



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS

**EXTINCIÓN DE LA DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN  
UNA MUESTRA DE COBRE CON TEXTURA DE  
RECOCIDO**

TESIS  
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE LICENCIADO EN  
FÍSICA Y MATEMÁTICAS

PRESENTA

JUANA SÁNCHEZ RAMOS

DIRECTOR DE TESIS

DR. JESUS PALACIOS

MEXICO, D. F.

DICIEMBRE, 2007

## *Agradecimientos*

A mis padres y hermanos por el apoyo y la confianza brindada durante todo este tiempo.

Al Dr. J. Palacios y a la Dra. G. Gómez por brindarme su confianza y orientación en la realización de este trabajo.

Así mismo se agradece el apoyo del proyecto CONACYT SEP - 2003 - CO2 - 44475

# ÍNDICE

1. Resumen	1
2. Introducción	2
3. Antecedentes	3
3.1. Textura	3
3.2. Función de Distribución de Orientación Cristalina (FDOC)	4
3.3. Figura de Polos (FP)	5
3.4. Correcciones de figuras polares	6
a) Fondo	6
b) Desfocalización	6
3.5. Difracción de rayos X	7
3.6. Teoría Cinemática	7
3.7. Extinción	10
a) Primaria	10
b) Secundaria	12
4. Desarrollo Experimental	14
4.1. Preparación de la muestra	14
4.2. Medición de difractogramas	14
4.3. Medición de figuras de polos	15
5. Evaluación de Resultados	16
5.1. Difractogramas	16
5.2. Figuras de Polos (FP)	19
5.3. Función de Distribución de Orientación Cristalina (FDOC)	21
6. Conclusiones	25
7. Referencias	26

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 3.6.1.</b> Representación de la ley de Bragg. $k$ y $k'$ son los vectores de onda incidente y difractada, respectivamente; $2d \sin \theta$ es la distancia adicional recorrida por el rayo inferior.	8
<b>Figura 3.7.1.</b> Representación del fenómeno de extinción primaria.	11
<b>Figura 3.7.2.</b> Representación del fenómeno de extinción secundaria.	12
<b>Figura 5.1.1.</b> Difractograma de la muestra de polvo obtenida con radiación de Co $K_{\alpha}$ . Los segmentos de líneas horizontales representan la relación que debería de seguir las reflexiones posteriores a la (111) con respecto a esta misma.	16
<b>Figura 5.1.2.</b> Difractograma de la muestra 1 obtenida con radiación de Co $K_{\alpha}$	17
<b>Figura 5.1.3.</b> Difractograma de la muestra 2 obtenida con radiación de Co $K_{\alpha}$	17
<b>Figura 5.2.1.</b> Figura de polos de la muestra 1 para las reflexiones: a) 111, b) 200, c) 220, d) 311 y e) 222.	19
<b>Figura 5.2.2.</b> Figura de polos de la muestra 2 para las reflexiones: a) 111, b) 200, c) 220, d) 311 y e) 222.	21
<b>Figura 5.3.1.</b> FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 111, 200, 220 de la muestra 1.	22
<b>Figura 5.3.2.</b> FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 220, 311, 222 de la muestra 1.	23
<b>Figura 5.3.3.</b> FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 111, 200, 220 de la muestra 2.	24
<b>Figura 5.3.4.</b> FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 220, 311, 222 de la muestra 2.	25

## ABREVIATURAS

$A$	Área de la sección transversal del haz incidente
$c$	Velocidad de la luz
$\chi$	Intersección entre el plano difractante y el de la muestra
$C_l^{mn}$	Coefficientes de la función de distribución de orientación
$C_d$	Factor de polarización dinámica
$C_k$	Factor de polarización cinemática
$d$	Distancia interplanar
$e$	Carga del electrón
$\varepsilon$	Coefficiente de extinción primaria
$E$	Energía total difractada
$e^{-2M}$	Factor de temperatura
$F$	Factor de estructura
$f$	Factor de dispersión atómica
$f(g)$	Función de distribución de orientación
FP	Figura de polos
FDOC	Función de distribución de orientación cristalina
$g'$	Operador rotación
$g$	Coefficiente de extinción secundaria
$hkl$	Índices de Miller
$I_{CT}$	Intensidad integrada de una muestra con textura
$I_{ST}$	Intensidad integrada de una muestra sin textura
$I_0$	Intensidad del haz incidente
$I_k$	Intensidad integrada cinemática
$I_m$	Intensidad integrada medida
$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$	Ángulos de Euler
$\varphi$	Eje de rotación perpendicular al plano de la muestra
$K_A$	Sistema de coordenadas de la muestra
$K_B$	Sistema de coordenadas de un cristalito
$k$	Vector de onda del haz incidente
$k'$	Vector de onda del haz reflejado
$\lambda$	Longitud de onda del haz incidente
$l$	Ancho del dominio coherente
$L$	Longitud de extinción

$m$	Masa del electrón
$\mu$	Coefficiente de absorción
$\mu_0$	Constante de permeabilidad
$p$	Factor de multiplicidad
$\theta$	Ángulo de incidencia del haz de rayos X
$\vec{Q}$	Vector diferencia entre $k$ y $k'$
$Q$	Reflectividad integrada por unidad de volumen
$\rho$	Densidad de polos
$\vec{r}_j$	Coordenada del j-ésimo átomo de la celda unitaria
$r$	Distancia entre la fuente de rayos X y la muestra
$r_0$	Radio del electrón
$T_l^{mn}$	Armónicos esféricos generalizados
$\delta v$	Volumen del cristal
$v$	Volumen de la celda unitaria
$\omega$	Velocidad angular

## **1. RESUMEN**

Se midieron figuras polares para las reflexiones 111, 200, 220, 311 y 222 de una muestra de cobre laminada 96 % y posteriormente recocida, empleando la técnica de difracción de rayos X, con una fuente de radiación  $K_{\alpha}$  de cobalto.

En este trabajo se investigó la influencia del fenómeno de extinción primaria y secundaria al comparar las figuras polares 111 y 222, notando así una diferencia en los valores máximos de las densidades de polos.

De las figuras de polos mencionadas se calcularon las Funciones de Distribución de Orientación de Cristalitos (FDOC) para índices bajos y altos. Se observó una diferencia entre los valores de las densidades de polos máximas debido a que están calculadas a partir de Figura Polares (FP) afectadas por diferentes grados de extinción.

Para tratar de eliminar la posible existencia de una componente de extinción primaria se laminó la muestra un 25 %, pero no solo se eliminó esta componente sino que también se modificó la textura que se tenía inicialmente.

## **2. INTRODUCCIÓN**

La medición de figuras polares de un material texturado ya sea a través de la difracción de rayos X o de neutrones, se ve afectada por el efecto de extinción. La extinción es la disminución de la intensidad integrada difractada comparada con la calculada mediante la teoría cinemática. Normalmente en estos estudios las muestras se preparan de tal forma que se minimiza la componente de extinción primaria y la secundaria generalmente es despreciada. No obstante, en ocasiones no es posible evitar la extinción primaria y/o la secundaria no es despreciable.

Por tal motivo en el laboratorio de difracción de rayos X del Departamento de Ciencia de Materiales de la ESFM se ha emprendido un estudio sistemático para investigar la influencia de la extinción en la medición de figuras polares por difracción de rayos X [1, 2].

Como parte de dicho programa, con este trabajo se pretende continuar con el estudio y obtener mediciones de figuras polares de una muestra de estructura cúbica centrada en las caras, a saber, el cobre con textura de recocido.

### 3. ANTECEDENTES

Un cristal puede ser definido como un sólido constituido por un arreglo periódico de átomos. Un cristal de mosaico cuando existe un monocristal real, es decir, que está formado por un gran número de cristalitos cuyas orientaciones son casi paralelas. La introducción de un conjunto de dislocaciones dispuestas en una línea aproximadamente, separa a un monocristal en dos zonas que difieren en orientación por algunos grados. A esta frontera se le llama frontera de bajo ángulo.

#### 3. 1. Textura

Se denomina textura a la distribución de orientación de los cristalitos que forman un policristal. Cada grano en un policristal consiste de un ensamble de cristalitos perfectos a los que se les define dominios coherentes, que tienen orientaciones parecidas y a cuyos límites se denominan fronteras de subgrano.

La textura se puede clasificar dependiendo del proceso por el cual se conformó la muestra; por ejemplo la textura de deformación ó la de recristalización [5]. Estas texturas a su vez son características de la estructura cristalina del material.

