



**Centro de Investigación en Energía**  
**Universidad Nacional Autónoma de México**



**Manual Básico de Operación del equipo de  
Difracción de Rayos-x Rigaku DMAX 2200  
Versión 2006**

**Ma. Luisa Ramón García y Antonio Jiménez González**

**Octubre del 2006**

# Prólogo

Este Manual Básico de Operación del Equipo de Difracción de Rayos-X Rigaku DMAX 2200 presenta una versión actualizada de la versión escrita en el año 2003 por Antonio Jiménez González, P.K. Nair, Verónica Estrella y Airel Núñez. En la nueva versión se respetó el número de temas tratados y su orden, pero se hicieron modificaciones en el contenido y presentación para darle mayor claridad al lector interesado que desee obtener una idea general de cómo funciona el equipo Rigaku DMAX 2200 con el que cuenta el Centro de Investigación en Energía. Aprovechando los tres años de experiencia del Técnico Académico en Difracción de Rayos-X trabajando de manera continua en el equipo Rigaku DMAX 2200, se corrigió y aumentó el contenido en todas las secciones de este manual. La sección 1 en donde se realiza la “Descripción del equipo de difracción de rayos-X DMAX 2200”, se mejoró el contenido ofreciendo de manera más extensa la explicación de la óptica del equipo, sus componentes y el fenómeno de difracción. En las secciones 2 y 3 (“Radiación de frenado y fluorescencia de rayos-X” y “Principios elementales de difracción de rayos-X”, respectivamente) se corrigieron errores y se mejoraron las explicaciones de los temas tratados. Por la logística de las rutinas de encendido, las secciones 4 y 5 en la versión 2003, fueron invertidas, lo cual le da más sentido a esta nueva versión, de tal manera que en esta versión las secciones 4 y 5 aparecen tituladas como “Rutina de encendido del equipo de DMAX 2200” y “Normas de uso del equipo de difracción de rayos-X”, respectivamente, además de que se mejoró el contenido y se corrigieron errores. La sección 6 de “Medición de Muestras por Difracción de Rayos-X” se mejoró en su explicación acerca de los elementos de la óptica del equipo, esto es, de los Soller Slit’s, Monocromador y Detector. También se mejoró la explicación acerca del Manejo del Software Rigaku para medición de muestras y del Software Jade 6.5 para la evaluación de patrones de difracción. Finalmente, en la sección 7 de “Rutina de apagado DMAX 2200” se corrigieron los errores encontrados. Consideramos que esta nueva versión del Manual Básico de Operación del equipo de Difracción de Rayos-X Rigaku DMAX 2200 mejorado en su contenido, presentación y manejo de temas, ofrece al lector que inicia sus estudios en esta disciplina un panorama relativamente fácil de entender.

Ma. Luisa Ramón García y Antonio E. Jiménez González

# Contenido

## Prólogo

	Páginas
1. Descripción del equipo de difracción de rayos-X DMAX 2200	4
2. Radiación de frenado y fluorescencia de rayos-X	8
a) Producción de rayos-X	8
3. Principios elementales de difracción de rayos-X	13
a) Estructura cristalina y espacio recíproco	13
b) La ley de Bragg	15
c) Distancia entre planos cristalinos de estructuras cristalinas básicas	16
4. Rutina de encendido del equipo DMAX 2200	17
a) Alimentación general al equipo	17
b) Encendido del equipo DMAX 2200	17
c) Encendido manual de la lámpara de rayos-X	18
d) Encendido automático de la lámpara de rayos-X	18
5. Normas de uso del equipo de difracción de rayos-X	22
a) Uso razonable y eficiente del equipo	22
b) Cuidado de la lámpara de rayos-X.	23
6. Medición de muestras por difracción de rayos-X	23
a) Colocación de la muestra	23
b) Rutina de medición de XRD	24
c) Rutina de evaluación de difractogramas con el software Jade 6.5	26
7. Rutina de apagado del equipo DMAX 2200	39
a) Apagado automático de la lámpara de rayos-X	39
b) Apagado manual de la lámpara de rayos-X	41
c) Apagado del equipo DMAX 2200	41
d) Apagado de la computadora	41

## Bibliografía

## 1. Descripción del equipo de Difracción de Rayos-X DMAX 2200

El difractor Rigaku modelo DMAX 2200 consta de varias partes principales entre las cuales podemos distinguir: el regulador y fuente de alto voltaje, la lámpara de rayos-X, el goniómetro, Soller Slit (rejillas monocromadoras), detector de centelleo, monocromador secundario y su computadora. La figura 1 muestra una vista general de este equipo; en la parte superior derecha se observan tres interruptores (focos) de seguridad en colores verde, amarillo y rojo, los cuales protegen eléctricamente la lámpara de rayos-X e indican que shutters de la lámpara están activados. En la parte superior izquierda de la figura 2 se muestra una vista frontal del regulador de alto voltaje, cuya alimentación de voltaje tiene integrado un switch térmico para su encendido en forma secuencial. La parte inferior izquierda de la figura muestra el tablero de encendido de la lámpara de rayos-X y de los sensores de seguridad del equipo. Por último, la parte inferior derecha presenta una vista frontal de la fuente de alto voltaje y de sus interruptores respectivos.

La figura 3 muestra una fotografía del goniómetro vertical del equipo de rayos-X. En la cual se observan sus partes principales, esto es, lámpara de rayos-X, portamuestras, detector de centelleo, monocromador secundario de grafito, los Soller slit denominados divergence slit y receiving slit, etc. El funcionamiento del goniómetro se describe a continuación de manera simple: la radiación se produce en el tubo de rayos-X, la cual sale por la ventana de berilio a un ángulo  $\theta$  con el plano de la muestra; el haz de rayos-X es colimado por el Soller slit divergence e incide sobre la muestra, la cual lo difracta. El haz difractado, el cual satisface la ley de Bragg, converge hacia el receiving slit, pasa al monocromador y posteriormente al detector, el cual se mueve sobre el círculo del goniómetro a diferentes ángulos  $2\theta$ .

Para la difracción de un haz de rayos-X, existen dos modos de operación:

- b)  $2\theta / \theta$  se mueve el brazo del tubo de rayos-X y el brazo del detector en forma acoplada cuando se mueve el brazo del tubo de rayos-X un ángulo  $\theta$  el brazo del detector se mueve  $2\theta$ , (condición de la óptica de Bragg-Brentano).
- b)  $2\theta$  con  $\theta$  fijo. Se mantiene el tubo de rayos-X fijo en un ángulo  $\theta$  y el brazo del detector se mueve un ángulo  $2\theta$ . Esta es la condición de la óptica de Bragg-Brentano cuando se realiza haz rasante.

En la óptica de Bragg-Brentano se generan dos círculos de trabajo: el círculo del goniómetro y el círculo de focalización como se muestra en la fig. 4. El círculo del goniómetro tiene un radio fijo  $R$ , la muestra está en el centro de este círculo mientras que la fuente  $F$  y el Receiving Slit (RS) se encuentran sobre el perímetro del círculo. El haz es dirigido por el "Divergence Slit" (DS) hacia la superficie de la muestra a un ángulo  $\theta$ . La radiación es difractada por la muestra a un ángulo  $2\theta$  con relación al haz incidente, el Receiving slit esta colocado en el mismo ángulo de difracción para coleccionar el haz de rayos-X. La fuente, la muestra y el Receiving Slit están sobre el círculo de focalización de radio  $r_f$ . Las distancias de la fuente  $F$  a la muestra  $S$  y de la muestra al

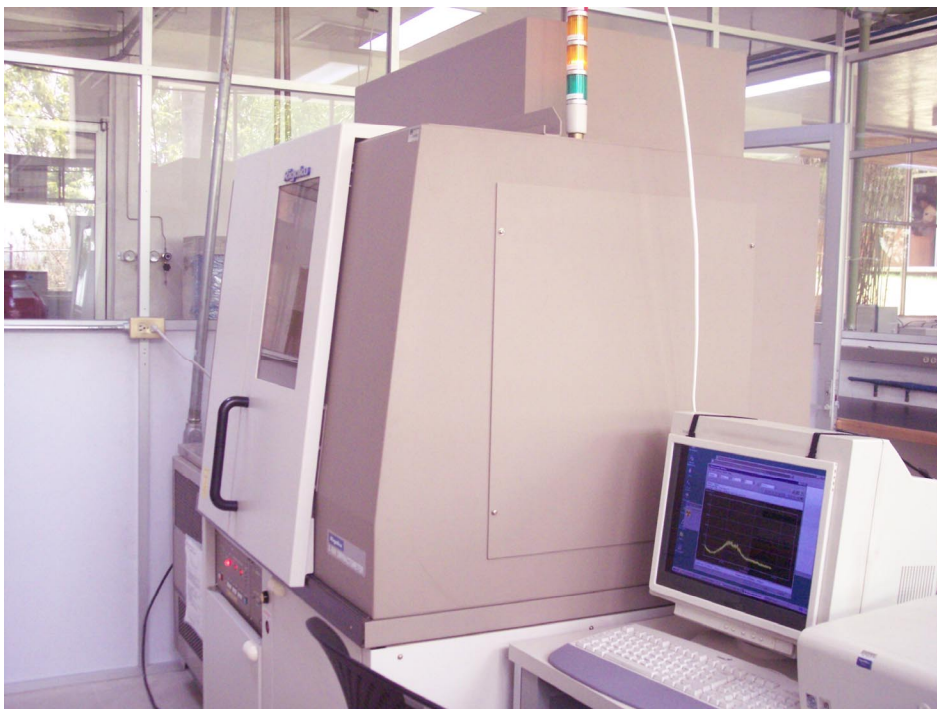
Receiving slit son iguales. El radio del círculo de focalización ( $r_f$ ) cambia en forma continua en función del ángulo  $2\theta$ , la relación entre el radio del goniómetro y el radio del círculo de focalización esta dada por:

$$r_f = R / 2 \text{ sen } \theta$$

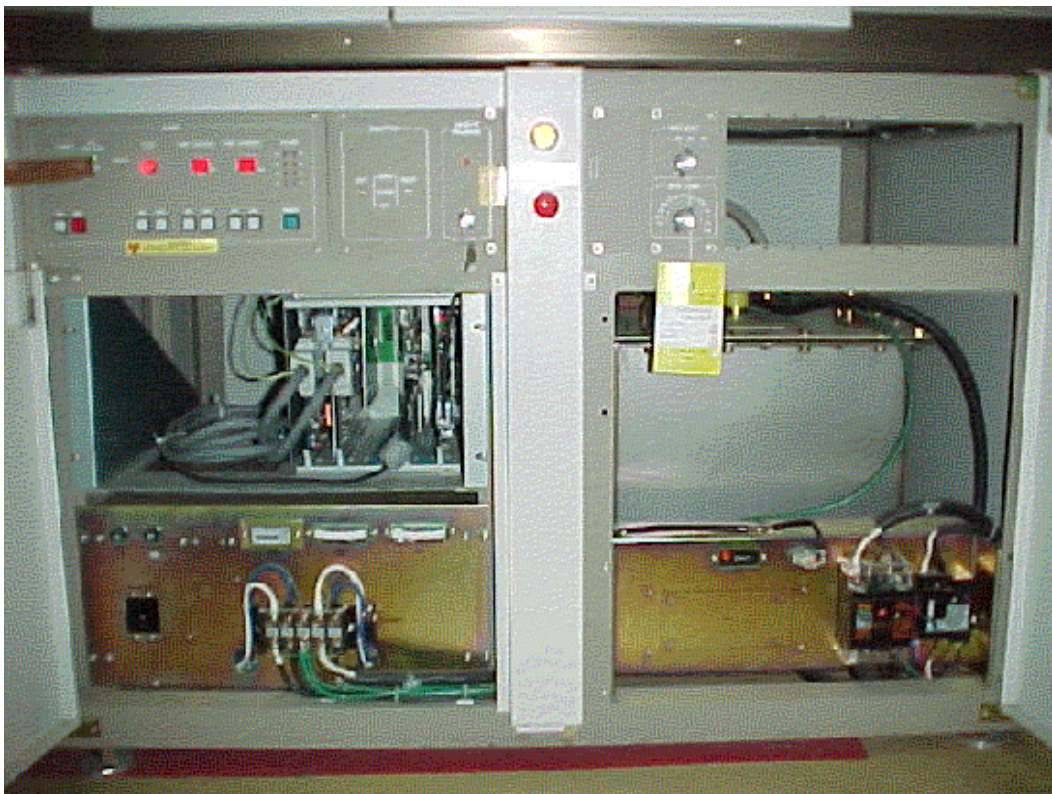
Para  $2\theta = 0$   $r_f = \infty$  mientras que para  $2\theta = 180$ ,  $r_f = R/2$ . Para que pueda mantenerse la condición de parafofocalización, la superficie de la muestra tiene que ser tangente al círculo de focalización correspondiente para cualquier valor de los ángulos de reflexión.

El monocromador de haz difractado o secundario elimina todas las longitudes de onda excepto la longitud de onda deseada ( $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$ ). La obtención de la radiación monocromática se realiza mediante cristales de grafito C (002), los cuales pueden ser curvos o planos.

