Materiales de Construcción Vol. 18, nº 132
Octubre, noviembre, diciembre de 1968

617-107

mejoras obtenidas de la aplicación de la cámara de vacío Philips PW-1089 en los análisis cuantitativos por difracción de rayos X

J. L. SAGRERA MORENO, Lcdo. en Ciencias Químicas
Jefe de la Sección de Espectrometría del Instituto Eduardo Torroja

1 INTRODUCCION

El presente trabajo se realiza para comprobar las mejoras obtenidas en los análisis por difracción de rayos X, usando una cámara de vacío con ánodo de cobre y cromo respectivamente.

Los compuestos analizados son Fe_2O_3 y α-SiO_2, utilizados en los análisis rutinarios de nuestro laboratorio y empleados en artículos anteriores.

2 TECNICA APLICADA

El uso del ánodo de cobre para los análisis por difracción de rayos X tiene su aplicación en la potencia obtenida en los picos representativos de la muestra analizada; por el contrario, la separación de dichos picos es escasa perdiéndose resolución en muchos de ellos. Cuando se cambia el ánodo de cobre por el de cromo es mayor la separación de picos, pero en cambio la potencia resulta menor y, de ahí, la gran ventaja del uso de la cámara de vacío, ya que compensa la pérdida de potencia de picos.

Las gráficas obtenidas en el presente trabajo demuestran palpablemente esta ganancia.

En el caso del Fe_2O_3 podemos comprobar, a partir de la gráfica 1, la existencia de picos correspondientes al Fe_2O_3 en los ángulos $2\theta = 33{,}20$ y $2\theta = 35{,}62$, cuyas alturas de

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

pico neto son 9 y 7 unidades arbitrarias, respectivamente. Estos picos, como puede verse en las condiciones de trabajo, han sido obtenidos sin usar la cámara de vacío. Los picos de la gráfica 2 se han obtenido con las mismas condiciones de trabajo, pero usando la cámara de vacío; y puede deducirse, por comparación, la ganancia de los picos netos con el uso de dicha cámara de vacío. Las relaciones de comparación son las siguientes:

Pico en $2\theta = 33{,}20$	9	unidades arbitrarias
Pico en $2\theta = 35{,}62$	7	unidades arbitrarias

(Para gráfica obtenida sin uso de la cámara de vacío).

Pico en $2\theta = 33{,}20$	12	unidades arbitrarias
Pico en $2\theta = 35{,}62$	8,7	unidades arbitrarias

(Para gráfica obtenida con cámara de vacío).

La ganancia obtenida es del 25 % para el primer pico y del 13 % para el segundo pico.

Cambiando el ánodo de cobre por el de cromo, y viendo las gráficas 3 y 4, se aprecia que sin usar la cámara de vacío la altura de los picos correspondientes al Fe_2O_3 es similar a cuando se usaba el ánodo de cobre; pero en cambio la ganancia en altura de los picos cuando se usa la cámara de vacío es, en unidades arbitrarias, de 23 y 14,5, respectivamente, para los situados en $2\theta = 50{,}20$ y $2\theta = 54{,}10$. Por tanto, comparando las ganancias entre ánodo de cobre y cromo con cámara de vacío la ganancia, en tanto por ciento, es de 100 % para el pico en $2\theta = 50{,}20$ y de 70 % en el correspondiente a $2\theta = 54{,}10$.

Los cambios en los valores de 2θ, al usar un ánodo u otro, se deben a la diferente longitud de onda de emisión de los ánodos correspondientes. Por ello, y para omitir errores en la interpretación de los gráficos, en cada pico de ellos se especifica el espaciado (d) medido en Angstrom.

En las gráficas 5 y 6, correspondientes al α-SiO_2, la ganancia obtenida puede comprobarse comparando los picos obtenidos al usar ánodo de cromo y cámara de vacío. Los resultados son los siguientes:

Cámara de vacío y ánodo de cobre	15,5	unidades arbitrarias.
Cámara de vacío y ánodo de cromo	15,5 × 4	unidades arbitrarias.