Para describir la orientación preferencial de los cristalitos es necesario utilizar dos sistemas de referencia,  $K_B$  y  $K_A$  [4], donde  $K_B$  es el sistema de coordenadas de un cristalito general y  $K_A$  es el sistema de coordenadas del laboratorio (muestra). Para poder describir las rotaciones que hacen coincidir los sistemas  $K_B$  y  $K_A$  se usan los tres ángulos de Euler  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  [4] y se define el operador  $g'$ , el cual se escribe matemáticamente de la siguiente forma:

$$K_B = g' K_A \quad (3.1.1)$$

Los ángulos de Euler son utilizados para describir la orientación relativa de dos sistemas de referencias ortonormales. La notación en ángulos de Euler de  $g'$  es la siguiente:

$$g' = g'(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$$

El dominio de los ángulos de Euler es

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi, \quad 0 \leq \Phi \leq \pi, \quad 0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$$

Si se construye un espacio ortogonal cuyos ejes sean los ángulos de Euler (*espacio de Euler*), entonces, cada punto del espacio de Euler corresponde a una orientación particular de los cristalitos.

La manera más completa de representar la textura es mediante la función de distribución de orientaciones cristalográficas (FDOC), la cual se obtiene a partir de la medición de figuras de polos por difracción de rayos X o neutrones. La medición de figuras de polos se realiza utilizando un difractómetro de rayos X equipado con un goniómetro de texturas, el cual permite la rotación de la muestra mientras se conservan las condiciones de Bragg para una reflexión dada.

### 3. 2. Función de Distribución de Orientación de Cristalitos (FDOC)

La forma de describir la textura de un material se hace a través de la FDOC, la cual es definida de la siguiente manera:

$$\frac{dV(g\hat{)}}{V} = f(g\hat{)}dg\hat{'} \quad (3.2.1)$$

Es decir, la FDOC se define como la fracción volumétrica  $f(g\hat{)}$  de cristalitos que tienen una orientación  $g\hat{}$  dentro de un cierto elemento infinitesimal de orientación  $g\hat{}$  [11].

Un método usual para la reproducción de la FDOC es el que proponen Roe y Bunge [9] de manera independiente que se resuelve a partir de los desarrollos en series de armónicos esféricos generalizados:

$$f(g\hat{)} = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=l}^l C_l^{mn} T_l^{mn}(g\hat{)} \quad (3.2.2)$$

Donde  $C_l^{mn}$  son los coeficientes del desarrollo en serie que quedan por ser determinados y que varían en cada caso particular,  $T_l^{mn}$  son los armónicos esféricos generalizados en tres dimensiones [4]. Aquí el problema radica en la determinación de los coeficientes mediante un cálculo numérico.

La densidad de polos es la integral de la FDOC en una dirección dada en el espacio de Euler y viene dada por la siguiente ecuación:

$$\rho_h(y) = \frac{1}{2\pi} \int f(\hat{g}) d\gamma \quad (3.2.3)$$

Donde  $\rho_h(y)$  es la densidad de polos de los cristalitos en el punto  $y$  en la dirección  $h$ ,  $f(\hat{g})$  la función que describe la orientación de los cristalitos y  $\gamma$  es el ángulo de rotación del cristalito en la dirección  $h$ .

### 3. 3. Figura de Polos

Una figura de polos (FP) es una representación gráfica de los resultados de medición de la intensidad difractada obtenidos para una reflexión dada. Esta representación está constituida por curvas de nivel de la densidad de polos obtenida a partir de la intensidad difractada integrada de una muestra, en una proyección estereográfica, y da información sobre la orientación preferencial de cristalitos (textura) de materiales policristalinos. Solo aquellos cristalitos con planos ( $hkl$ ) que cumplan con la ley de Bragg contribuirán a la intensidad en el detector.

Para representar la textura en una figura de polos es necesario hacerlo mediante una proyección estereográfica, la cual permite ver la simetría de la estructura cristalina [5]. Si los cristales tienen una orientación aleatoria los polos deben ser distribuidos uniformemente sobre la proyección, pero si hay orientación preferencial en los cristalitos, los polos tienden a formar grupos en ciertas áreas de la proyección desocupando otras áreas.

Cada FP está por lo tanto asociada a una familia de planos ( $hkl$ ) y por si sola da una información incompleta de la textura. Para tener una descripción completa de las orientaciones preferenciales, se requieren, en general, como mínimo tres FPs.

### **3. 4. Correcciones de Figuras de Polos**

Para la interpretación correcta de las figuras polares es necesario corregir los datos, estas correcciones son por fondo y desfocalización. Para la realización de dichas correcciones es necesario contar con una muestra del mismo material bajo estudio, pero sin textura.

#### *a) Corrección por fondo*

El fondo es la intensidad en el espectro de difracción que se produce por los efectos de dispersión incoherente y por la fluorescencia en la muestra [9]. Para la corrección de fondo se mide una intensidad anterior y una posterior al pico de difracción en el ángulo  $2\theta$  para cada valor del ángulo de inclinación  $\chi$ ; estas intensidades son promediadas con el fin de obtener el fondo para cada ángulo de inclinación.

#### *b) Corrección por desfocalización.*

El efecto de desfocalización ocasiona una disminución de la intensidad en la rendija receptora. Esto se debe a que al inclinar la muestra, el área difractante iluminada incrementa de tamaño ocasionando un cambio en el punto de focalización. Este se aleja del punto inicial ocasionando un ensanchamiento del haz en la rendija frente al detector, la cual solo permite el paso de una fracción del haz difractado [8]. Para la corrección de desfocalización se mide una FP la muestra sin textura bajo las mismas condiciones con las que se realizó la figura polar de la muestra de interés (es decir, de la muestra texturada).

Además de las correcciones de fondo y desfocalización, los datos de la intensidad integrada para cada pico de interés deben ser normalizados, con el fin de poder comparar las densidades de orientación de diferentes FP. La forma de hacer la normalización es relacionando la intensidad integrada de la muestra con textura  $I_{CT}$  y de la intensidad integrada de la muestra sin textura  $I_{ST}$ , esto es:

$$\rho = \frac{I_{CT}}{I_{ST}} \quad (3.4.1)$$

### 3. 5. Difracción de Rayos X

Los rayos X son radiación electromagnética cuya longitud de onda se encuentra entre 10 nm y 0.1 nm. Cuanto menor es la longitud de onda de los rayos X mayor es su energía y por lo tanto mayor su poder de penetración.

El fenómeno de difracción de rayos X por un cristal es el resultado de un proceso en el cual los rayos X dispersados por los electrones de los átomos interfieren constructivamente.

La técnica de difracción de rayos X aporta información sobre las estructuras, las fases, la orientación preferencial, etc., para esto se requiere determinar la intensidad integrada que es tratada generalmente por la teoría cinemática. En el caso de difracción por cristales o dominios cristalinos perfectos, se usa la teoría de la difracción dinámica.

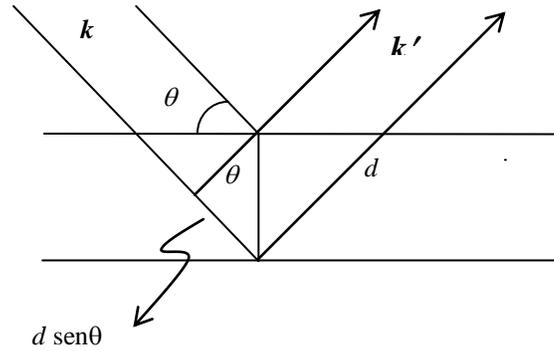
### 3. 6. Teoría Cinemática

La teoría cinemática se utiliza para cristales pequeños (aproximadamente de 1  $\mu\text{m}$ ) y en ella no se toma en cuenta que los haces incidentes pueden ser dispersados más de una vez dentro del cristal, las dispersiones múltiples se dan cuando se tienen dominios coherentes grandes. En la teoría dinámica se toman en cuenta todas las interacciones de onda dentro del cristal.

Un haz difractado es producido cuando se cumple la ley de Bragg [7]. La ley de Bragg nos permite conocer las direcciones en las que los rayos X son difractados por un cristal. De esta manera la ley de Bragg se expresa en la forma siguiente:

$$2d_{hkl} \text{sen } \theta = n\lambda \quad (3.6.1)$$

Donde  $d$  es la distancia entre los planos de la red cristalina,  $\theta$  es el ángulo de incidencia del haz de rayos X,  $n$  es un número entero y  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación incidente.