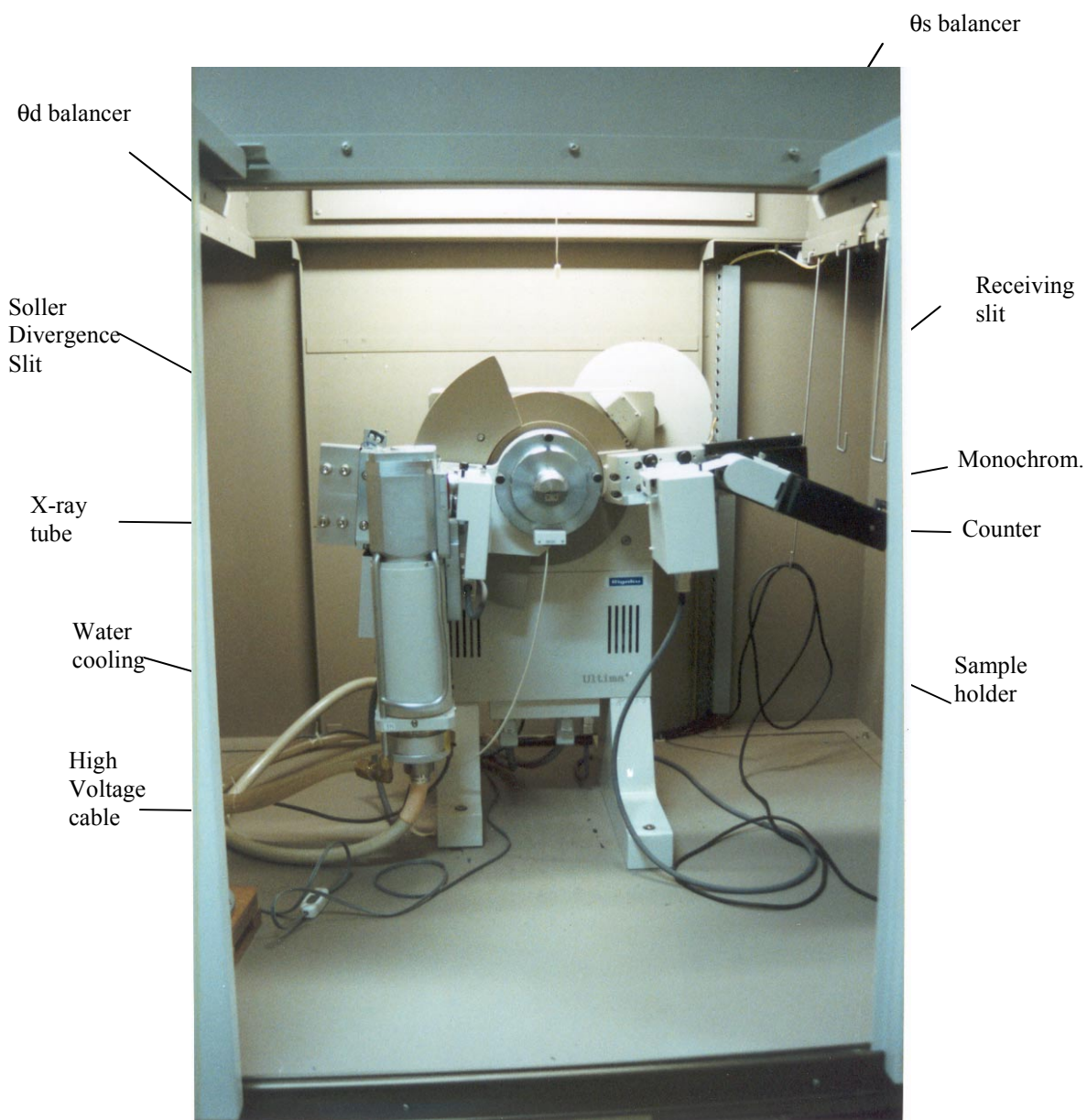
Ya que la potencia de la lámpara de rayos-X es del orden de los 2.2 kWatts (55 keV; 40 mA), el equipo DMAX 2200 cuenta con varios dispositivos de seguridad, tales como el blindaje contra la radiación en todas las paredes internas del equipo, "shutters" que se van abriendo secuencialmente desde la lámpara de rayos-X hasta el detector, sensores que detectan fallas en el sistema de enfriamiento de la lámpara de rayos-X y en los sistemas de alimentación de voltaje y corriente, y por último "microswitchs" en las puertas de acceso y parte trasera del equipo.



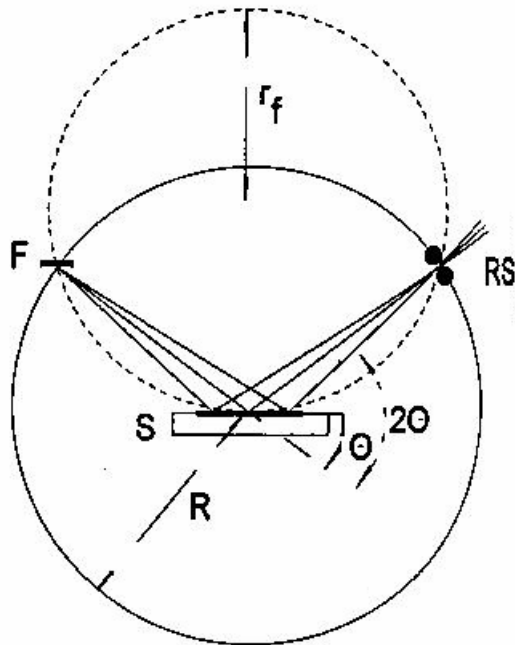
**Figura 1.** Fotografía del Difractómetro DMAX 2200



**Figura 2.** Fotografía de la vista frontal del Equipo DMAX 2200



**Figura 3.** Fotografía del Goniómetro Ultima Theta-Theta vertical del equipo DMAX 2200

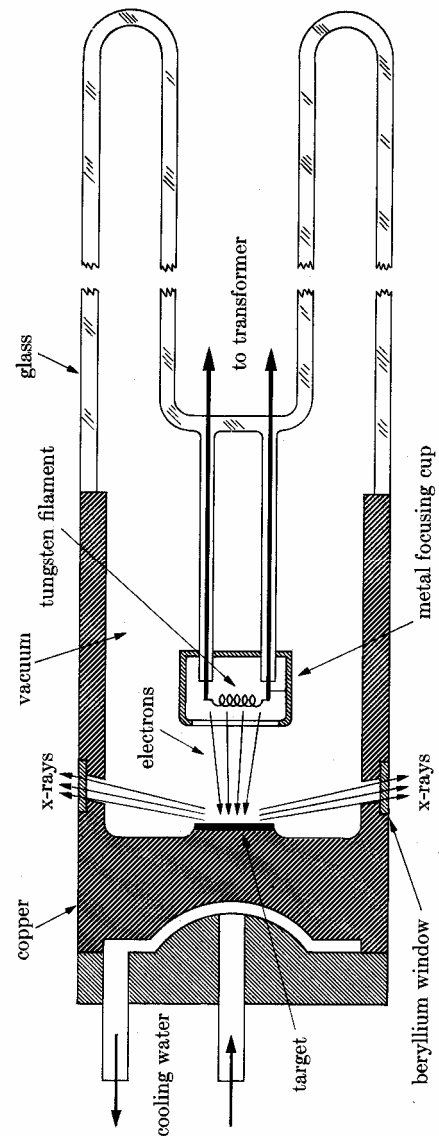


**Figura 4.** Círculos de focalización de un difractómetro con geometría de Bragg-Brentano en donde  $R$  es el radio del círculo del goniómetro,  $S$  es la muestra,  $RS$  es el receiving slit,  $F$  es la fuente y  $r_f$  es el radio del círculo de focalización.

## 2. Radiación de frenado y fluorescencia de rayos-X

### a) Producción de rayos-X

Los rayos-X son producidos cuando partículas eléctricamente cargadas, tales como electrones, con suficiente energía cinética son rápidamente desacelerados. Un tubo de rayos-X posee una fuente de electrones (filamento de tungsteno) que funciona como cátodo y un ánodo (target). Si entre el filamento y el ánodo se aplica una alta diferencia de potencial, los electrones emitidos por el filamento son fuertemente acelerados hacia el ánodo produciéndose en la colisión radiación de frenado y radiación característica, la cual depende del material del ánodo. Los rayos-X son producidos en el punto de impacto y radian en todas direcciones saliendo al exterior del tubo a través de unas ventanas de berilio. La mayor parte de la energía cinética de los electrones que golpean al ánodo (target) es convertida en calor, por lo que el ánodo se calentaría bastante si no tuviera un sistema de enfriamiento por agua. Alrededor del 1% de la energía cinética de los electrones se transforma en rayos-X. En la Figura 5a se observa una fotografía de una lámpara de rayos-X con un ánodo de cobre. La figura 5b muestra en un corte transversal los detalles de la lámpara de rayos-X, en la cual se observa claramente a) una fuente de electrones (filamento), b) alto voltaje de aceleración y c) blanco (target) metálico. El tubo de rayos-X debe ser evacuado ( $1 \times 10^{-7}$  torr) para evitar la corrosión del filamento emisor de electrones.



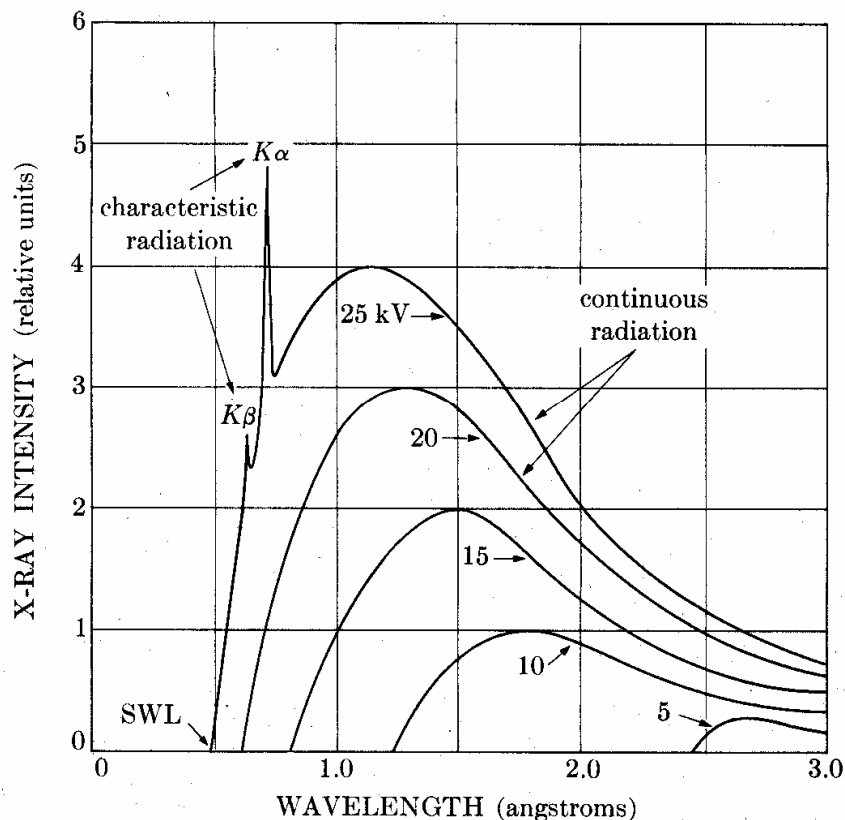
**Figura 5.** a) Fotografía de una Lámpara de Rayos-X con ánodo de cobre, b) sección transversal.

Para la fuente de electrones, la corriente del filamento debe ser alrededor de 3 amperes. A la corriente electrónica medida entre cátodo y ánodo se le denomina corriente de emisión y esta es del orden de 10 a 50 mA para el equipo DMAX 2200. Dado que la potencia de disipación de la lámpara a los máximos valores de operación permitidos (40 kV, 40 mA) sería de 1600 Watts, para evitar calentamiento y corrosión del ánodo, este se debe de enfriar normalmente con agua por debajo de los 18 °C.

La figura 6 muestra el espectro de la intensidad de radiación producida en un ánodo de molibdeno para diferentes voltajes de aceleración entre electrodos. A

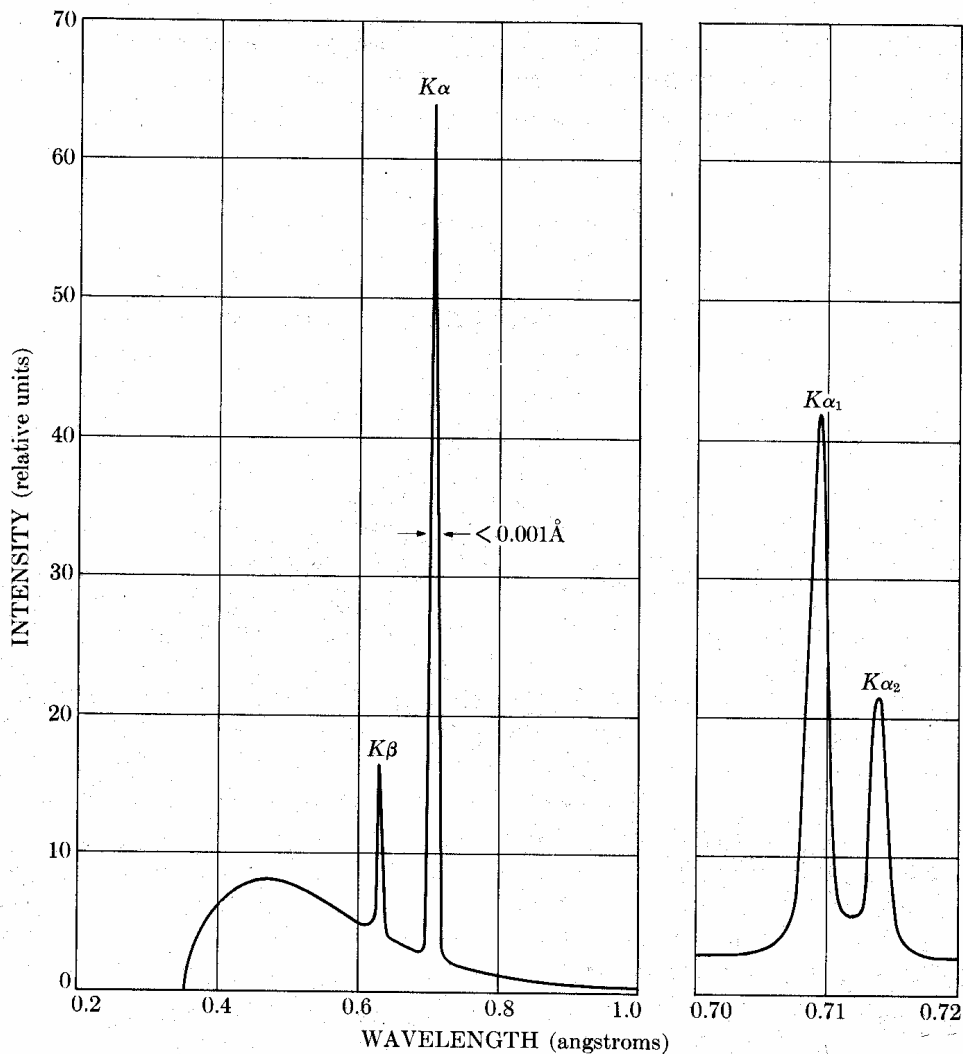
medida que se incrementa el voltaje de aceleración se incrementa la intensidad de los rayos-X emitidos. El fondo continuo de intensidad de radiación se denomina radiación de frenado o "bremsstrahlung". Obsérvese que conforme se incrementa el voltaje la intensidad de radiación se corre hacia longitudes de onda más cortas y distíngase también la aparición de líneas características del blanco (target). Las líneas características aparecen formando grupos espectrales; cada serie tiene un potencial de excitación diferente para un mismo elemento. Las distintas series espectrales se designan por las letras K, L, M, .... La longitud de onda para cada línea en cada serie se incrementa en el sentido K, L, M. Para Mo, las líneas K tienen longitudes de onda de 0.7 Å, las líneas L de 5 Å, y las líneas M presentan longitudes de onda más grandes.