El factor 4 de multiplicación para el caso de ánodo de cromo se debe a que, en las condiciones operatorias, el factor de escala usado en esta gráfica es de 128, mientras que en la del cobre es de 32, siendo el paso de un factor de escala a otro de 4 aumentos y, por tanto, la ganancia en este caso es de igual cuantía.

Otro aspecto a tener en cuenta cuando se usa el ánodo de cromo, es el poder de separación con respecto al ánodo de cobre. El poder de separación es de gran utilidad, ya que en repetidas ocasiones, y principalmente en los análisis cualitativos por difracción de rayos X, la separación de un pico al siguiente o anterior al considerado es tan peque-

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)

ña que su identificación se hace imposible, llegando a veces a la casi superposición de picos y, por consiguiente, al desconocimiento de la existencia del mismo.

La ganancia, en cuanto a poder de separación se refiere, puede comprobarse midiendo la distancia entre los picos de una misma gráfica.

La separación entre picos usando ánodo de cobre y para muestra de Fe_2O_3, gráfica 1, es de 3,3 cm; en cambio, al usar ánodo de cromo, gráfica 3, la separación aumenta a 5,2 cm; fácilmente puede comprobarse la utilidad que esta separación tiene en el caso de un doblete que coincida con el pico de otro compuesto de la muestra analizada, ya que en este caso la separación del ánodo de cromo nos permitirá reconocer o identificar el pico coincidente con el del doblete.

En cuanto a la muestra de α-SiO_2, el resultado del poder de separación es el siguiente:

Anodo de cobre	7,7 cm de separación entre picos (gráfica 5).
Anodo de cromo	11,8 cm de separación entre picos (gráfica 6).

Referente a la separación en el caso de un doblete, como ocurre con el α-SiO_2 y ánodo de cobre, y en un ángulo de valor $2\,\theta = 55{,}00$ (véase gráfica 7), puede comprobarse en la gráfica 8 —que corresponde a la misma muestra, pero usando ánodo de cromo y vacío—, donde la separación hace posible discernir entre los dos picos del doblete considerado.

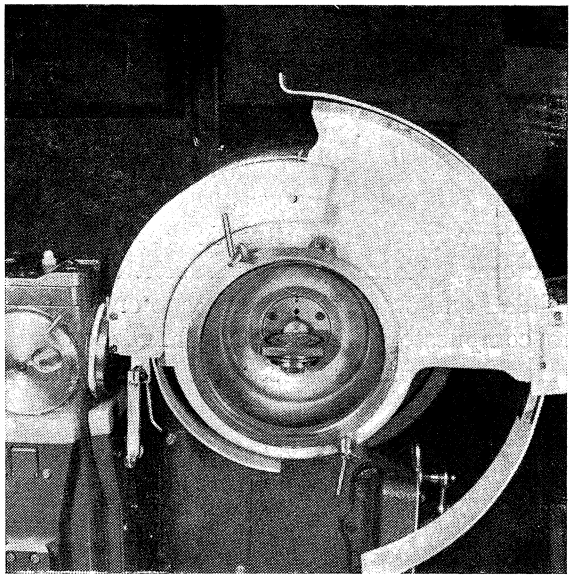
2 CONCLUSIONES

Uno de los principales problemas en la identificación de un compuesto por análisis de difracción de rayos X, es la poca separación entre los picos representativos de la muestra. La solución se da usando el ánodo de cromo, con una ganancia en el caso de muestra de α-SiO_2 del 30 % aproximadamente. Por el contrario, la potencia de los picos se ve generalmente disminuida o en el mejor de los casos igualada. La solución a este problema se tiene usando la cámara de vacío, ya que la separación con ánodo de cromo se conserva y en cambio se obtiene una ganancia que en el caso del Fe_2O_3 puede llegar al 100 por ciento.