**Figura 3.6.1.** Representación de la ley de Bragg.  $k$  y  $k'$  son los vectores de onda incidente y difractada, respectivamente;  $2d \sin\theta$  es la distancia adicional recorrida por el rayo inferior.

En el difractor, el haz difractado por un cristal a un cierto ángulo de Bragg  $\theta$  es detectado por un contador, la energía total difractada es la intensidad integrada y está dada por el área bajo la curva del pico de difracción. La intensidad total difractada cuando se tiene un cristal pequeño rotando a una velocidad angular  $\omega$  alrededor de la posición de Bragg, está dada por [6]:

$$I = \frac{I_0}{\omega} \left( \frac{e^4}{m^2 c^4} \right) \frac{\lambda^3 |F|^2}{v^2} \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2 \sin 2\theta} \right) \delta V \quad (3.6.2)$$

Donde  $I_0$  es la intensidad del haz incidente,  $e$  es la carga del electrón,  $m$  es la masa del electrón,  $c$  es la velocidad de la luz,  $\lambda$  es la longitud de onda del haz incidente,  $\delta V$  es el volumen del cristalito difractante,  $v$  el volumen de la celda unitaria,  $F$  es el factor de estructura,  $\theta$  el ángulo de Bragg y  $(1 + \cos^2 2\theta)/2$  es el factor de polarización de Lorentz.

Esta intensidad también se expresa en términos de la reflectividad integrada por unidad de volumen  $Q$ :

$$Q = \left( \frac{e^4}{m^2 c^4} \right) \frac{\lambda^3 |F|^2}{v^2 \sin 2\theta} \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right) \quad (3.6.3)$$

Así:

$$I = \frac{I_0 \delta V}{\omega} Q \quad (3.6.4)$$

Para una muestra de polvo constituida de un número grande de cristales pequeños con orientación aleatoria, se tiene que la intensidad integrada puede expresarse de la siguiente manera [5]:

$$I = \left( \frac{I_0 A \lambda^3}{32\pi r} \right) \left( \frac{\mu_0 e^2}{4\pi m} \right)^2 \left( \frac{1}{v^2} \right) \left[ |F|^2 P \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left( \frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad (3.6.5)$$

Tomando

$$K = \left( \frac{I_0 A \lambda^3}{32\pi r} \right) \left( \frac{\mu_0 e^2}{4\pi m} \right)^2 \quad (3.6.6)$$

Y

$$R = \left( \frac{1}{v^2} \right) \left[ |F|^2 P \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] e^{-2M} \quad (3.6.7)$$

Entonces la intensidad difractada dada por la ec. (3.6.5) se puede describir de la siguiente manera:

$$I = \frac{K R}{2\mu} \quad (3.6.8)$$

$K$  es una constante que depende de las características del difractómetro, como son  $\lambda$  y  $r$  (distancia que hay entre la fuente de rayos X y la muestra), así como de la intensidad del haz  $I_0$  y las constantes físicas  $e$ ,  $m$  y  $\mu_0$ ; mientras que  $R$  depende del factor de estructura  $F$  y del factor de

multiplicidad  $p$ , el cual es definido como el número de elementos que forman el conjunto  $\{hkl\}$ , este es por el número de planos  $hkl$  equivalentes por la simetría del cristal.  $\mu$  es el coeficiente de absorción de la muestra y su valor se encuentra en las Tablas Internacionales de Cristalografía.

### 3. 7. Extinción

La extinción es un fenómeno por el cual la intensidad difractada de un haz de rayos X resulta menor a la predicha por la teoría cinemática. Existen dos razones fundamentales para esta disminución de intensidad, que dan origen a dos tipos de extinción, a saber: extinción primaria y extinción secundaria.

#### a) Extinción Primaria

Ocurre cuando los cristalitos difractantes en un cristal real son mayores o iguales a  $10^{-4}$  cm de diámetro y libres de defectos. En este caso, la intensidad del haz difractado se reduce por un proceso de dispersión múltiple. El haz difractado encuentra las mismas condiciones para ser difractado nuevamente dentro del cristalito, de tal manera que el haz doblemente difractado se combina coherentemente con el haz transmitido. La extinción primaria se vuelve despreciable cuando el cristal es muy pequeño o cuando es imperfecto. Este fenómeno depende además de cada reflexión de Bragg y del factor de estructura y solo puede ser estudiado por medio de la difracción dinámica. Se define entonces el coeficiente de extinción primaria  $\varepsilon$  como:

$$I_k = \varepsilon I_m \quad (3.7.1)$$

Donde  $I_k$  es la intensidad integrada obtenida mediante la teoría cinemática e  $I_m$  es la intensidad medida. Así, el fenómeno de extinción primaria está presente si la intensidad integrada medida es menor a la predicha por la teoría cinemática. A la profundidad crítica que define cuando existe la extinción primaria se le conoce como *longitud de extinción*  $\Lambda$ . En la simetría de Bragg,  $\Lambda$  se puede expresar para radiación no polarizada de la siguiente forma [1]:

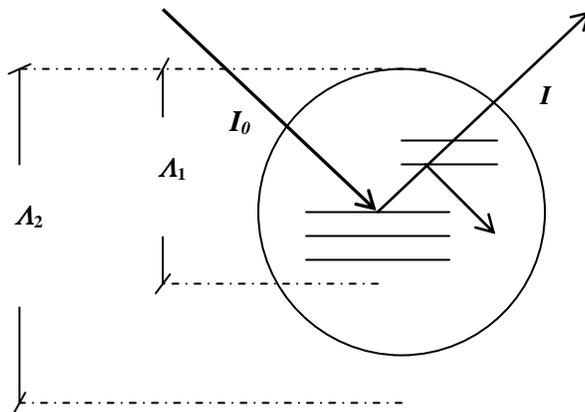
$$\Lambda = \frac{v \operatorname{sen} \theta}{C_d r_0 \lambda F} = \frac{1}{2d} \frac{v}{C_d r_0 F} \quad (3.7.2)$$

Donde  $r_0$  es el radio clásico del electrón y  $C_d$  es el factor de polarización por dispersión dinámica, el cual está definido de la siguiente forma:

$$C_d = \frac{1 + |\cos 2\theta|}{2} \quad (3.7.3)$$

Si en un cristal perfecto se tiene una longitud de extinción menor que el ancho del dominio coherente, entonces el fenómeno de extinción primaria está presente (figura 3.7.1). Así de la ecuación (3.7.2) se ve entonces que la longitud de extinción tiene menor magnitud cuando el factor de estructura es grande. Por lo mencionado anteriormente se afirma que la extinción primaria afecta mayormente a las reflexiones fuertes (factor de estructura grande), que en general son las de bajos índices.

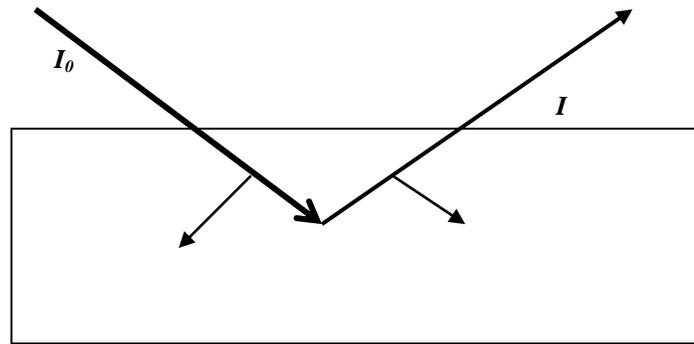
Del coeficiente de extinción primaria se podría eventualmente determinar el tamaño del dominio coherente, el cual puede diferir para diferentes direcciones.



**Figura 3.7.1.** Representación del fenómeno de extinción primaria. Se considera el dominio coherente de simetría esférica.  $I_0$  e  $I$  son las intensidades del haz incidente y del haz difractado, respectivamente. Si la longitud de extinción  $\Lambda$  es  $\Lambda_1$ , entonces está presente la extinción primaria, si  $\Lambda$  es  $\Lambda_2$ , entonces no existe extinción primaria.