Existen varias líneas en el nivel K del blanco (target), pero únicamente las más fuertes son observadas en trabajos de difracción. Así, ellas son denominadas  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ , y  $K\beta_1$ , cuyos valores de longitud de onda para el molibdeno son 0.709, 0.714, y 0.632 Å, respectivamente. Las componentes  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ , como están muy juntas no son siempre resueltas, debido a ello hablaremos del doblete  $K\alpha$ . La figura 7 muestra esto claramente en el espectro de radiación del Mo.



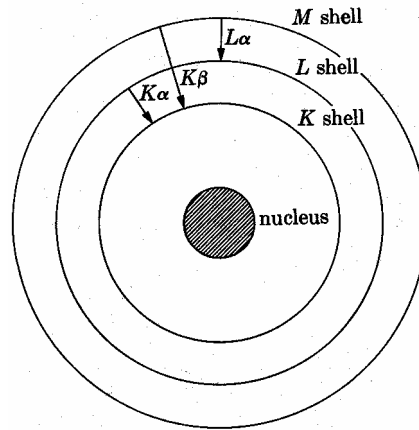
**Figura 6.** Espectro de radiación de frenado o "Bremsstrahlung" mostrando picos de radiación característicos  $K\alpha$  y  $K\beta$  de un ánodo de molibdeno.

Para entender el fenómeno de producción de rayos-X, es necesario considerar que la energía de los electrones que inciden sobre el ánodo debe ser lo suficientemente grande para ionizar los orbitales más profundos del átomo. Un átomo ionizado es sumamente inestable, por lo que las vacancias electrónicas tienden a ocuparse inmediatamente por decaimiento del electrón. Los niveles atómicos designados por las letras K, L, M... corresponden a los números cuánticos principales  $n = 1, 2, 3, \dots$ . Si un electrón tiene energía suficiente para ionizar una capa K, el átomo queda excitado en un estado de energía más alto. Uno de los electrones exteriores cae inmediatamente hacia la capa K, retornando el átomo a su estado base y emitiendo un fotón de energía igual a la diferencia de energía entre los niveles involucrados. Este proceso se denomina fluorescencia de rayos-X y da lugar a las series de líneas  $K\alpha$  y  $K\beta$ , como se muestra en las figuras 6 y 7.

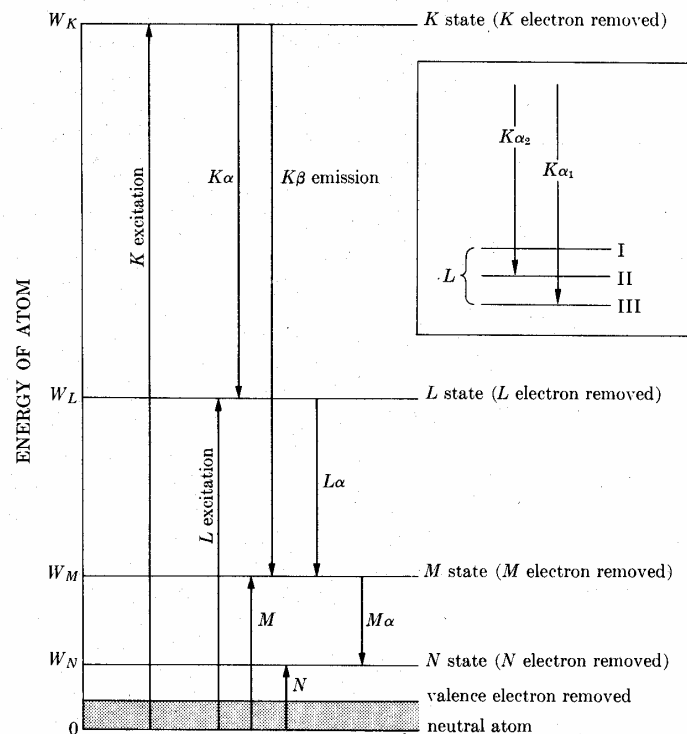


**Figura 7.** Espectro de radiación del Mo a 35 kV mostrando a la izquierda las líneas  $K\alpha$  y  $K\beta$  no resueltas y el doblete  $K\alpha_1, K\alpha_2$  del lado derecho.

La figura 8 presenta la de-excitación de niveles atómicos ionizados. Asimismo la figura 9 muestra las transiciones electrónicas durante el proceso de de-excitación. Nótese que en la figura 9 se ha invertido la escala de energía con relación a la figura 8.



**Figura 8.** De-excitación de átomos ionizados por medio de transiciones electrónicas de estados de alta energía a estados de baja energía en un modelo atómico.



**Figura 9.** Transiciones electrónicas durante los procesos de excitación y de-excitación.

La tabla 1 muestra las energías y longitudes de onda de líneas  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ ,  $K\beta_1$ ,  $L\alpha_1$  y los bordes de absorción  $L_{III}$  de algunos elementos químicos. En el caso del difractómetro DMAX 2200, la lámpara de rayos-X cuenta con un ánodo de cobre, así que la longitud de onda de las líneas  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ ,  $K\beta_1$  es de 1.54439, 1.540562 y 1.392218 Å, respectivamente. Para el ánodo de cobre la línea más energética, la  $K\alpha_1$ , presenta una energía de 8.04 keV.

**Tabla 1.** Longitudes de onda de las líneas  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ ,  $K\beta_1$ ,  $L\alpha_1$  y los bordes de absorción  $L_{III}$  de algunos elementos químicos

Wavelengths (in Å\* units) and Energies (in keV) of Some Characteristic Emission Lines and Absorption Edges

Element	E( $K\alpha$ ) (keV)	$K\alpha_2$ strong	$K\alpha_1$ very strong	$K\beta_1$ weak	K edge	$L\alpha_1$	$L_{III}$ edge
1 H							
2 He							
3 Li	0.05		228		226.5		
4 Be	0.11		114		111		
5 B	0.18		67.6				
6 C	0.28		44.7		43.68		
7 N	0.39		31.6		30.99		
8 O	0.52		23.62		23.32		
9 F	0.68		18.32				
10 Ne	0.85		14.610	14.452	14.3018		
11 Na	1.04		11.9101	11.575	11.569		405
12 Mg	1.25		9.8900	9.521	9.5122		250.7
13 Al	1.49	8.34173	8.33934	7.960	7.94813		170.4
14 Si	1.74	7.12791	7.12542	6.753	6.738		123
15 P	2.01	6.160	6.157	5.796	5.784		94
16 S	2.31	5.37496	5.37216	5.0316	5.0185		
17 Cl	2.62	4.7307	4.7278	4.4034	4.3971		
18 A	2.96	4.19474	4.19180	3.8860	3.87090		
19 K	3.31	3.7445	3.7414	3.4539	3.4365		42.1
20 Ca	3.69	3.36166	3.35839	3.0897	3.0703	36.33	35.49
21 Sc	4.09	3.0342	3.0309	2.7796	2.762	31.35	
22 Ti	4.51	2.75216	2.74851	2.51391	2.49734	27.42	27.29
23 V	4.95	2.50738	2.50356	2.28440	2.2691	24.25	
24 Cr	5.41	2.293606	2.28970	2.08487	2.07020	21.64	20.7
25 Mn	5.90	2.10578	2.101820	1.91021	1.89643	19.45	
26 Fe	6.40	1.939980	1.936042	1.75661	1.74346	17.59	17.525
27 Co	6.93	1.792850	1.788965	1.62079	1.60815	15.972	15.915
28 Ni	7.47	1.661747	1.657910	1.500135	1.48807	14.561	14.525
29 Cu	8.04	1.544390	1.540562	1.392218	1.38059	13.336	13.288
30 Zn	8.63	1.439000	1.435155	1.29525	1.2834	12.254	12.131

### 3. Principios elementales de difracción de rayos-X

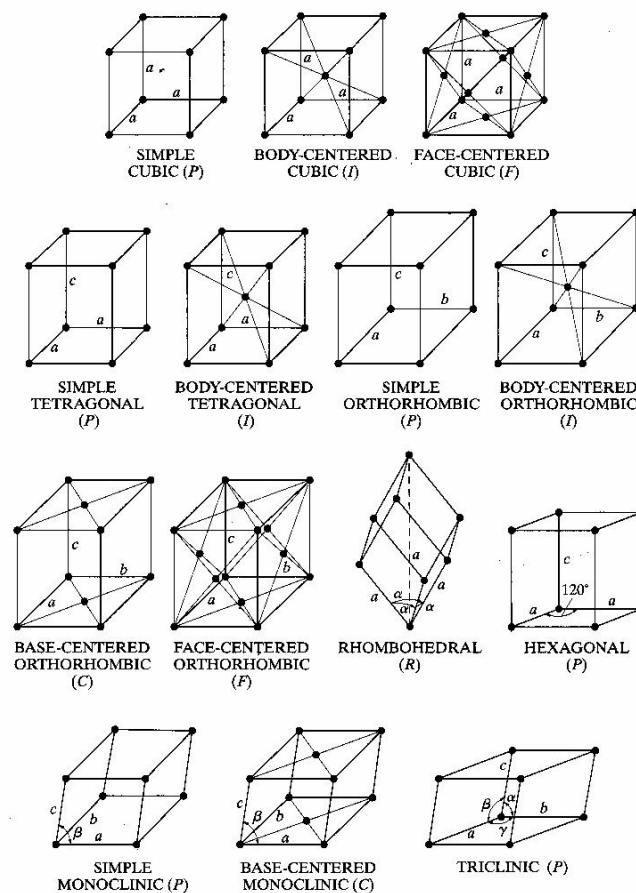
#### a) Estructura cristalina y espacio recíproco

Un cristal es un arreglo periódico tridimensional de átomos o grupos de átomos con un ordenamiento a largo alcance; en el arreglo periódico es posible elegir átomos agrupados en una unidad estructural denominada celda unitaria que por superposición (ó translación) sucesiva reproducen el cristal. Una red es un arreglo de puntos en el espacio (localizados por medio de vectores de

posición), llamados puntos de red, ordenados en un patrón periódico de tal modo que los alrededores de cada punto de la red son idénticos. Una red es una abstracción matemática. Una base es un conjunto de uno o más átomos asociados con cada punto de red. La estructura cristalina se reproduce mediante la superposición de la red y la base. La red cristalina representa las posiciones de los átomos a temperatura  $T = 0 \text{ K}$  es decir, la red cristalina representa las posiciones de los átomos en su estado de reposo.

Los vectores de posición con que se puede localizar cualquier punto de red son de la forma  $\mathbf{r} = n_1 \mathbf{a} + n_2 \mathbf{b} + n_3 \mathbf{c}$ , donde  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  y  $\mathbf{c}$  son vectores de translación y cuyas magnitudes representan los parámetros de la red cristalina asociada;  $n_1$ ,  $n_2$  y  $n_3$  son números enteros. Los vectores  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  y  $\mathbf{c}$  generan la red cristalina en el espacio real.

Existen siete tipos diferentes de sistemas cristalinos en tres dimensiones: cúbico, tetragonal, ortorrómbico, romboédrico, hexagonal, monoclinico y triclinico. Aunque contamos con siete sistemas cristalinos hay 14 arreglos distintos de puntos de red denominados Redes de Bravais. Los cuales se pueden observar en la figura 10. Los puntos de red están en las esquinas de las celdas unitarias y en algunos casos en las caras o en el centro de la celda.



**Figura 10.** Estructuras cristalinas.

Asociada a la red cristalina determinada por los vectores  $\mathbf{r}$ , se puede concebir otra red denominada red recíproca, definida por vectores base  $\mathbf{A}$ ,  $\mathbf{B}$  y  $\mathbf{C}$  cuyo valor es el siguiente:

$$\mathbf{A} = 2\pi \frac{\mathbf{b} \times \mathbf{c}}{\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{c}} \quad \mathbf{B} = 2\pi \frac{\mathbf{c} \times \mathbf{a}}{\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{c}} \quad \mathbf{C} = 2\pi \frac{\mathbf{a} \times \mathbf{b}}{\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{c}} \quad (1)$$

Una propiedad importante de los vectores del espacio real  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  y  $\mathbf{c}$ , y del espacio recíproco es su producto escalar entre ellos, el cual resulta ser:

$$\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{A}_j = 2\pi \delta_{ij}, \quad \text{donde } \delta_{ij} \text{ es la delta de Kronecker,} \quad (2)$$

$\mathbf{a}_i = \mathbf{a}, \mathbf{b} \text{ y } \mathbf{c}, \text{ y } \mathbf{A}_j = \mathbf{A}, \mathbf{B} \text{ y } \mathbf{C}.$

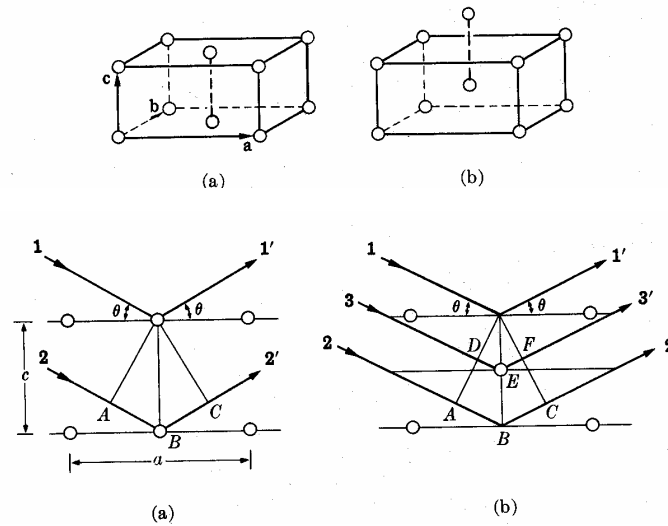
Por consiguiente, los vectores  $\mathbf{A}$ ,  $\mathbf{B}$  y  $\mathbf{C}$  generan lo que se denomina el espacio recíproco. En un cristal es posible determinar matemáticamente los diferentes planos donde descansan átomos del cristal. En particular nos interesan planos de átomos donde los rayos-X pueden ser difractados. De manera general, un plano o conjunto de planos paralelos queda determinado hasta una constante, cuando indicamos un vector normal al plano. Sea  $\mathbf{G}$  un vector normal a cierto plano. Entonces, dicho plano es generado por el conjunto de vectores  $\mathbf{r}$  que descansan sobre este plano y que son perpendiculares al vector  $\mathbf{G}$ , esto es, cuyo producto escalar con  $\mathbf{G}$  sea cero ( $\mathbf{r} \cdot \mathbf{G} = 0$ ). Si se elige  $\mathbf{G} = h \mathbf{A} + k \mathbf{B} + l \mathbf{C}$  y  $\mathbf{r} = n_1 \mathbf{a} + n_2 \mathbf{b} + n_3 \mathbf{c}$ , se demuestra fácilmente que  $\mathbf{r} \cdot \mathbf{G} = \text{constante} = 2\pi N$ , que representa la ecuación de un plano y donde  $N$  es un número entero.