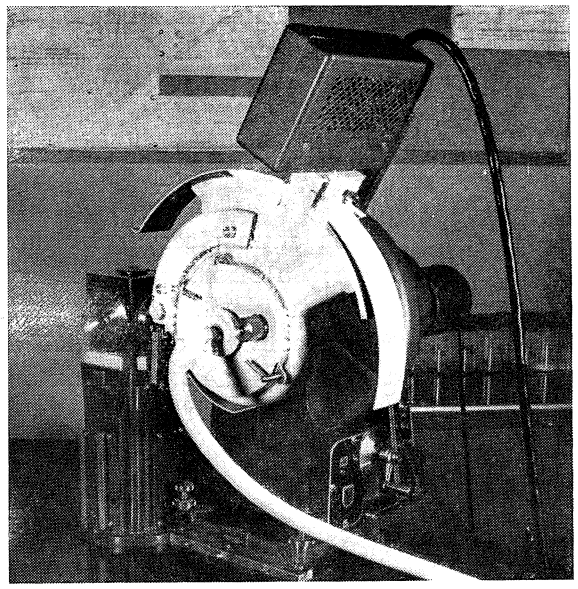
3 INSTRUMENTACION

Las experiencias anteriormente obtenidas han sido realizadas con un equipo de rayos X marca Philips, tipo manual de 1 kW. La cámara de vacío usada es marca Philips, con número de codificación PW-1089. En las fotos adjuntas puede comprobarse la colocación de dicha cámara sobre un goniómetro convencional, así como su sencillez de manipulación para carga y descarga de las muestras analizadas.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es



Cámara de vacío sin tapa.



Cámara de vacío montada.

4. CONDICIONES DE TRABAJO

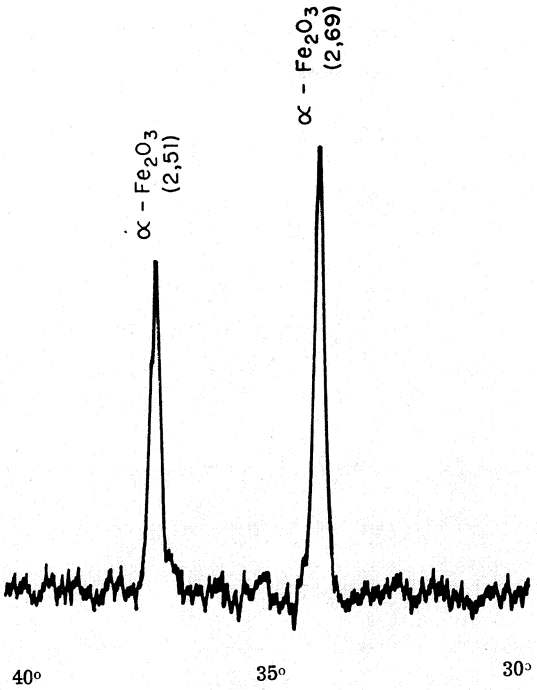
En la tabla siguiente se especifican las condiciones operatorias del equipo de rayos X.

En ella la especificación RM indica el Factor de escala; TC, la Constante de tiempo; y M, el Multiplicador de escala.