### b) Extinción Secundaria

Este tipo de extinción toma lugar cuando los cristalitos presentan pequeñas desviaciones de orientación entre ellos. El haz difractado por un cristalito encuentra otro cristalito dentro de la muestra que lo difracta en otra dirección diferente a aquella en la que se encuentra el detector. También parte del haz incidente podría ser difractado en otras direcciones, ya sea por los planos  $(hkl)$  estudiados, pero con otra dirección, o por otros planos  $(h\bar{k}l)$  disminuyendo así la intensidad del haz primario que incide en los cristalitos con la orientación de interés.



**Figura 3.7.2.** Representación del fenómeno de extinción secundaria.  $I_0$  e  $I$  son las intensidades del haz incidente y del haz difractado, respectivamente.

El efecto para un cristal de mosaico, debido a la extinción secundaria en la intensidad integrada es equivalente a un incremento en el coeficiente de absorción [3]:

$$\mu' = \mu + gQ \frac{C_{k2}}{C_{k1}^2} = \mu + 2gQ \frac{(1 + \cos^4 2\theta)}{(1 + \cos^2 2\theta)^2} \quad (3.7.5)$$

Donde  $C_{kn} = \frac{1 + \cos^{2n} 2\theta}{2}$  y  $g$  es una constante característica de los cristales de mosaico llamado coeficiente de extinción secundaria y depende de la distribución angular de los bloques. El parámetro  $g$  es determinado por [10]:

$$g Q^2 = \int_{-\infty}^{\infty} G^2(u) du \quad (3.7.6)$$

$Q$  esta dado por la ecuación (3.6.3),  $u$  es el ángulo de desviación de la normal al plano difractante medido a partir de la dirección promedio de los cristalitos y  $G(u)$  es la fracción de los cristalitos con tal orientación.

El fenómeno de extinción secundaria se vuelve despreciable cuando el grado de desorientación de los cristalitos que constituyen la muestra es suficientemente grande y cuando la intensidad de la reflexión es baja. En una muestra de polvo (sin textura) la extinción secundaria es irrelevante.

## **4. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

Se utilizó una muestra texturada de cobre, y para la obtención de los datos de corrección (fondo y desfocalización) para las figuras de polos, se utilizó una muestra de polvo de cobre compactada sin textura.

Para llevar a cabo las mediciones de los difractogramas y de las figuras polares se utilizó un difractómetro de rayos X marca Bruker modelo D8 Discover con un goniómetro de texturas, ubicado en el laboratorio de difracción de rayos X del departamento de Ciencia de Materiales de la Escuela Superior de Física y Matemáticas del I. P. N. La radiación utilizada fue  $K_{\alpha}$  de cobalto, cuya longitud de onda es de 0.17902 nm.

### **4. 1. Preparación de la muestra**

Para llevar a cabo las mediciones de difracción de rayos X se utilizó una muestra de cobre que fue laminada 96 % y sometida a un proceso de recocido a una temperatura de 100 °C durante una hora, para tener una muestra totalmente recristalizada. Después de la medición de las figuras polares la muestra fue laminada a un 25 %, con el fin de fraccionar los dominios coherentes y así determinar la posible influencia de extinción primaria en las mediciones. Para evitar alguna confusión entre las muestras denotaremos a la muestra recristalizada como muestra 1 y por muestra 2 a aquella que presenta el laminado final.

### **4. 2. Medición del difractograma**

Para determinar la ubicación de las reflexiones de Bragg en la muestra de cobre se midió primeramente un difractograma, es decir, la intensidad difractada como función del ángulo  $2\theta$  entre el haz incidente y el haz difractado, para lo cual el detector y las muestras rotan. Como parte del sistema se utilizó un filtro de Fe para eliminar la radiación  $K_{\beta}$  y una rendija de dispersión que define la resolución, el tamaño de la rendija fue de 0.2mm. Tanto el filtro como la rendija fueron colocados entre la muestra y el detector. El haz de rayos X fue restringido por medio de un colimador tubular de 1mm de diámetro.

### 4. 3. Medición de figuras de polos

Para la medición de figuras polares se utiliza un goniómetro de texturas, el cual es conocido como *cuna de Euler* y se basa en el método de Schultz [5]. La cuna de Euler consiste esencialmente de una mesa que puede rotar alrededor de dos ejes  $\varphi$  y  $\chi$ . El eje de rotación  $\varphi$  es perpendicular al plano de la muestra y su intervalo es de 0 a 360°. El eje de rotación  $\chi$  es fijo y está en la intersección del plano de difracción y el plano de la muestra, su intervalo de rotación es de 0 a 90°.

Una figura polar se determina fijando primero el ángulo  $\theta$  (calculado a partir de la ley de Bragg para una reflexión  $(hkl)$  de interés), después para cada ángulo chi ( $\chi$ ), el cual se mide en intervalos de 5°, se hace un barrido en  $\varphi$  ( $\varphi$ ) con datos emitidos cada 5°, de 0 hasta 360°. Mientras la muestra rota alrededor de los ejes  $\varphi$  y  $\chi$ , el detector mide la intensidad difractada. Todas las figuras polares fueron medidas bajo las mismas condiciones, excepto las de la reflexión (222), en la que se empleó un mayor tiempo de medición

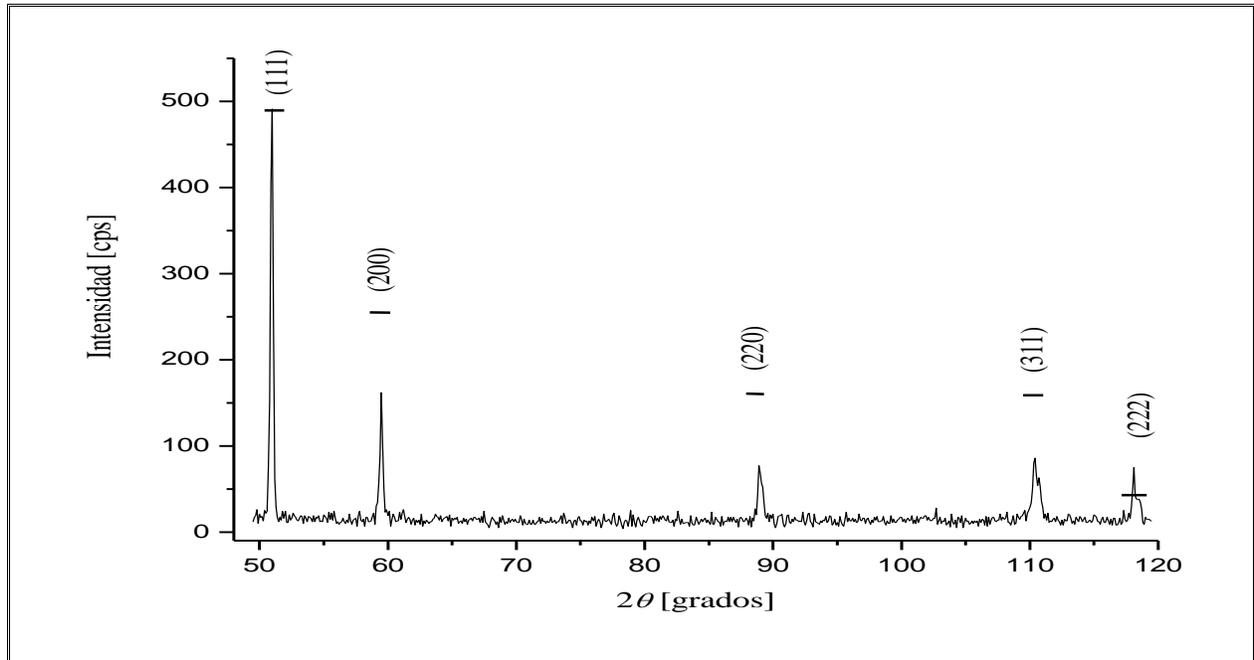
Para obtener una figura polar es necesario contar con datos de la intensidad integrada de la muestra y con los datos obtenidos de una muestra sin textura (estos datos tuvieron que haber sido tratados con anterioridad para las correcciones de fondo y desfocalización). En el proceso de obtención de las figuras polares, los datos de la intensidad integrada son normalizados en función de los datos de la muestra sin textura. Para la obtención de una FDOC se debe de contar como mínimo con tres figuras polares.

Para llevar a cabo el tratamiento de datos de las figuras de polos y de la FDOC se utilizó el programa *popLA* (*Preferred Orientation Package - Los Alamos*), el cual fue desarrollado en el Laboratorio Nacional de los Alamos en Nuevo México, EUA. Este programa toma como datos las intensidades medidas de la muestra texturada y la de polvo, lleva a cabo correcciones y da como resultados las figuras polares y las FDOC. También lleva a cabo ciclos de suavizado; esto significa que cada medida es promediada con sus cuatro vecinos dando un peso mayor al punto central.