A los números enteros  $h$ ,  $k$ , y  $l$ , se les denomina índices de Miller y a cada plano con vector normal  $\mathbf{G}$  se le denomina el plano  $(hkl)$ . Geométricamente es posible determinar los índices de Miller de manera fácil.

## b) La ley de Bragg

En un experimento de difracción de rayos-X, como el que se muestra en la figura 11, donde se hace incidir un haz de radiación electromagnética sobre un plano cristalino. En este caso nos interesan los haces dispersados elásticamente, esto es, haces de luz que conservan su energía  $h\nu$  y la magnitud de su momento  $|\mathbf{k}_i| = |\mathbf{k}_f|$  cuando son difractados. Estas condiciones aseguran que la radiación electromagnética conserva su frecuencia  $\nu$  y su longitud de onda  $\lambda$  durante la difracción y que el haz de radiación solo cambió de dirección de tal forma que el ángulo de incidencia es igual al ángulo de difracción cuando estos son medidos a partir del plano cristalino. La ley de Bragg nos asegura que si dos (o más) haces difractados por planos cristalinos paralelos construyen interferencias positivas, entonces se debe satisfacer que la diferencia de camino óptico ( $2d \sin \theta$ ) recorrido por esos haces (véase fig. 10a) debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda de la radiación incidente, esto es,  $2d \sin \theta = n \lambda$ . Si se cumple la ley de Bragg entonces las ondas dispersadas estarán en fase e interferirán constructivamente.

Cuando la luz es difractada por otro plano y se cumple ahí la ley de Bragg, entonces se observará otra interferencia constructiva o pico de difracción. Por lo tanto, cada plano (ó conjunto de planos paralelos) donde se cumple la ley de Bragg dará origen a un solo pico de difracción. Al conjunto de picos de difracción se le denomina patrón de difracción.



**Figura 11.** Difracción de haces por planos (001) para estructuras ortorrómbicas a) centrada en la base y b) centrada en el cuerpo.

### c) Distancia entre planos cristalinos de estructuras cristalinas básicas

Utilizando una construcción geométrica de la red cristalina, es posible demostrar que la distancia  $d(hkl)$  entre planos paralelos  $(hkl)$  con vector unitario normal  $\mathbf{n} = \mathbf{G} / |\mathbf{G}|$  esta dada como:

$$d(hkl) = 2\pi / |\mathbf{G}|.$$

Utilizando la expresión para el vector  $\mathbf{G} = h\mathbf{A} + k\mathbf{B} + l\mathbf{C}$  en términos de los vectores de la red real  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  y  $\mathbf{c}$ , uno encuentra que la distancia entre planos paralelos  $(hkl)$  en términos de los parámetros de red  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$ , y  $\mathbf{c}$  están dados como sigue:

$$\text{Cubic:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

$$\text{Tetragonal:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\text{Hexagonal:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

*Rhombohedral:*

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$\text{Orthorhombic:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\text{Monoclinic:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$$

$$\text{Triclinic:} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$$

Donde

V es el volumen de la celda

$$S_{11} = b^2 c^2 \sin^2 \alpha$$

$$S_{22} = a^2 c^2 \sin^2 \beta$$

$$S_{33} = a^2 b^2 \sin^2 \gamma$$

$$S_{12} = abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$S_{23} = a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$S_{13} = ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$$

## 4. Rutina de encendido del equipo DMAX 2200

### a) Alimentación general del equipo

Encender el interruptor del tablero general localizado a la izquierda de la puerta de entrada al Laboratorio de Sistemas Fotovoltaicos I.

### b) Encendido del equipo DMAX 2200

- i. Encender el interruptor del sistema de recirculación del agua para el enfriamiento de la lámpara de rayos-X y esperar aproximadamente 10 min hasta que la temperatura del agua se estabilice.
- ii. Encender la computadora XRD: Encender el regulador de voltaje y la computadora "XRD", esperar los 40 seg de estabilización de la misma.

Realizar las indicaciones correspondientes de presionar las teclas control-alt-sup.

- iii.* Encender el interruptor del regulador de alto voltaje localizado a la izquierda del equipo DMAX 2200.
- iv.* Encender el relevador elb2 de 50 Amp.
- v.* Encender el interruptor elb1 de 15 Amp.
- vi.* Encender el interruptor de la fuente de poder del generador de alto voltaje.

El encendido de la lámpara de rayos-X se puede realizar de manera manual o por computadora a continuación se describen los dos procedimientos:

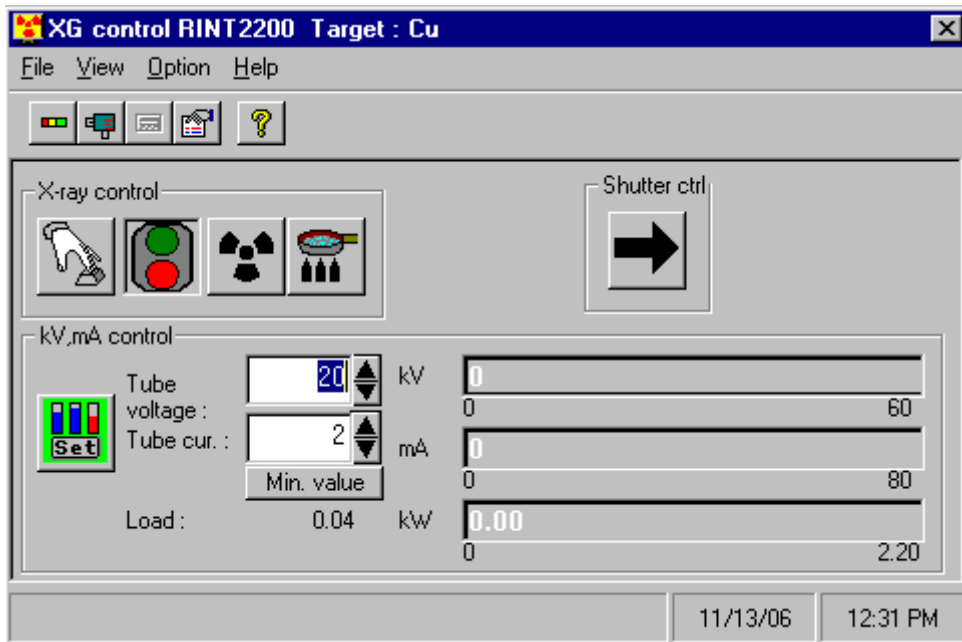
### **c) Encendido manual de la lámpara de rayos-X.**

- i.* En el panel frontal izquierdo encender el interruptor principal del tablero de encendido de la lámpara de rayos-X y esperar a que se estabilice el equipo. En este paso se activan los sensores de seguridad del equipo, en particular el sensor de la bomba de agua y si no hay flujo adecuado se detiene el proceso.
- ii.* Encender la lámpara de rayos-X (x-ray on).
- iii.* Incrementar lentamente el voltaje y la corriente para el calentamiento de la lámpara de rayos-X.



### **d) Encendido automático de la lámpara de rayos-X.**

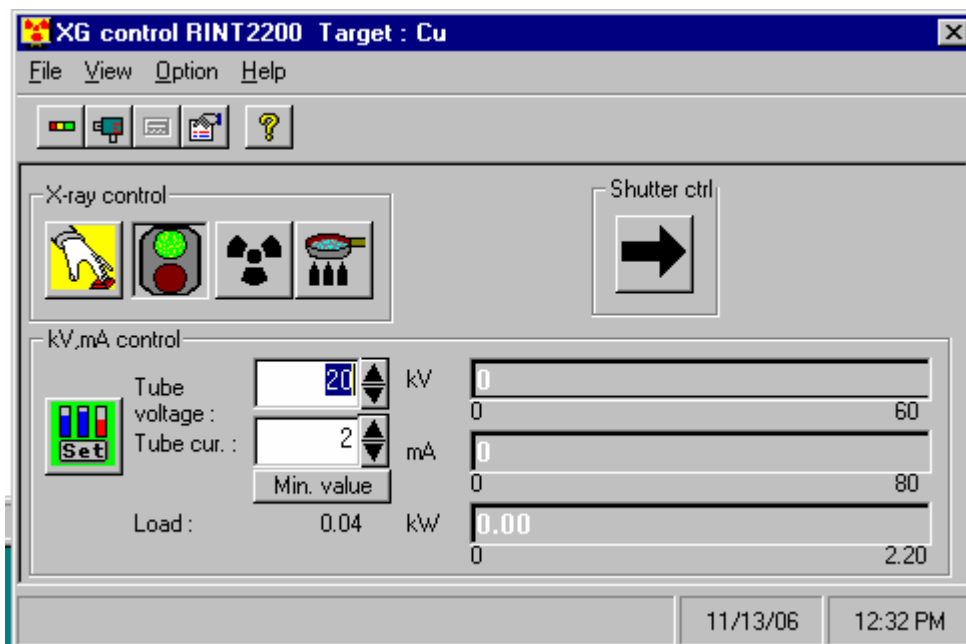
Establecer la comunicación entre la computadora y el equipo de XRD.

- i.* En la carpeta "control" del software Rigaku activar el icono "measurement server", esperar a que el recuadro que aparece en la parte inferior derecha del monitor inicialmente en color rojo cambie a azul. Esto indica que la comunicación entre PC y el DMAX 2200 se ha establecido.
- ii.* En la carpeta control del software Rigaku, seleccionar *XG Operation* y aparecerá la ventana que se muestra en la fig. 12




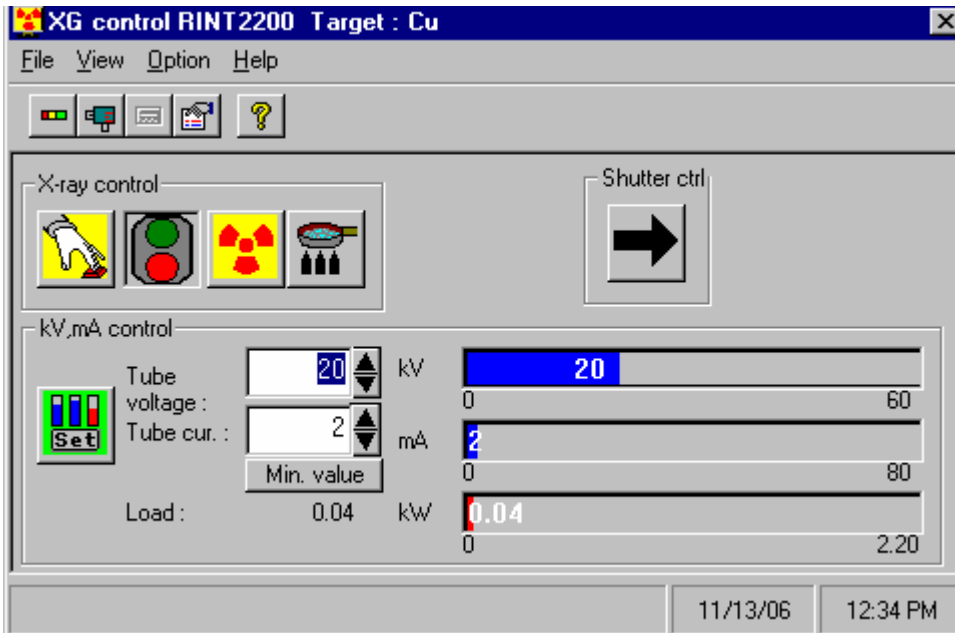
**Figura 12.** Ventana XG control RINT 2200, para encender automáticamente la lámpara de rayos-X.

- iii. Con el botón izquierdo del ratón presionar el icono de encendido  cuando se activa el icono este cambia al color amarillo, y después de unos segundos el foco verde del segundo icono  se activa, tal como se observa en la fig. 13.




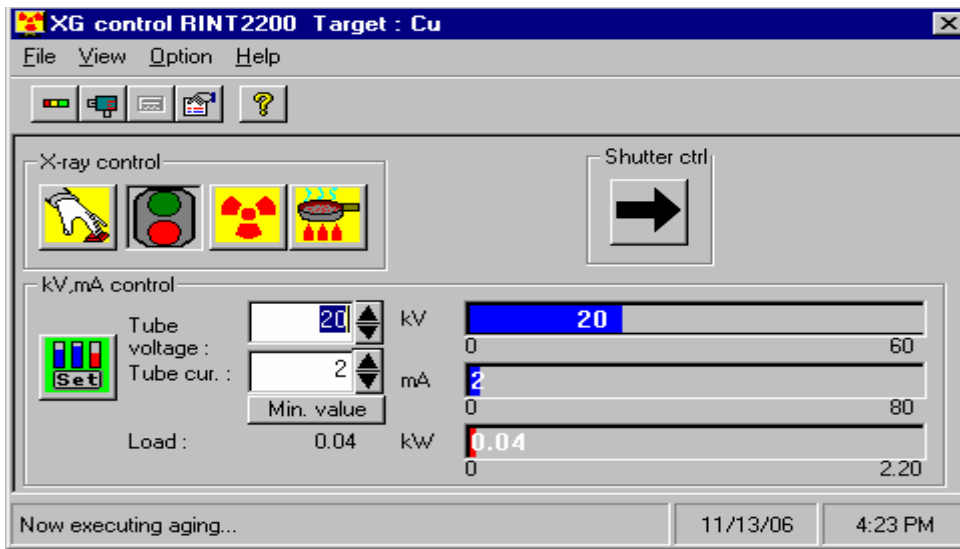
**Figura 13.** Ventana donde se observa el control sobre el sistema de encendido de la lámpara de rayos-X.