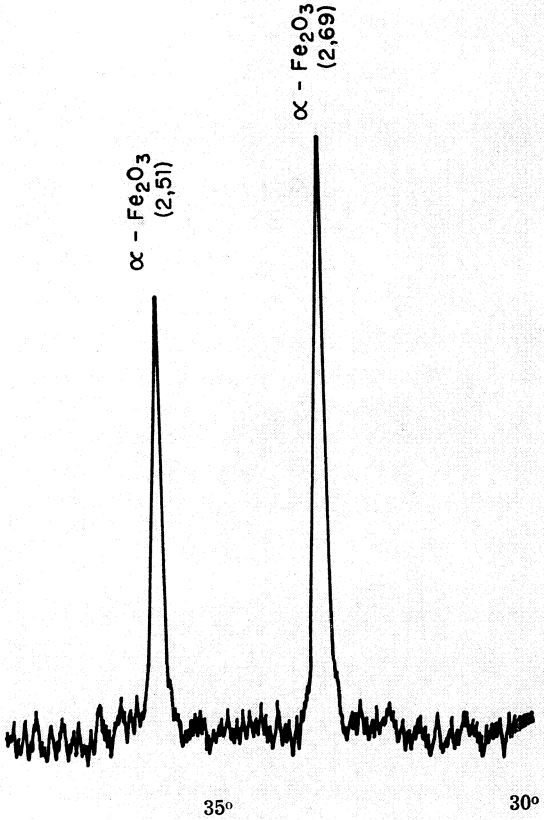
TABLA

Gráfica	Muestra	Anodo	kW	mA	RM	TC	M	VACIO
1	—Fe_2O_3	Cobre	40	24	4	1	10	NO
2	—Fe_2O_3	Cobre	40	24	4	1	10	SI
3	—Fe_2O_3	Cromo	40	24	4	1	10	NO
4	—Fe_2O_3	Cromo	40	24	4	1	10	SI
5	—SiO_2	Cobre	40	24	32	1	10	SI
6	—SiO_2	Cromo	40	24	128	1	10	SI
7	—SiO_2	Cobre	40	24	8	2	1	NO
8-A	—SiO_2	Cromo	40	24	2	4	1	SI
8-B	—SiO_2	Cromo	40	24	1	4	1	SI

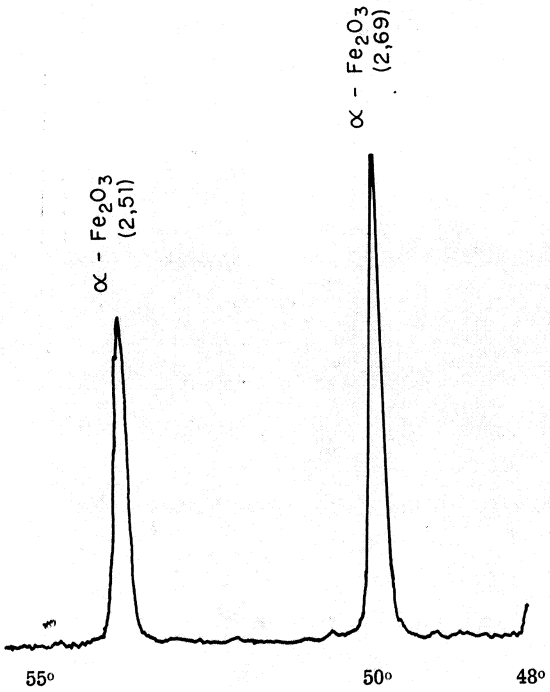
© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es