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### 5.1. Difractogramas

El difractograma obtenido de la muestra de polvo (sin textura) se presenta en la figura 5.1.1.



**Figura 5.1.1.** Patrón de difracción de la pastilla de polvo compactado de Cu con radiación  $\text{Co K}\alpha$ . Los segmentos de líneas horizontales representan los valores que deberían tener las reflexiones posteriores a la (111) con respecto a esta misma.

El difractograma obtenido para la muestra 1 se presenta en la figura 5.1.2.

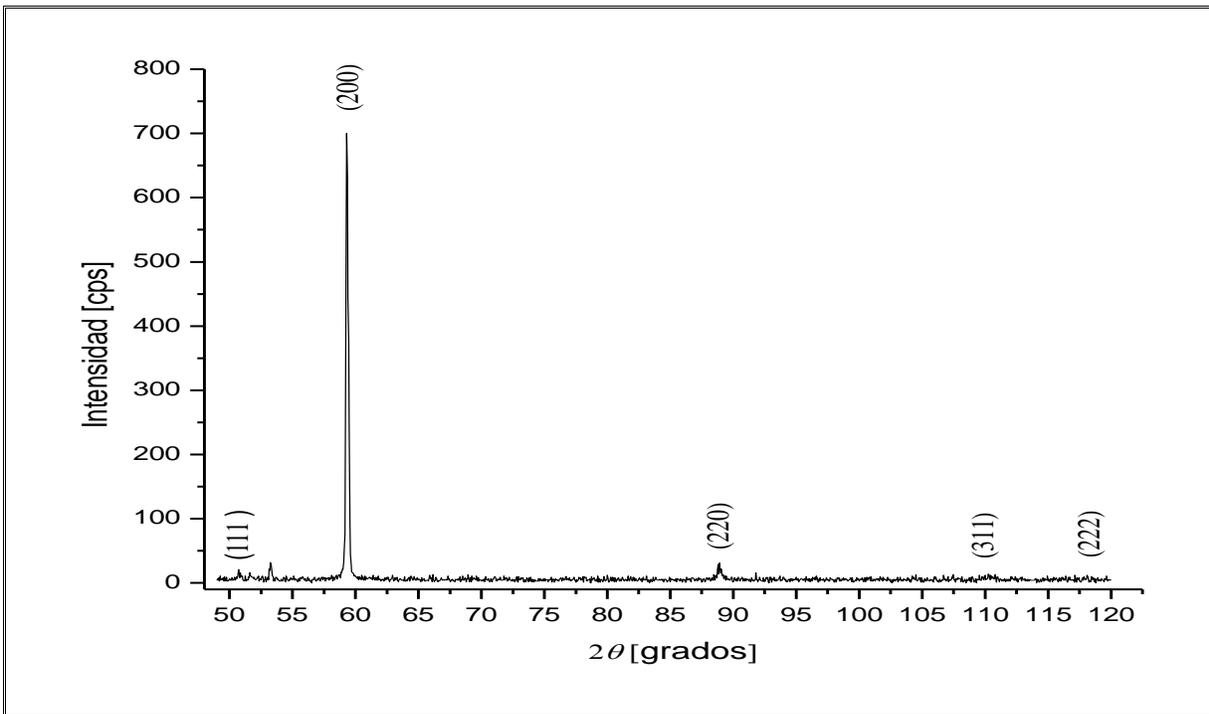


Figura 5.1.2. Difractograma de la muestra 1 obtenida con radiación de  $\text{Co K}\alpha$ .

Y el difractograma que se obtuvo de la muestra 2 se presenta en la figura 5.1.3.

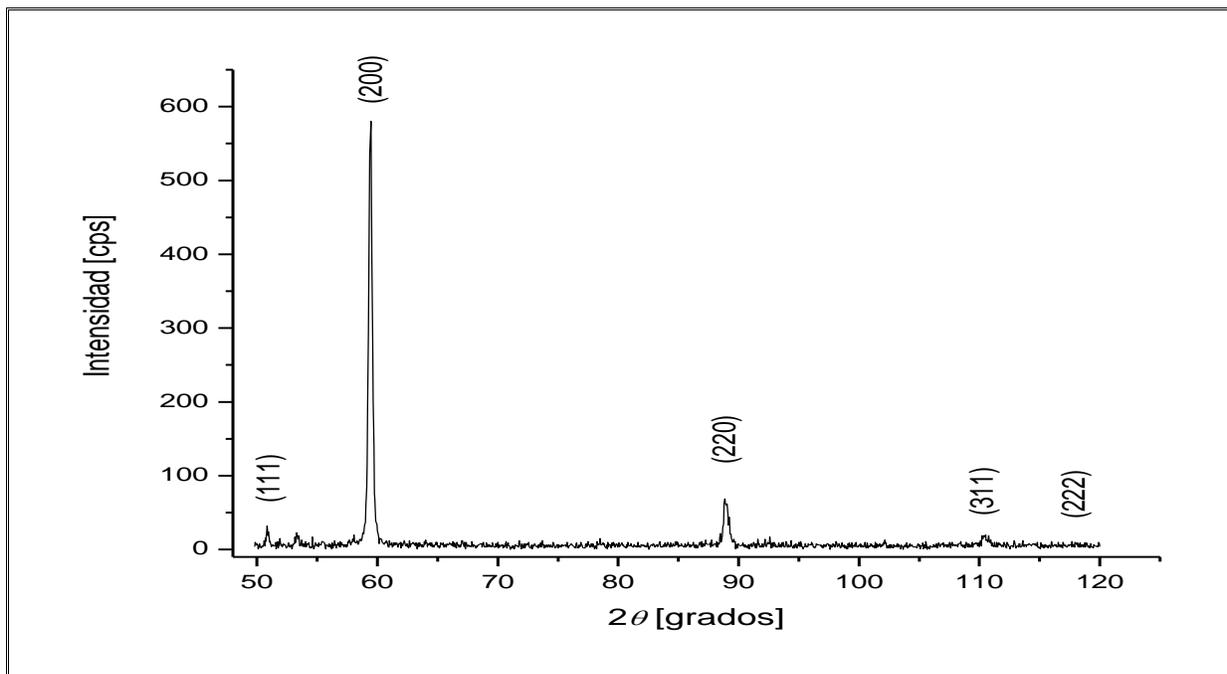


Figura 5.1.3. Difractograma de la muestra 2 obtenida con radiación de  $\text{Co K}\alpha$ .

En la tabla 5.1 se presentan las posiciones de los picos de Bragg de cada una de las reflexiones de la muestra de polvo, de la muestra 1 y la 2.

