theta) \quad (13)$$

sustituyendo (10) en (13) se tiene:

$$\Delta d = -\theta d \cot \theta \left(\frac{\Delta S}{S} - \frac{\Delta R}{R} \right) \quad (14)$$

donde:

d : distancia interplanar

θ : ángulo de Bragg

S : distancia lineal entre arcos correspondientes

ΔS : 0.05 mm.

R : radio de la cámara, igual a 57.3 mm.

ΔR : 0.5 mm.

APENDICE III

DETERMINACION DEL ERROR EXPERIMENTAL DE "d", SEGUN LA TECNICA DEL DETECTOR MOVIL.

a) Por la ley de Bragg para $n = 1$ se tiene:

$$\lambda = 2d \text{Sen} \theta$$

b) Derivando parcialmente respecto de "d" y respecto de θ la ecuación de Bragg se tiene:

$$0 = 2 \text{Sen} \theta (\Delta d) + 2d \text{Cos} \theta (\Delta \theta)$$

$$\text{o bien: } |-\Delta d| = \left| \frac{d \text{Cos} \theta (\Delta \theta)}{\text{Sen} \theta} \right| = |d \text{Cot} \theta (\Delta \theta)|$$

$$\text{por lo que: } \Delta d = d \text{Cot} \theta (\Delta \theta)$$

c) Pero 10 divisiones del eje horizontal de la gráfica = 1° (véase figura 3.5).

$$\text{Así: } 1 \text{ div} = \frac{1^\circ}{10} = 0.1^\circ$$

$$\text{entonces: } \Delta \theta = \frac{\text{menos div.}}{2} = \frac{0.1^\circ}{2} = 0.05^\circ$$

$$\Delta \theta = 0.05^\circ = 0.0009 \text{ radianes}$$

de esta manera:

$$\Delta d = d \text{Cot} \theta (0.0009)$$

APENDICE IV

FORMULA PARA LA DETERMINACION DEL ERROR EXPERIMENTAL DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA (K).

La expresión para la conductividad térmica de un material con geometría cilíndrica es:

$$K = \frac{q \ln(r/r_o)}{2\pi L(T_o - T)} \quad (1)$$

r_o : distancia del centro del cilindro a línea de fuente de calor.

T_o : temperatura de la línea de fuente de calor.

Puesto que el resultado experimental de K depende de las medidas de r_o , r , T_o , T y L ; la incertidumbre (W_k) de la conductividad será:

$$W_k = \sqrt{\left(\frac{\partial K}{\partial r_o} W_{r_o}\right)^2 + \left(\frac{\partial K}{\partial r} W_r\right)^2 + \left(\frac{\partial K}{\partial T_o} W_{T_o}\right)^2 + \left(\frac{\partial K}{\partial T} W_T\right)^2 + \left(\frac{\partial K}{\partial L} W_L\right)^2} \quad (2)$$

W_{r_o} , W_r , W_{T_o} , W_T y W_L son como se explica en la sección 5.5.41 derivar parcialmente la ecuación (1) respecto de cada uno de los parámetros medidos, sustituyendo en (2) y simplificando se tiene:

$$W_k = \left(\frac{q(5.0 \times 10^{-4} m)^2}{2\pi L(T_o - T)} \left(\frac{1}{r_o^2} + \frac{1}{r^2} \right) + 2 \frac{q \ln(r/r_o) (0.5^\circ C) m^2}{2\pi L(T_o - T)^2} \right.$$

$$\left. + \frac{q h (r/r_o) (5.0 \times 10^{-4})^2}{2\pi L^2 (T_o - T)} \right)^{1/2}$$