- iv. Sobre el icono de la lámpara de rayos-X  Oprimir el botón izquierdo del mouse, el icono cambia ahora a un color amarillo y en el recuadro en azul aparece 20kV y 2 mA como se aprecia en la Fig. 14.

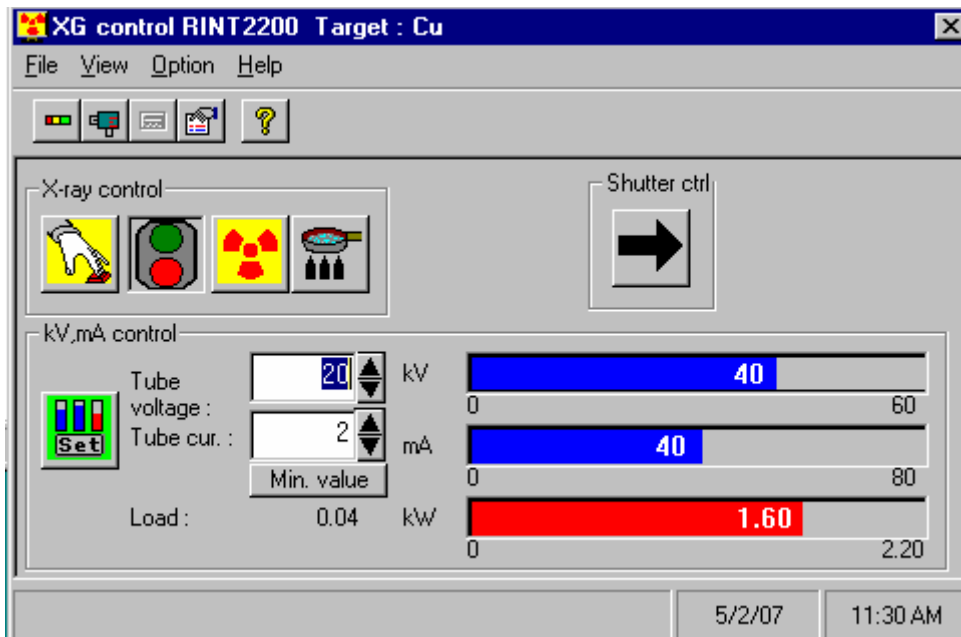


**Figura 14.** Encendido automático de la lámpara de rayos-X.

- v. Con el botón derecho del mouse sobre el icono  se selecciona el programa de calentamiento de la lámpara de rayos-X "Every Use". Al oprimir el botón izquierdo del mouse sobre el icono, este se activa cambiando de color gris a color amarillo como se observa en la Fig. 15. Cuando el programa se esta ejecutando, se puede apreciar como se incrementa el voltaje y la corriente en las barras de lectura. Al terminar de ejecutarse el programa, el icono cambia nuevamente a color gris y en las barras de lectura queda indicado el voltaje y la corriente final de la lámpara de rayos-X como se muestra en la Fig. 16.



**Figura 15.** Calentamiento automático de la lámpara de rayos-X.



**Figura 16.** El programa de calentamiento de la lámpara de rayos-X ha terminado de ejecutarse.

**Observación:** si todos los indicadores (LED's) de seguridad en el panel de rayos-X no indican fallo durante el chequeo de rutina, el equipo esta listo para usarse.

**Nota:** antes de entrar a la carpeta de Rigaku asegúrese que el equipo DMAX 2200 este encendido como descrito en la sección 4.

## 5. Normas de uso del equipo de difracción de rayos-X

Debido al tiempo de vida relativamente corto de la lámpara de rayos-X, es necesario indicar a los usuarios algunas de las formas en las que el instrumento puede ser utilizado de una manera más eficiente.

### a) Uso razonable y eficiente del equipo

El criterio, experiencia, conocimiento y sensatez del usuario, son elementos necesarios para que el equipo DMAX 2200 pueda ser operado con la mayor eficiencia posible. Estas cualidades por parte del usuario son requeridas para alcanzar una vida útil promedio del equipo de 10 años con gasto mínimo de tiempo muerto, reparaciones, mantenimiento y sustitución de partes del equipo. Para alcanzar estos objetivos se hace hincapié en los siguientes puntos:

- i.* Capacidad del equipo. El equipo DMAX 2200 es útil para determinar la estructura cristalina y parámetros estructurales que caracterizan sólidos cristalinos. El equipo no tiene la capacidad de analizar muestras en estado amorfo, líquido o gas.
- ii.* El equipo no tiene la capacidad de realizar estudios *in situ* dependientes de la temperatura ni en función de otros parámetros experimentales tales como presión, esfuerzos, etc.
- iii.* Las muestras que se analizan en el DMAX 2200 están expuestas a la atmósfera de aire, por lo que propiedades estructurales (cristalinas) superficiales no son posibles. La interpretación de tales medidas quedan a criterio del usuario. Esto también significa que las mediciones de rayos-X son mediciones de volumen (bulto).
- iv.* Dado que el equipo de rayos-X tiene una capacidad limitada de análisis, este instrumento realiza mediciones, no milagros. El usuario debe considerar que el equipo de rayos-X es un instrumento de análisis cuantitativo en ciertos aspectos (determinación de estructura cristalina, parámetros de red y tamaño de cristal) y cualitativo en otros (determinación de la fase cristalina, determinación de concentraciones, etc.). Por lo tanto, una mala planeación de mediciones y de muestras a analizar consume inútilmente la vida del equipo. La medición de una gran cantidad de muestras a barridos lentos, sin antes haber hecho un estudio previo de las mismas, reduce el tiempo de vida. Un uso de tiempo de medición indiscriminado consume la vida útil del instrumento.
- v.* Por lo anterior, se recomienda a los tutores de los estudiantes seleccionar sus muestras antes de enviarlas a caracterizar para determinar que mediciones tendrán sentido y cuales no, y en base a ello planear un uso más eficiente del equipo.

## **b) Cuidado de la lámpara de rayos-X.**

El tiempo de vida media de la lámpara de rayos-X es aproximadamente de tres años. Un uso eficiente de la lámpara de rayos-X nos permitirá alcanzar el tiempo de vida esperado y en el mejor de los casos rebasarlo. A continuación se explica detalladamente como proceder para establecer las mejores condiciones de operación de la lámpara de rayos-X durante las mediciones.

Es importante observar en la carpeta del software de operación del equipo Rigaku, en la sección de “stándar measurement”, la lámpara de rayos-X este posicionada en la modalidad correcta:

- i.* Elija necesariamente “X-ray off” cuando se deja medir al equipo automáticamente durante largo tiempo y el usuario **NO** lo esta vigilando (Por ejemplo durante las noches, la comida, clases, etc.).
- ii.* Elija “aging” cuando se esta atento a la medición del patrón de XRD, pero se realizan actividades paralelas a la medición (observar otro tipo de medición, depósito químico, etc). En esa posición la lámpara permanece encendida cuando se termina la medición pero a una potencia mínima (20 kV, 2 mA) que ayuda a preservar la vida de la lámpara.
- iii.* Elija “present condition” cuando se vigila la medición o cuando se realizan pruebas de calibración y barridos cortos, para lo cual no se tiene necesidad de encender o incrementar continuamente potencia de la lámpara.

## **6. Medición de muestras por difracción de rayos-X**

### **a) Colocación de la muestra**

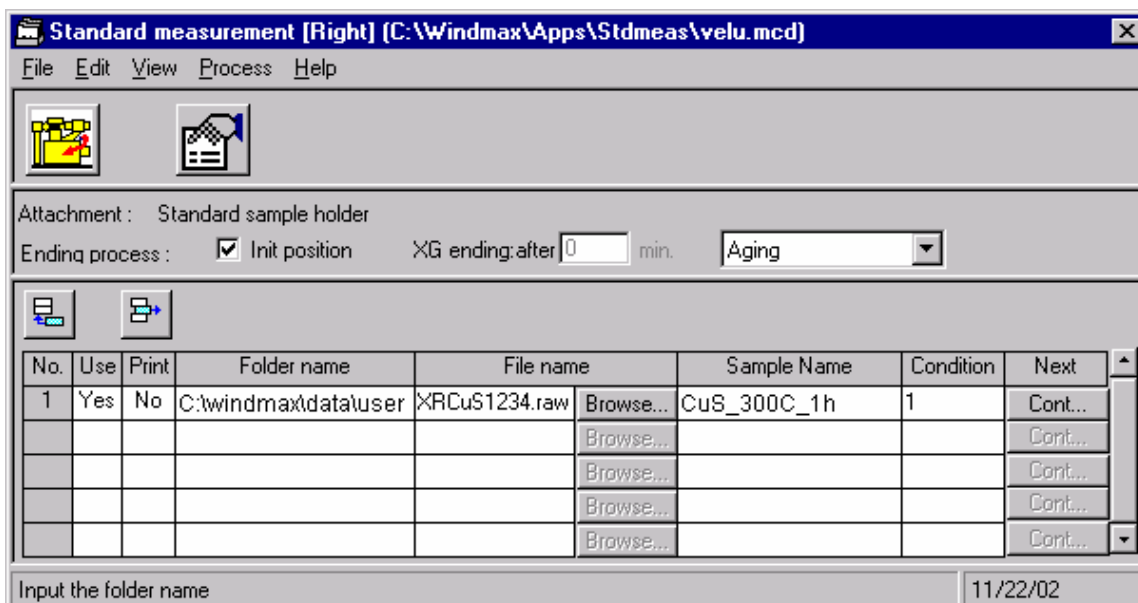
- i.* Para abrir la puerta con el equipo XRD encendido, se le pide permiso a este, para ello se presiona el botón amarillo “open door” hasta que se escuche un sonido de “beep” intermitente. Hasta entonces se puede abrir la puerta, en caso contrario se apagará la lámpara de rayos-X.
- ii.* Se coloca la muestra, tratando de que la misma quede en el plano horizontal del semicírculo del portamuestras.
- iii.* El Soller slit (rejilla). Verificar que el equipo de rayos-X tenga la rejilla (Receiving Slit) adecuada: “Standar” o “Thin Film”.
- iv.* Tener cuidado de colocar el monocromador adecuado al tipo de Receiving Slit elegido. Si se utiliza el Receiving Slit “Estándar”, entonces, se coloca el cristal monocromador “BENT” para medición de polvos o películas gruesas. Si se utiliza el Receiving Slit “Thin Film”, entonces se coloca el cristal monocromador “FLAT” para medición de películas delgadas.

- v. En el equipo de XRD se pueden realizar dos tipos de mediciones  $2\theta/\theta$  para el método convencional, esto es para medir polvos o películas gruesas y  $2\theta/\theta_{fijo}$  para medir películas delgadas.
- vi. cerrar perfectamente la puerta del equipo y proceder a realizar la medición.

### b) Rutina de medición de XRD


Si el equipo de rayos-X se encendió de manera manual se debe de realizar los pasos *i* y *ii* para establecer comunicación entre la computadora y el equipo. Si el equipo de rayos-X se encendió de manera automática proceder con el inciso *iii*.

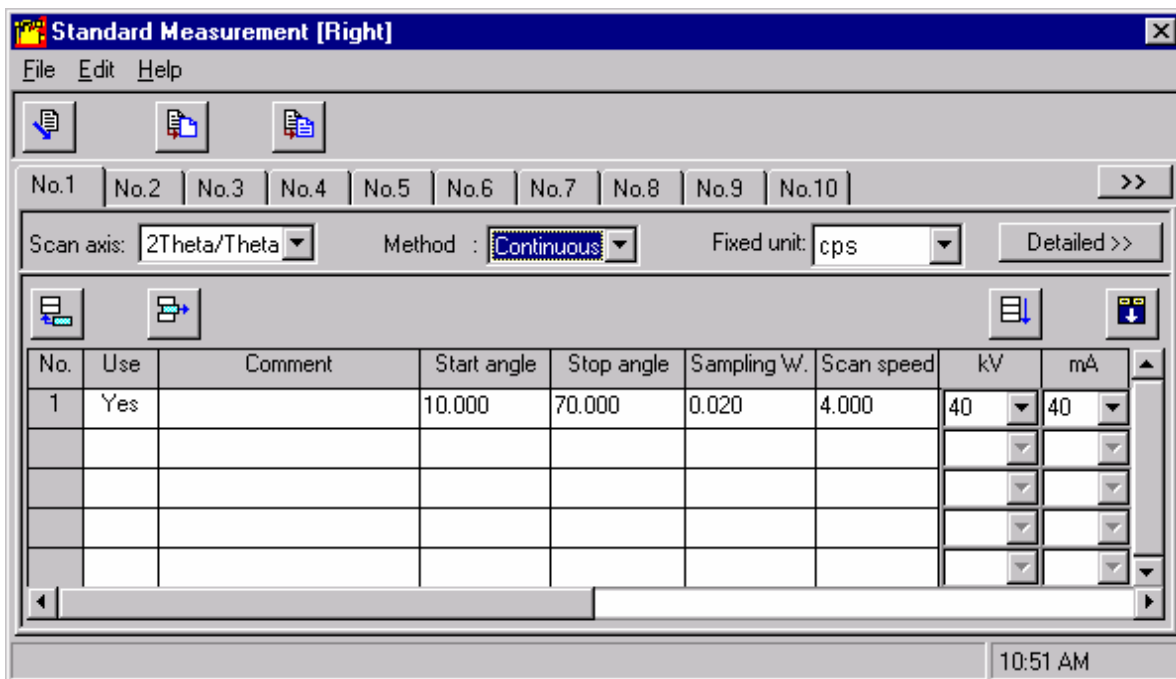
- i. Abrir la carpeta Rigaku y seleccionar la carpeta "control".
- ii. En la carpeta "control" activar el icono "measurement server". Una vez establecida la comunicación entre la PC y el equipo Rigaku, el "shutter" de rayos-X se activa automáticamente; entonces alto voltaje, corriente de emisión y medición son controlados desde la computadora.
- iii. Abrir nuevamente la carpeta "Rigaku" y seleccionar el icono "right measurement". En la carpeta "right measurement" se selecciona "standar measurement", y en esta carpeta se escribe el nombre del archivo personal y el nombre de la muestra (véase figura 17). Se indica el modo de operación de la lámpara y se selecciona si la medición de XRD se desea imprimir.