**Tabla 5.1.** Posición de las intensidades máximas obtenidas en los difractogramas de las figuras 5.1.1, 5.1.2 y 5.1.3.

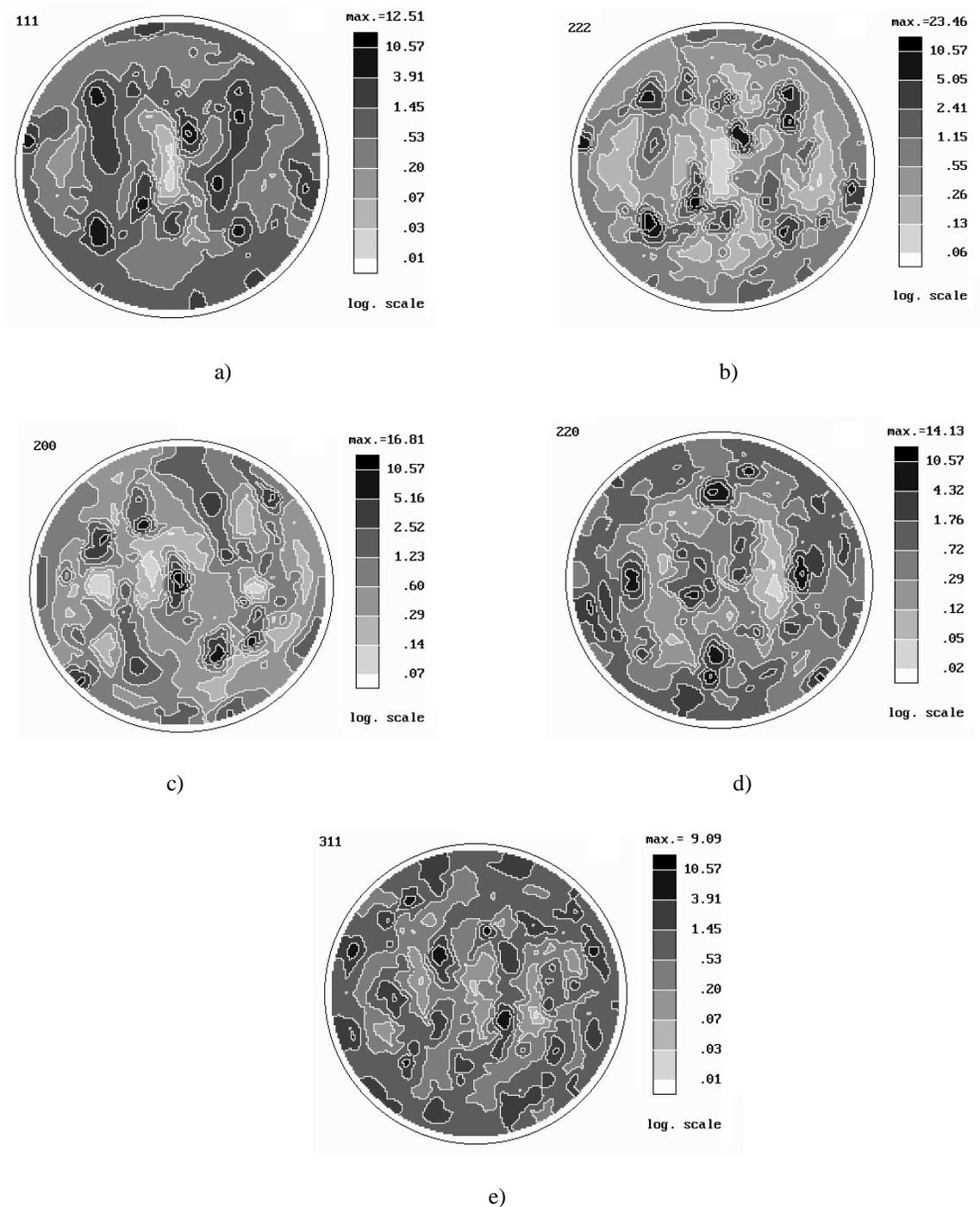
<i>(hkl)</i>	$2\theta(^{\circ})$		
	Muestra de polvo	Muestra 1	Muestra 2
111	50.98	50.89	50.85
200	59.53	59.41	59.45
220	88.87	88.98	88.85
311	110.42	110.44	110.40
222	118.14	118.07	117.95

Las intensidades máximas de la pastilla corresponden aproximadamente a las conocidas de una muestra de cobre sin textura. Como se puede observar en las figuras 5.1.1, 5.1.2 y 5.1.3 existen diferencias muy notorias en las intensidades, por lo que se podría decir que la muestra de Cu sometida a un proceso de recocido presenta aun textura. Los difractogramas de la muestra 1 y de la muestra 2 no presentan muchas diferencias entre sí, puesto que con el proceso de laminación solo se buscaba fragmentar los dominios coherentes y no modificar la textura de la muestra. De todas formas, como se vera más adelante, en la última deformación sí se modificó la textura.

## 5.2. Figuras de Polos

### a) Muestra 1

Las figuras de polos medidas con radiación  $\text{Co K}\alpha$  de la muestra de Cu son las de la figura 5.2.1.



**Figura 5.2.1.** Figuras de polos con un ciclo de suavizado de la muestra 1 para las reflexiones: a) 111, b) 200, c) 220, d) 311 y e) 222.

Las figuras polares de las reflexiones (111) y (222) corresponden a planos equivalentes; por lo tanto deben dar figuras polares idénticas. Puesto que cada figura polar fue medida bajo las mismas condiciones, entonces las diferencias que se observan en dichas figuras son debidas a la extinción.

El valor máximo de la densidad de polos para la reflexión 111 es de 12.51, mientras que para la reflexión 222 el valor máximo de la densidad de polos es de 23.46, el cual es aproximadamente el doble del que se obtuvo en la reflexión 111. Con estos datos se puede afirmar que está presente el fenómeno de extinción.

Además, se observa en la figura 5.2.1 que las figuras polares son consistentes con la textura cúbica de la muestra recristalizada, aunque también se observan polos de otras componentes distintas a la cúbica.

b) Muestra 2

Las figuras polares para las reflexiones 111 y 222 obtenidas de la muestra 2 son presentadas en la figura 5.2.2.