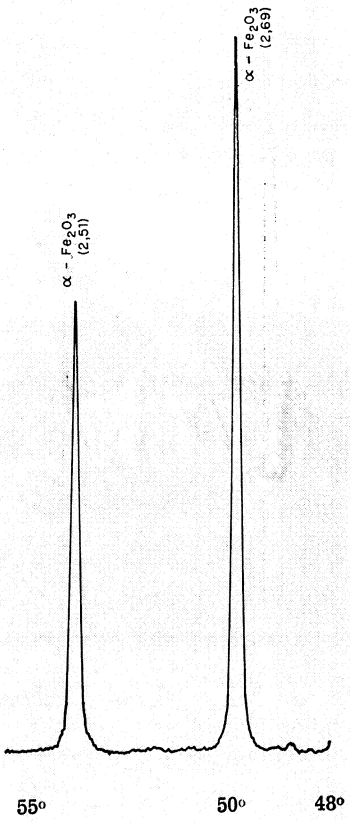
Gráfica 1



Gráfica 2

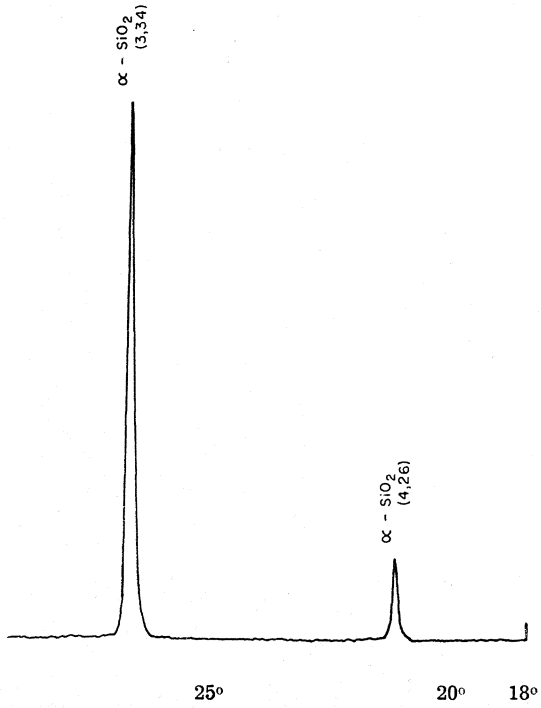


Gráfica 3

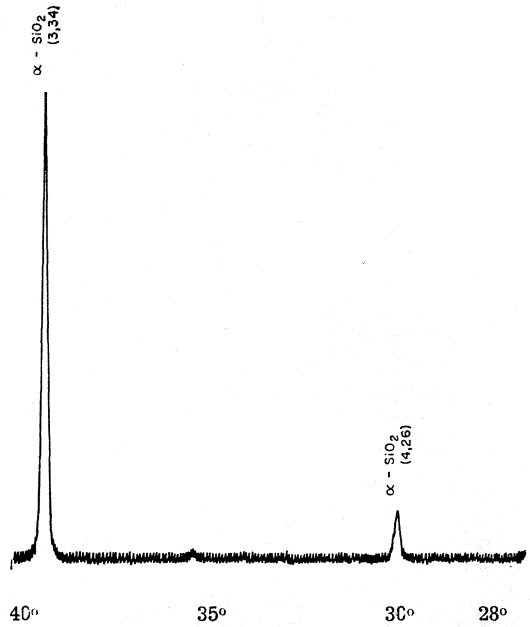


Gráfica 4

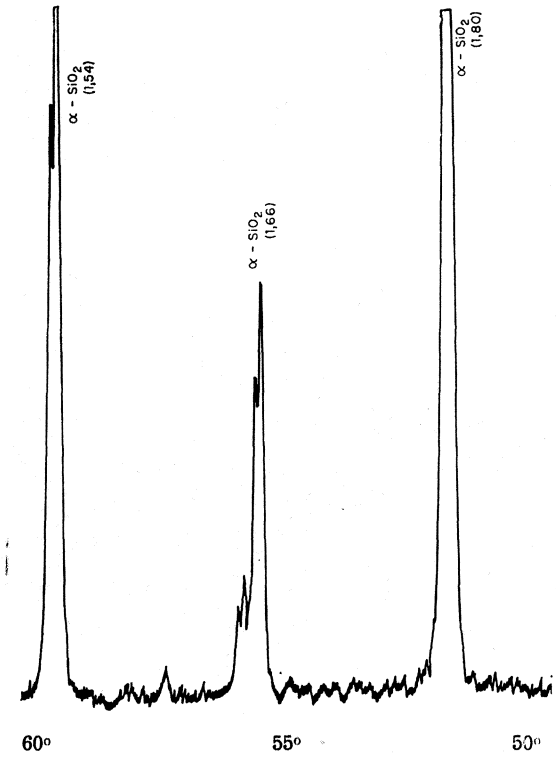
© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)



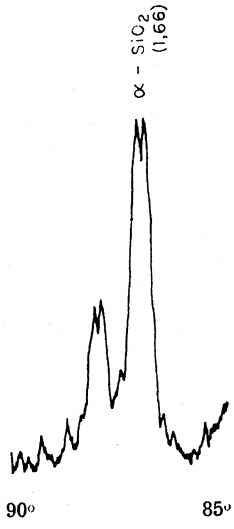
Gráfica 5



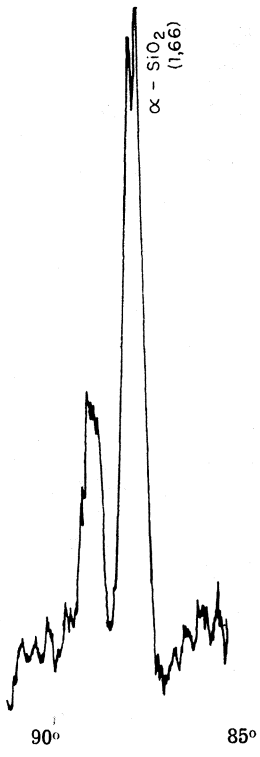
Gráfica 6



Gráfica 7



Gráfica 8-A



Gráfica 8-B

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)