**Figura 17.** Especificar el nombre de la muestra que se va a medir.

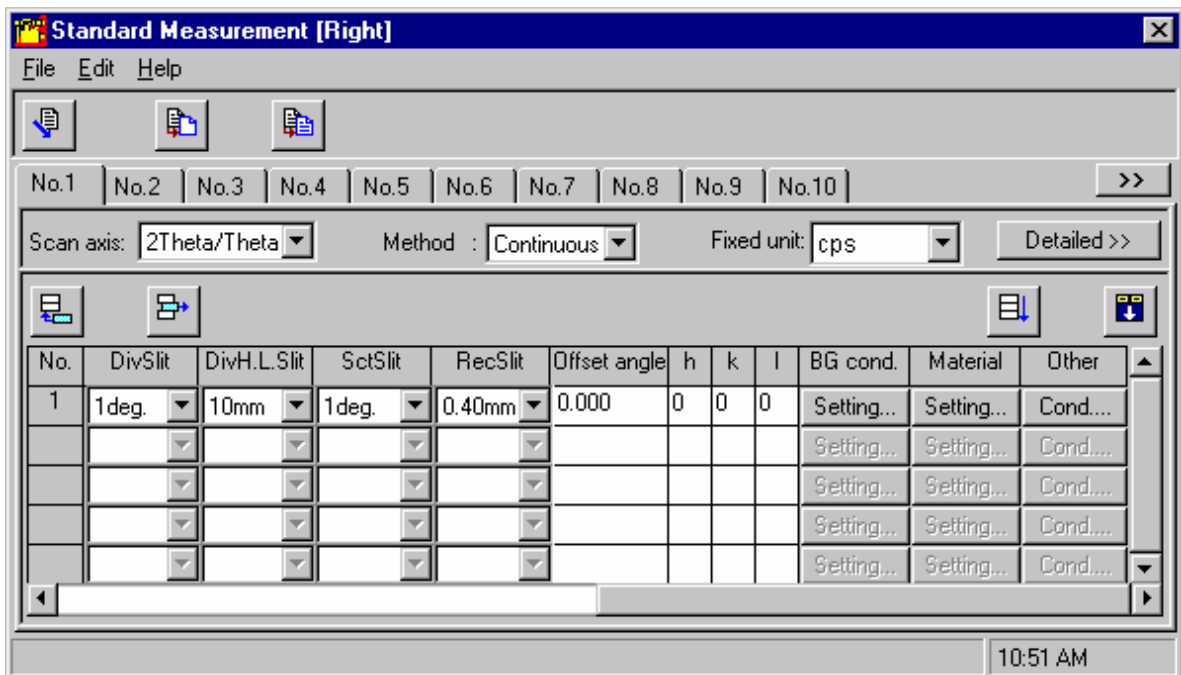
**Nota:** Al final del nombre de archivo de la muestra se debe agregar la extensión ".raw", (i.e. nombre.raw).

- iv. Para establecer las condiciones de medición, oprimir el botón  ó el icono “process” y después el subicono “edit condition”, esto da como resultado la ventana mostrada en la figura 18. Los valores asignados en esta ventana se refieren a las condiciones de medición tales como ángulo inicial, ángulo final, tamaño de paso, velocidad de barrido, alto voltaje, tamaño de las rejillas del divergent, receiving y scattering.



**Figura 18.** Especificación de las condiciones de medición

- v. Oprima en la barra de desplazamiento horizontal para acceder a las otras condiciones de medición. (Fig. 19).
- vi. Las condiciones que se emplean en la medición dependen generalmente del tipo de muestra, por ejemplo para compuestos óxidos se empieza la medición a un ángulo de 2 theta de 4° y terminan en 70 °, el tamaño de paso puede ser de 0.02 hasta 0.05, la velocidad de barrido que se usa se encuentra entre 2°/min a 4°/min, 40kV y 40 mA, etc. Para el modo convencional el eje de scan que se utiliza es 2theta/theta y para haz rasante 2theta.
- vii. Una vez establecidas las condiciones de medición ángulo de incidencia (cuando se mide en haz rasante) y valores para rejillas estamos listos para empezar a medir.
- viii. Cuando el usuario no conozca o tenga idea de la estructura a obtener utilice barridos rápidos de (2θ) entre 5 a 8 grados por minuto, con un paso de 0.04 grados, en un amplio rango angular de 2θ entre 10 y 100 °.
- ix. Para ejecutar la medición, oprima el botón  ó seleccione el comando “process” y elija “execute measurement”. Inmediatamente aparecerá la ventana de inicialización de la medición,
- x. Al terminar la medición el archivo \*.raw queda guardado en la carpeta indicada y listo para ser analizado en el software Jade 6.5.



**Figura 19.** Continuación de la especificación de las condiciones de medición.

Nota: Únicamente para ejecutar la primera medición y para complementar al inicio de la rutina de operación se deben aceptar las condiciones de inicio. Para ello aparecerá una ventana que dice “please change...”, solo después de aceptar esta condición se ejecutará la medición. Posteriormente se abre el shutter que permite irradiar la muestra con rayos-X. Asimismo se abre la ventana que muestra gráficamente como transcurre el proceso de adquisición de datos. Durante este proceso no se permite hacer cambios en las condiciones de trabajo, esto puede interrumpir el proceso de medición.

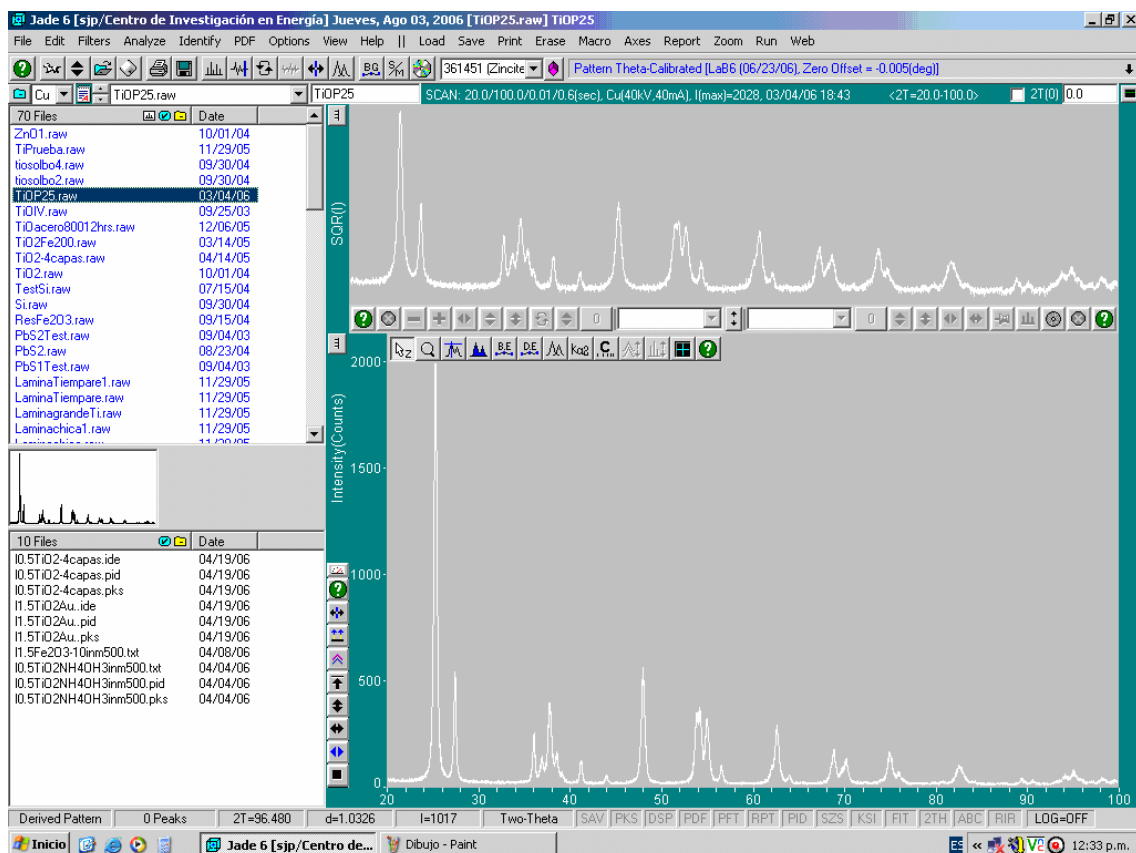
### c) Rutina de evaluación de difractogramas con el software Jade 6.5




MDI Jade 6.5

Dando un doble click al ícono se activa el software Jade 6.5 el cual es útil para la evaluación de mediciones de difracción de rayos-X. Inmediatamente se despliega la ventana principal, como se muestra en la figura 20. En la parte superior se muestra la barra de herramientas principal. Del lado derecho se encuentra la ventana principal de trabajo en la cual se observan dos ventanas con la imagen del mismo difractograma, la ventana que se encuentra en la sección de abajo se denomina la ventana de zoom y es ahí en donde se lleva a cabo el análisis del difractograma y tiene incluida en el lado izquierdo superior en la mitad de las dos ventanas la barra de herramientas de edición, del lado derecho superior de esta ventana se encuentra una barra de herramientas de análisis que se activa cuando hay tarjetas de identificación en la ventana principal. Del lado izquierdo se indican los nombres de los archivos

que se encuentran en la carpeta. En la parte de en medio del lado izquierdo hay una ventana en la cual se puede ver la imagen en miniatura del difractograma analizado y finalmente en la parte de abajo se puede apreciar una lista de los archivos evaluados con el software Jade 6.5.



**Figura 20.** Ventana principal del software de evaluación jade 6.5

- xi.* Para abrir el archivo \*.raw que queremos procesar se debe buscar el menú de *file*, seleccionar la opción *read*, elegir documentos compartidos, indicar el nombre del investigador responsable, en la cual se encuentran subcarpetas con los nombres de sus estudiantes con los archivos de sus respectivas mediciones, se selecciona el archivo de interés y se abre con un doble click, también se puede utilizar el icono .
- xii.* Para realizar un zoom en el difractograma presionar el botón derecho del ratón y arrastrarlo seleccionando la parte de interés del patrón de difracción, se formará un rectángulo azul, en la ventana de zoom se presenta el área seleccionada, como se muestra en la figura 21.

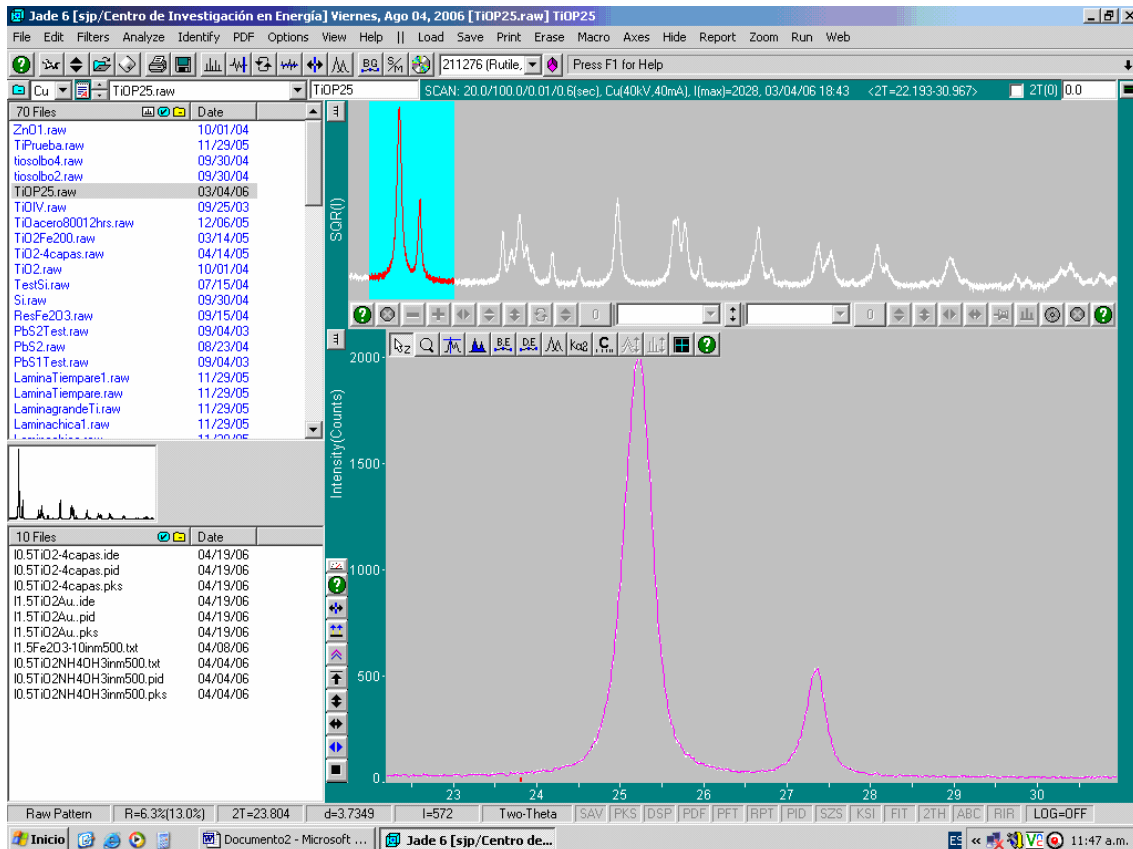




Figura 21. Realización del zoom de la parte de interés del difractograma

- xiii. Para suavizar un difractograma, en el menú de comandos elegir *Filters*, escoger la opción *Smooth Pattern*, aparecerá la ventana de dialogo pattern smooth (ver figura 22), para aceptar las condiciones de dialogo se utiliza el icono  o bien se puede regresar al menú de *filters* y escoger la opción *Swap derived pattern*. También se puede utilizar el icono , al oprimir el botón izquierdo del ratón se ejecuta el proceso de suavizado del difractograma con las condiciones vigentes de la ventana de dialogo de *pattern smooth*, al presionar el botón derecho aparece la ventana de diálogo con las opciones para suavizar (fig.22).