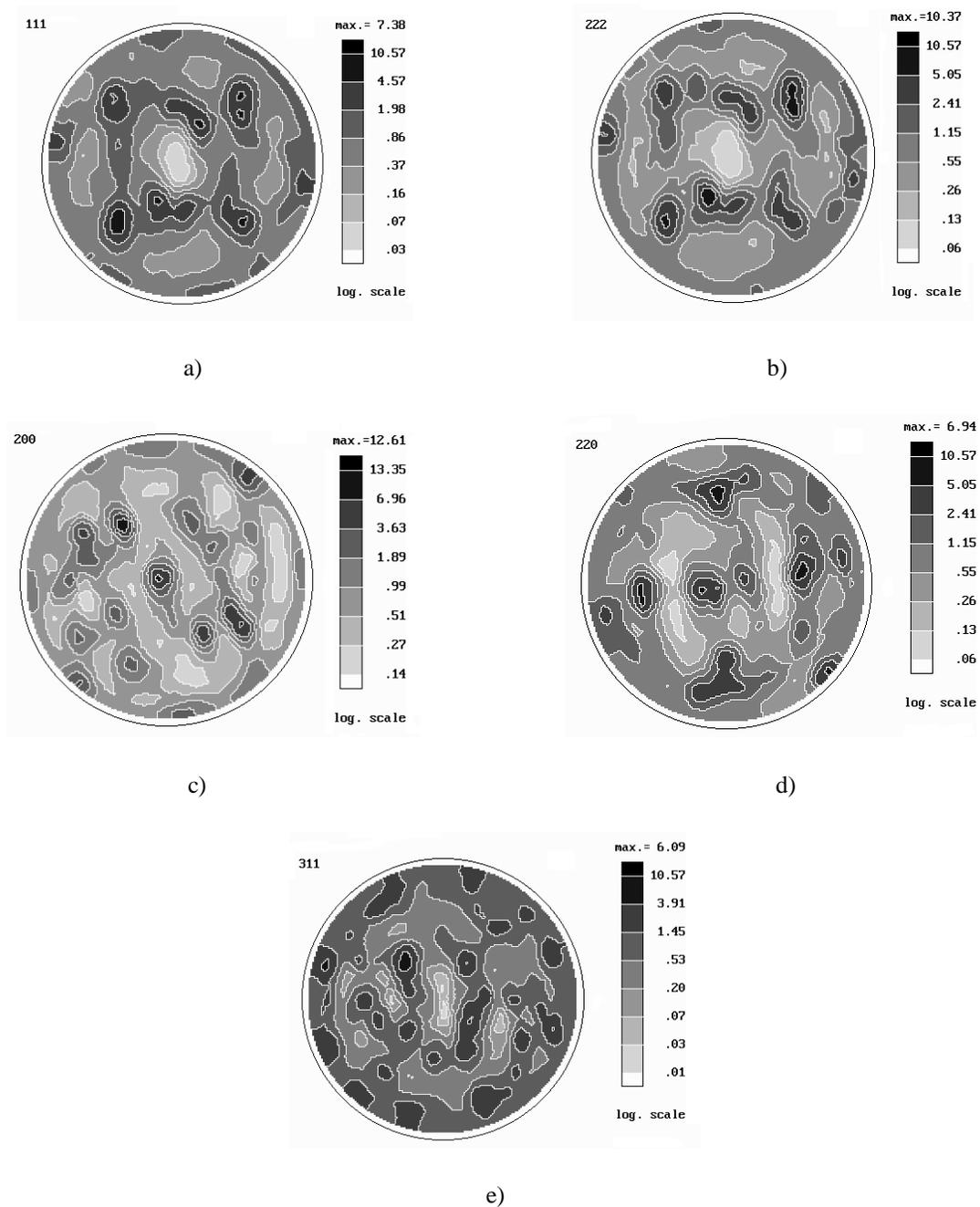


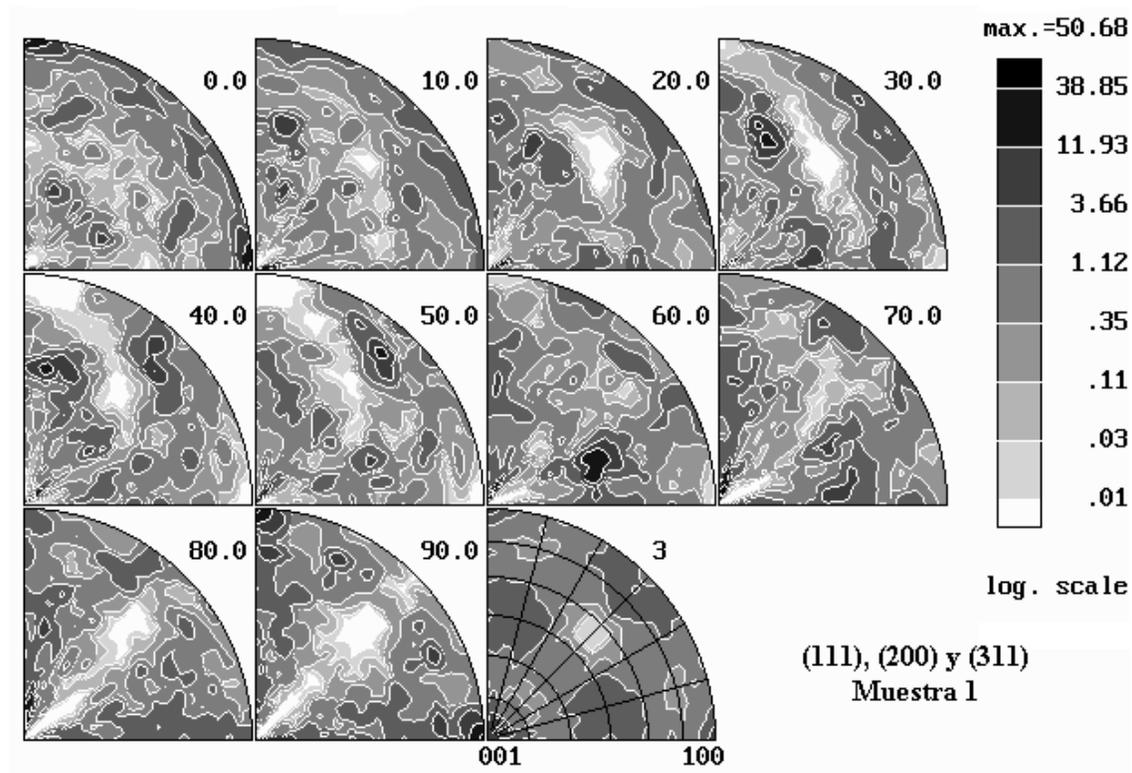
Figura 5.2.2. Figuras de polos de la muestra 2 con un ciclo de suavizado para las reflexiones: a) 111, b) 200, c) 220, d) 311 y e) 222.

La densidad de polos máxima de la muestra después de la deformación para la reflexión 111 es 7.38 y el que se obtuvo en la reflexión 222, fue de 10.37. La diferencia en los valores la densidad de polos entre ambas reflexiones no es tan grande como en la muestra antes de la deformación final (muestra 1). Estos valores además son menores a los obtenidos antes de la laminación, lo cual indica que con la deformación, se destruyó parcialmente la textura. El hecho de que la densidad de polos no haya aumentado después de la deformación, indica que no hay extinción primaria.

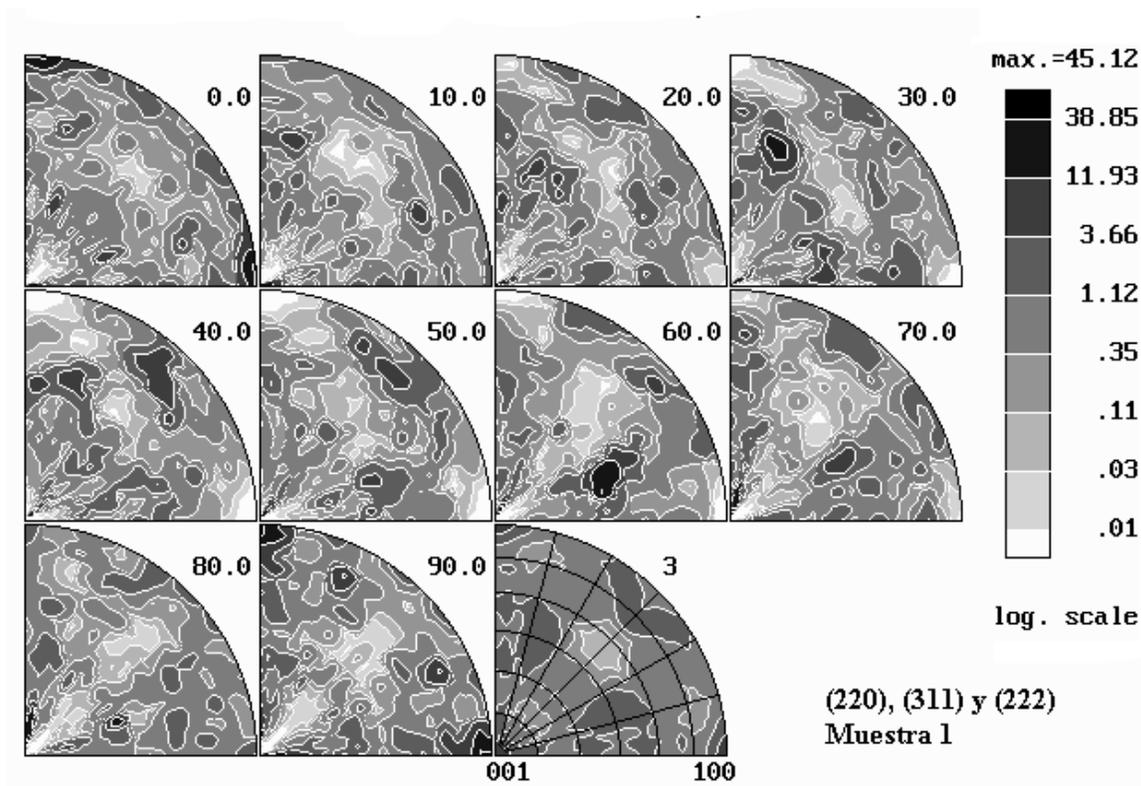
### 5.3. FDOC

#### a) Muestra 1

Las FDOC que fueron calculadas a partir de las reflexiones de índices bajos (111, 200 y 220) e índices altos (220, 311 y 222) se muestran en las figuras 5.3.1 y 5.3.2, respectivamente.