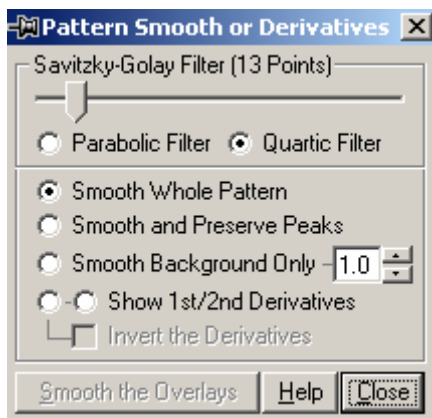


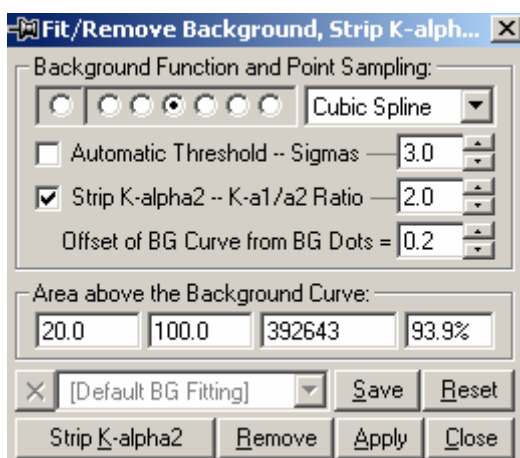




Figura 22. Ventana de dialogo para suavizar el difractograma.

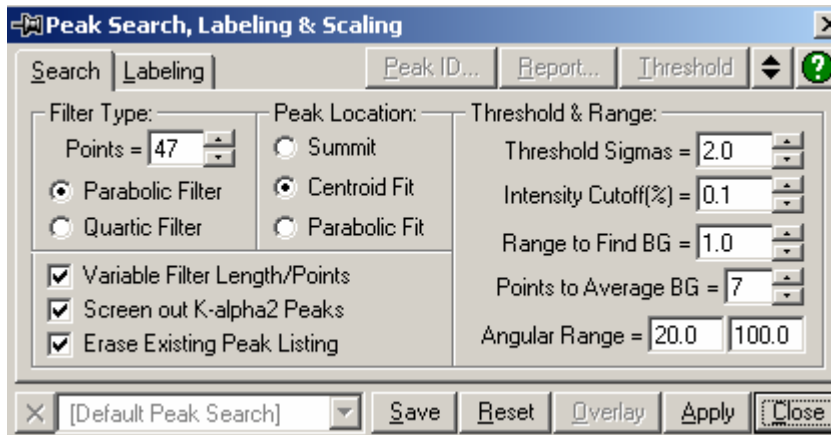
- xiv. Para sustraer el fondo de un difractograma, en el menú *Analyze*, escoger la opción *Fit Background*, aparecerá una ventana de dialogo en la cual se puede indicar las especificaciones correspondientes. Si se esta de acuerdo con las condiciones de los formularios presionar *Apply*, e inmediatamente se activa el botón *Remove*, el cual sirve para sustraer el fondo, estos comandos se encuentran en la ventana de dialogo fit/ Remove background Fig. 23. También se puede usar el menú *Analyze* escoger la opción *Remove background*. Si se desea utilizar el icono  que se encuentra en la barra de herramientas principal, al presionar sobre el botón izquierdo del ratón se observan los puntos en el fondo y al volver a oprimir en este botón se sustrae el fondo. Con el botón derecho aparece la ventana de dialogo de este comando. El fondo se puede editar manualmente con el icono  el cual se activa oprimiendo el botón izquierdo del ratón. Al presionar el botón derecho aparece la ventana de dialogo de la figura 23; cuando se ejecuta el botón *Apply* aparece el fondo editado con los parámetros de la ventana de dialogo fit/ remove background, al oprimir el botón izquierdo del ratón se puede agregar puntos y para eliminarlos se presiona el botón derecho del ratón.



**Figura 23.** Ventana de dialogo para sustraer el fondo.

- xv. Búsqueda de picos de difracción. Para localizar los picos de difracción en un difractograma, se utiliza el comando *Analyze*, escoger la opción *Find Peaks*, aparecerá la ventana de dialogo *Peak Search* con los parámetros correspondientes, como aparece en la figura 24. Una vez establecidas las condiciones oprimir *Apply* luego *Close*. Inmediatamente aparecerán los principales picos de difracción en el difractograma marcados con líneas verticales discontinuas en la ventana de zoom. También se puede utilizar el icono  al oprimir el botón izquierdo del ratón realiza la búsqueda de picos con las condiciones establecidas en la ventana de *Peak Search*, al presionar el botón derecho del ratón aparece la ventana de dialogo *peak search*. Para indicar picos de difracción manualmente se emplea el icono . Posicionar el ratón en el lugar que se encuentra un pico de difracción

oprimiendo el botón izquierdo para fijarlo y presionar el botón derecho para eliminarlo.



**Figura 24.** Ventana de dialogo para búsqueda picos en el difractograma.

- xvi. Reporte de la lista de picos de difracción seleccionados. Una vez que se presiona el botón *apply* en la ventana de dialogo de *Peak Search* inmediatamente se activa el comando *Report*, en el cual se encuentra el reporte de los picos de difracción encontrados en el difractograma analizado, como se muestra en la figura 25. También se puede dirigir al menú *Report* escoger la opción *Peak Search Report*. Con el comando *copy* se puede realizar una copia de los datos, los cuales se debe de guardar en *Block de Notas* para que no se desconfiguren los datos de la tabla.

#	2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(Å)
1	25.231	3.5268	56	2028	100.0	91050	100.0	0.392	219
2	27.364	3.2565	32	539	26.6	17117	18.8	0.287	316
3	36.017	2.4915	17	249	12.3	7942	8.7	0.291	311
4	36.891	2.4345	66	132	6.5	1877	2.1	0.242	390
5	37.743	2.3815	76	391	19.3	14370	15.8	0.388	226
6	38.492	2.3368	21	159	7.8	6731	7.4	0.415	210
7	41.171	2.1908	13	117	5.8	3736	4.1	0.305	297
8	47.971	1.8949	25	557	27.5	25774	28.3	0.412	218
9	53.927	1.6988	21	342	16.9	28315	31.1	0.750	120

**Figura 25.** Reporte de los picos presentes en el difractograma analizado

Identificación de la fase cristalina. El software cuenta con dos procedimientos para identificar la fase cristalina: i1. una búsqueda comparativa y otra i2. automática.

i1. Búsqueda Comparativa: En el menú *Analyze*, seleccionar la opción *chemistry*, aparecerá la ventana *current chemistry* en la cual se presenta una tabla periódica, como se muestra en la figura 26, ahí indicar los elementos químicos que contiene la muestra a analizar y el grupo al que pertenecen los posibles compuestos de identificación (orgánicos e inorgánicos, etc). Posteriormente aparecerá la ventana *ICDD/ JCPDS PDF* con una lista de todos los estándares que contiene la base de datos, como se indica en la figura 27.

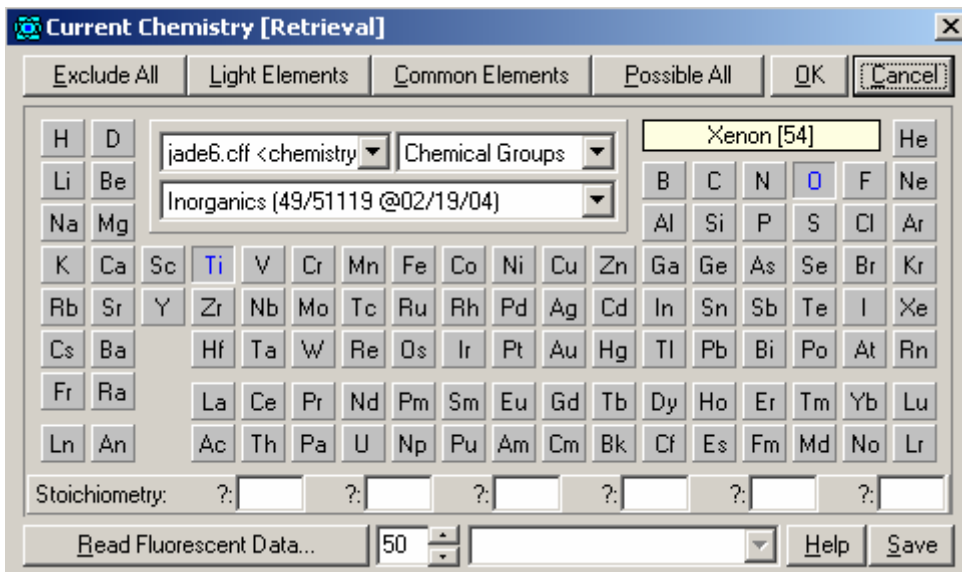








Figura 26. Tabla periódica de la ventana de diálogo Current Chemistry.

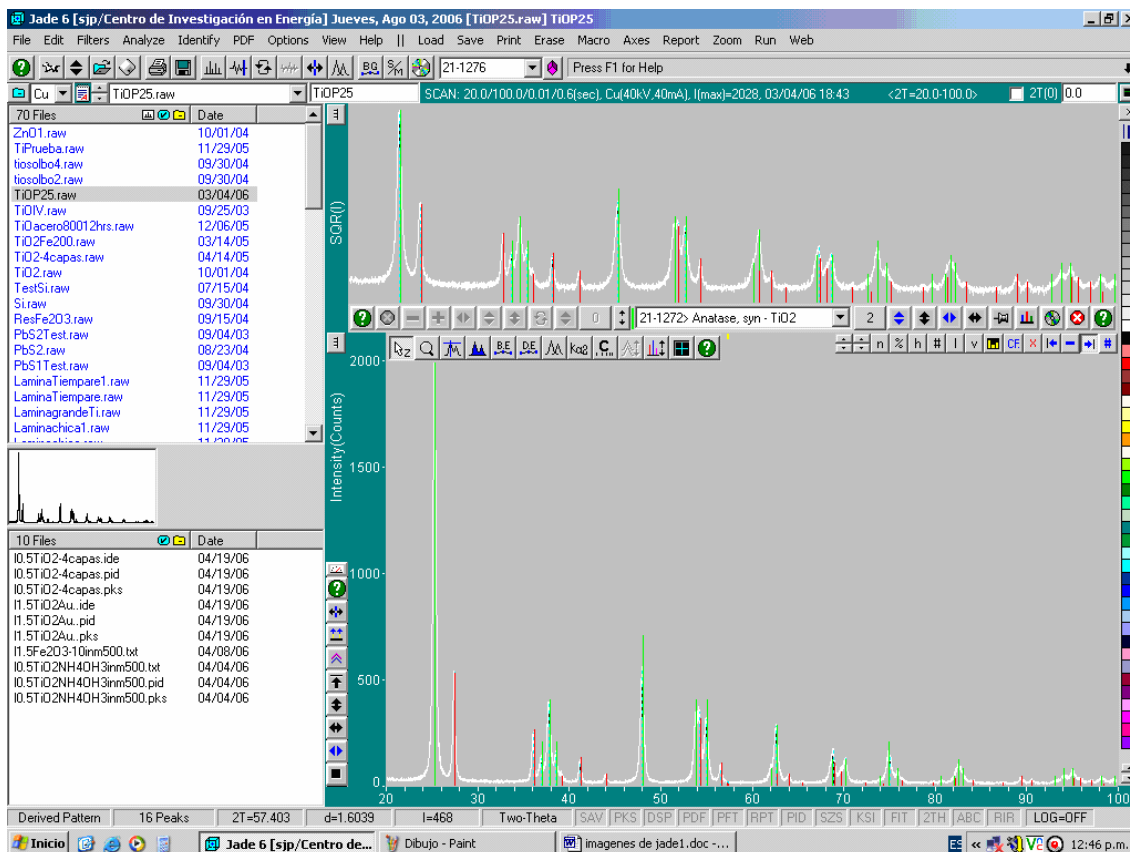
37 Hits Sorted on Phase ID	Chemical Formula	PDF-#	J	D	#d/I	RIR	P.S.	Space Group	a	b	c	c/a
Anatase, syn	TiO2	21-1272	+	X	39	3.30	t12	I41/amd (141)	3.785	3.785	9.514	2.513
Anosovite	Ti3O5	09-0309	?	V	24		oC32	Cmcm (63)	3.754	9.474	9.734	2.593
Brookite	TiO2	29-1360	+	D	49		oP24	Pcab (61)	5.456	9.182	5.143	0.943
Oxygen	O2	38-0903	?	X	4		oF8	Fmmm (69)	4.217	2.949	6.661	1.580
Oxygen	O2	38-0902	?	X	4		hR0.7	R-3m (166)	2.784	2.784	10.196	3.662
Oxygen	O2	45-0912	?	X	7		o?		4.457	3.323	5.076	1.139
Potassium Phosphate	Kx+2(PxO3x+1)	44-0792	?	X	34							
Rutile, syn	TiO2	21-1276	+	D	38	3.40	IP6	P42/mnm (136)	4.593	4.593	2.959	0.644
Titanium	Ti	44-1294	+	D	17	0.90	hP2	PC2/mmp (194)	2.951	2.951	4.692	1.597

Figura 27. Base de datos para la identificación de las fases cristalinas presentes en la muestra.

Existen dos formas de proceder en la identificación de una fase cristalina por medio de una tarjeta PDF:



i). Pasar todos los estándares a la ventana principal. Para ello se seleccionan los estándares de interés y después se presiona el icono . Cuando las tarjetas PDF se encuentran en la ventana principal se procede a realizar la búsqueda; para ello se utiliza la barra de herramientas que separa la ventana principal de la ventana de zoom de la figura 28, la cual contiene los siguientes comandos:

- el icono  se emplea para cambiar las tarjetas PDF
- el icono  se usa cuando se desea fijar algunas de las tarjetas PDF.
- el icono  se utiliza para ver la información de la tarjeta PDF.
- el icono  sirve para eliminar los estándares de la ventana principal.
- el icono  para cambiar el tamaño de los picos de los estándares de la base de datos en la ventana de zoom.