**Figura 5.3.1.** FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 111, 200, 220 de la muestra 1.

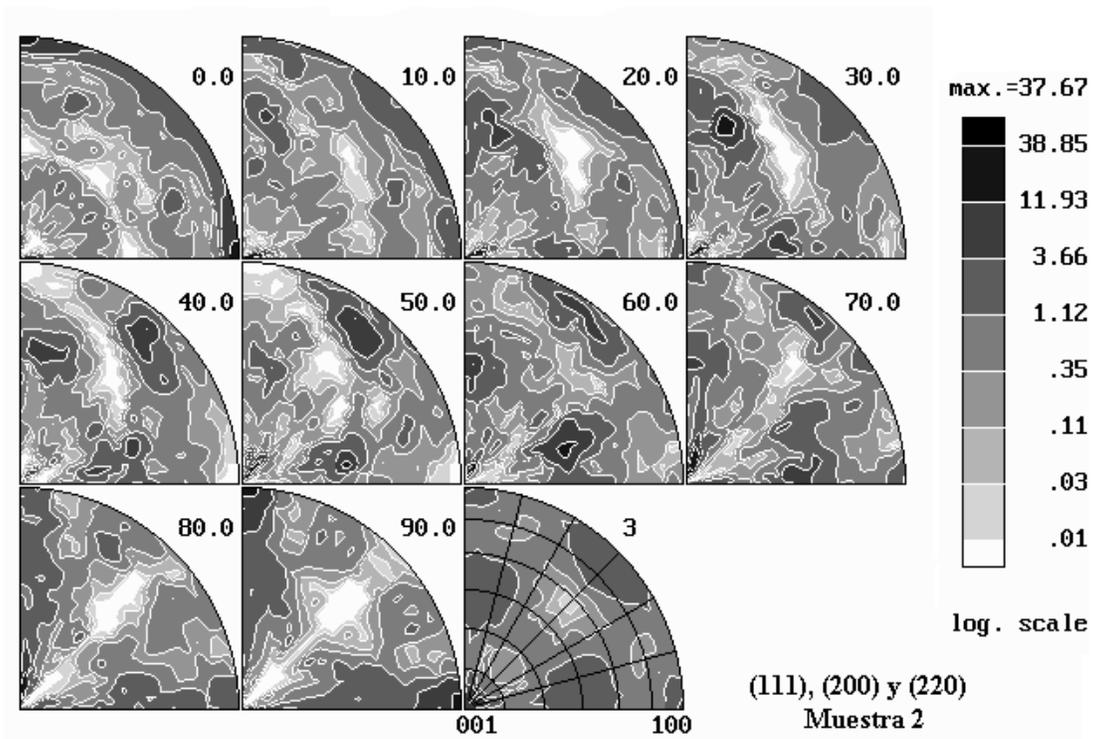


**Figura 5.3.2.** FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 220, 311, 222 de la muestra 1.

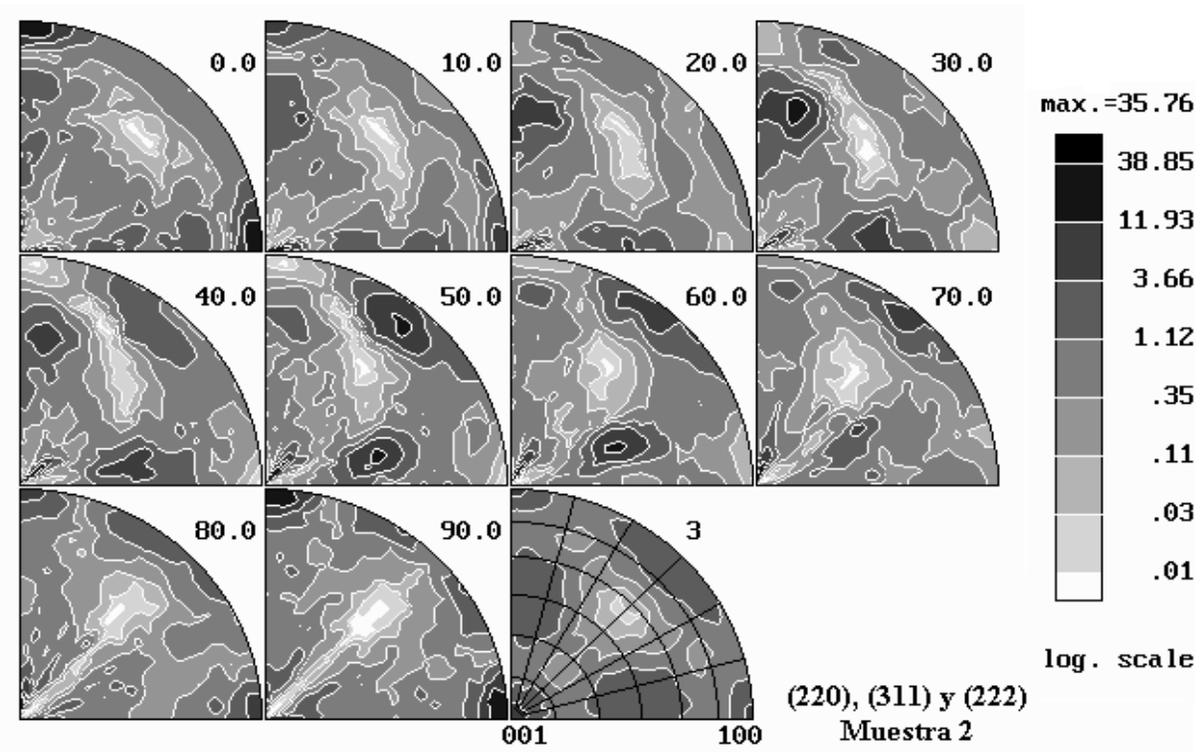
Las FDOC de las figuras 5.3.1 y 5.3.2 no presentan similitud en cuanto a los máximos en las densidades de polos. Esto no se esperaba y podría deberse a la baja estadística en las intensidades de las reflexiones de índices altos. Además hay que tomar en cuenta que la FDOC (figura 5.3.1) es calculada a partir de FPs con diferente grado de extinción.

b) Muestra 2

La figura 5.3.3 muestra la FDOC calculada a partir de las reflexiones 111, 200 y 220 y en la figura 5.3.4 se presenta la FDOC calculada a partir de las reflexiones 220, 311 y 222:



**Figura 5.3.3.** FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 111, 200, 220 de la muestra 2.



**Figura 5.3.4.** FDOC calculada de las FPs de las reflexiones 220, 311, 222 de la muestra 2.

El valor máximo de las densidades de polos es mayor para la FDOC calculada para índices bajos de la muestra 2 que en la FDOC calculada para índices altos de esta misma muestra. No obstante, la pequeña diferencia entre ellas está dentro de los límites del error estadístico.

Comparando la FDOC (figura 5.3.1) de la muestra 1 con su similar (figura 5.3.3) de la muestra 2 se distingue una disminución en el valor máximo de la densidad de polos, esto por que al laminar la muestra la textura cúbica se destruyó parcialmente. Lo mismo pasa al querer comparar las figuras 5.3.2 y 5.3.4.

## **6. CONCLUSIONES**

Con este trabajo se comprobó el efecto de extinción en un material de cobre texturado, por la disminución en los valores máximos de las densidades de polos al comparar las figuras polares 111 y 222, tanto en la muestra sin laminación como en la muestra laminada. Al deformar la muestra no solo se fragmentaron los dominios coherentes, sino que también se destruyó parcialmente la textura con la que se tenía inicialmente.

Las figuras de polos obtenidas de las dos muestras de Cu presentan una componente dominante de textura cúbica, que es la que se espera por el proceso de recristalización.

Las figuras polares que se obtuvieron de las muestras 1 y 2 revelan una diferencia en el valor máximo de las densidades de polos, dicha diferencia es atribuida al fenómeno de extinción. Debido a que no hubo incremento en la densidad de polos después de la última deformación, entonces podemos decir que no hay extinción primaria.

La diferencia de las densidades de polos máximas obtenida de las funciones de distribución de orientación cristalina de índices bajos y de índices altos es más compleja que la que se observa al comparar las reflexiones 111 y 222, debido a que cada una de ellas incluye componentes con diversos grados de extinción. Otro factor que influye en la diferencia citada es la baja estadística, especialmente para reflexiones débiles.

## 7. REFERENCIAS

1. T. Krishtab, J. Palacios Gómez, M. Mazin, G. Gómez Gasga, *Phenomenon of extinction in textured materials analysis as a source of both physical error and information on microstructure characteristics*. Acta Materialia, 52, 3027 (2004).
2. G. Gómez Gasga, T. Krishtab, J. Palacios Gómez, A. de Ita de la Torre, *Influence of extinction phenomenon on determination of the orientation distribution function*, Z. Kristallogr. Suppl. 23 (2006).
3. W. Zachariasen, *The Secondary Extinction Correction*, Acta Cryst. 16, 1139 (1963).
4. H. J. Bunge, *Texture Analysis in Material Science*, Butterworths & Co. 3(1982).
5. B. D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*, Addison Wesley, 1978.
6. B. E. Warren, *X-Ray Diffraction*, Dover Publications, Inc., New York, 381(1990).
7. H. P. Klug, L. E. Alexander, *X-Ray Diffraction Procedures*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1974.
8. E. Tenckhoff, *Defocusing for the Schulz Technique of Determining Preferred Orientation*, Journal of Applied Physics, 41, 3944 (1970).
9. V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis Macrotecture Microtexture and Orientation Mapping*, Gordon and Breach Science Publishers, The Netherlands. 338(2000).
10. T. Krishtab, J. Palacios Gómez, M. Mazin, *Phenomenon of Primary and Secondary extinction in Textured Material*, Revista Mexicana de Física, 48, 100 (2002).

11. G. Gomez Gasga, *Fenómeno de extincion primaria y secundaria en materials texturados*, Tesis Doctoral, UAM Azcapotzalco, (2007).