**Figura 28.** Identificación de la fase cristalina.

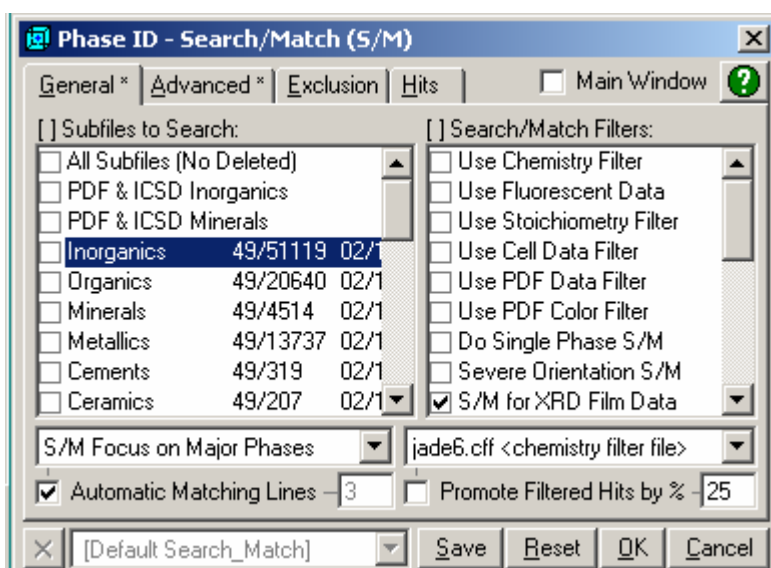
ii). Minimizar la ventana ICDD/ JCPDS PDF mostrada en la figura 27, presionar

el icono  para visualizar la ventana de la base de datos y realizar la comparación directamente. Para pasar de una tarjeta a otra se utilizan las teclas del teclado que tienen las flechas hacia arriba y hacia abajo respectivamente. Una vez identificadas las tarjetas se pasan a la ventana principal, utilizando el icono  se procede igual que en la sección anterior.

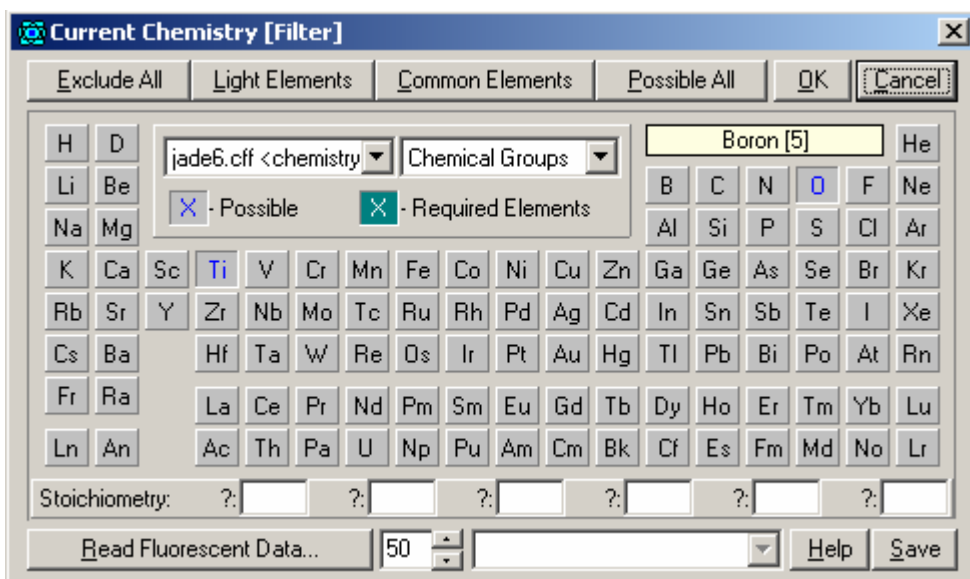
i2. Búsqueda automática. En la búsqueda automática de el(los) estándar(es), se debe ir al comando *Identify*, seleccionar la opción *Search/Match Setup*; aparece la ventana de dialogo *Phase ID-Search Match Setup* mostrada en la figura 29. Aquí se pueden escoger los subgrupos de búsqueda marcando la casilla de verificación correspondiente bajo el cuadro *Subfile(s) to Search* . La búsqueda se puede realizar de dos maneras: 1ª) usando y 2ª) sin usar el *Use Chemistry Filter* .

1ª) Usando el filtro de química. Del cuadro *Search/Match Filters* se selecciona *Use Chemistry Filter*, aparece entonces la ventana *Current Chemistry [Filter]* en donde aparece una tabla periódica mostrada en la figura 30 en la cual se indican los posibles elementos que contiene la muestra a analizar, se presiona el comando OK, también se elige OK de la ventana de dialogo *Phase ID-Search Match Setup*, aparecerá la ventana de dialogo *Search Match display* con una lista de los posibles compuestos que se encontraron con los elementos especificados como se presenta en la figura 31, en la cual se observa una lista de opciones, el compuesto que tiene menor Figure of Merit (FOM) (Figura de

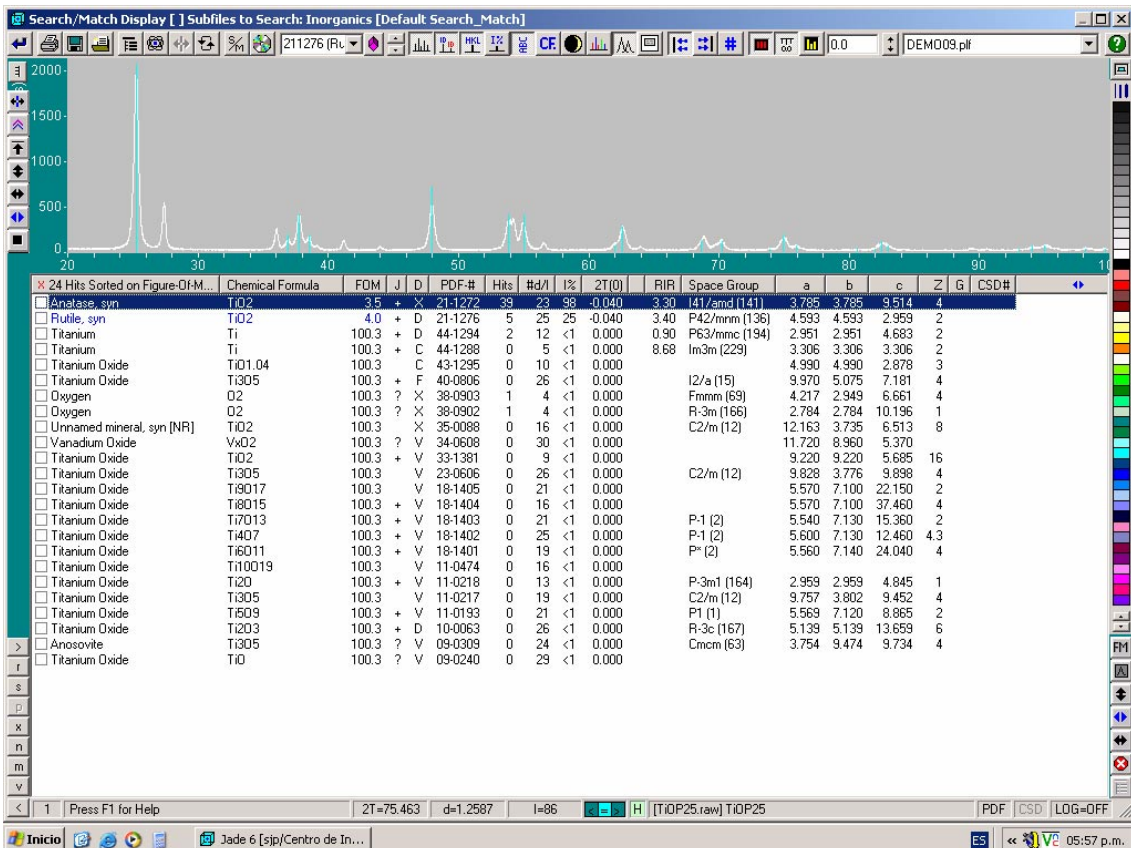
Mérito) es la fase cristalina que más se ajusta al difractograma que se está analizando. En el caso de que el FOM sea de 100, se realiza una búsqueda comparativa entre las opciones. Para fijar la tarjeta PDF, se da un click en el cuadro que se encuentra del lado izquierdo del compuesto, para cerrar la ventana se utiliza el icono . También se puede utilizar el icono  al presionar el botón izquierdo del ratón; se realiza la búsqueda automática con los datos vigentes de la ventana de dialogo Phase ID–Search/ Match (S/M); al oprimir el botón derecho se abre la ventana de diálogo con las opciones de búsqueda (ver figuras 29 y 30).



**Figura 29.** Ventana de dialogo Phase ID-Search/Match (S/M) para la búsqueda automática de tarjetas PDF

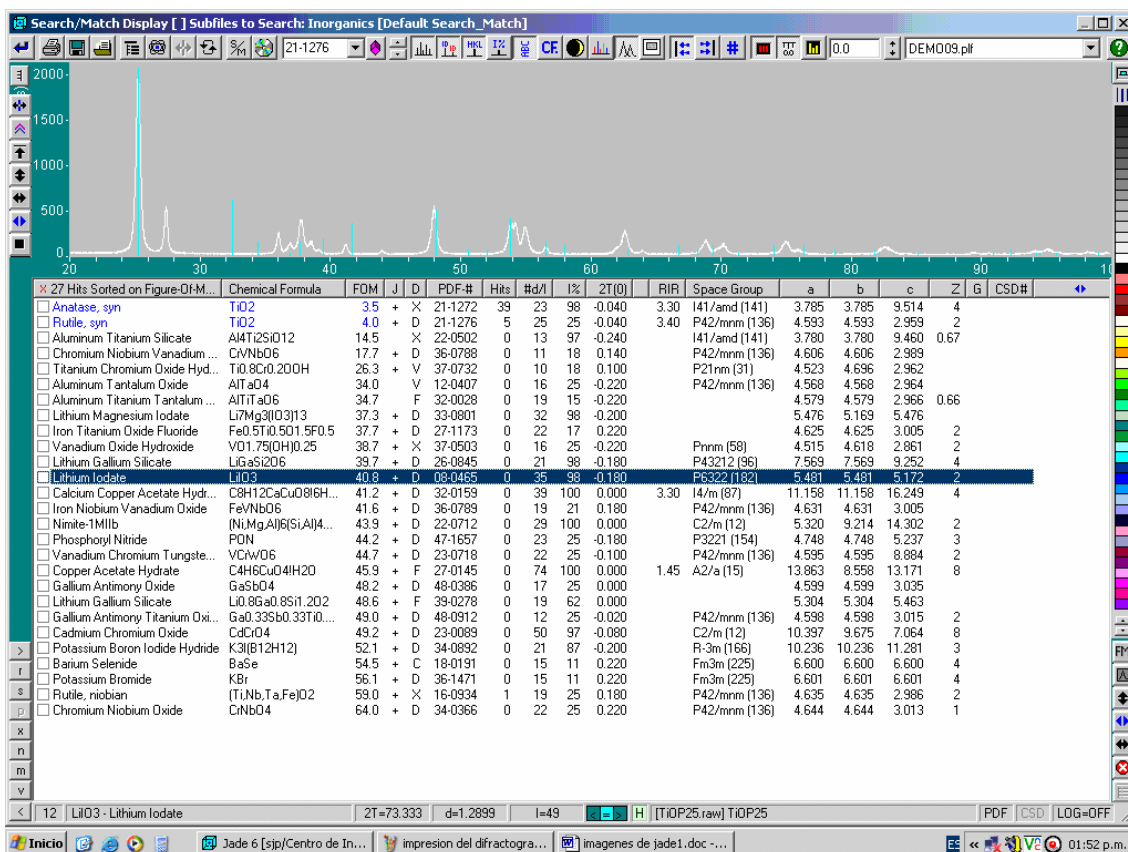


**Figura 30.** Tabla periódica empleando el Current Chemistry [Filter].



**Figura 31.** Ventana con los resultados de la búsqueda automática empleando el filtro de química.

2ª) Sin usar el filtro de química. En la ventana de dialogo Phase ID–Search/ Match (S/M) se desactiva la opción *Use Chemistry Filter*, se elige OK, entonces aparecerá la ventana de dialogo Search Match display con una lista de los posibles compuestos que pertenecen al difractograma, como mostrado en la figura 32. En color azul aparecen los posibles compuestos que corresponden al difractograma que se esta analizando; para seleccionar el o los compuestos se procede igual que en la sección anterior.




**Figura 32.** Ventana de dialogo de la búsqueda automática sin utilizar el filtro de química.

- xvii. Para ver la lista de la variación que hay entre los picos de difracción en el difractograma que se esta analizando y la tarjeta de identificación, en el menú principal elegir *Report* y escoger la opción *Peak ID*, con el cual aparece una ventana como la que se muestra en la figura 33. En las columnas de la parte izquierda se encuentran los datos del difractograma analizado y del lado derecho se encuentran los datos de la tarjeta PDF. En la última columna se especifica la variación entre la muestra y la tarjeta PDF. Con el comando *copy* se puede realizar una copia de los datos, la cual se debe de guardar en un block de notas para que no se desconfiguren los datos.

#	2-Theta	d(Å)	Height	Height%	Phase ID	d(Å)	I%	(h k l)	2-Theta	Delta
1	25.231	3.5268	2028	100.0	Anatase, syn	3.5200	100.0	(1 0 1)	25.281	0.049
2	27.364	3.2565	539	26.6	Rutile, syn	3.2470	100.0	(1 1 0)	27.446	0.082
3	36.017	2.4915	249	12.3	Rutile, syn	2.4870	50.0	(1 0 1)	36.085	0.068
4	36.891	2.4345	132	6.5	Anatase, syn	2.4310	10.0	(1 0 3)	36.946	0.055
5	37.743	2.3815	391	19.3	Anatase, syn	2.3780	20.0	(0 0 4)	37.800	0.057
6	38.492	2.3368	159	7.8	Anatase, syn	2.3320	10.0	(1 1 2)	38.575	0.083
7	41.171	2.1908	117	5.8	Rutile, syn	2.1880	25.0	(1 1 1)	41.225	0.054
8	47.971	1.8949	557	27.5	Anatase, syn	1.8920	35.0	(2 0 0)	48.049	0.078
9	53.927	1.6988	342	16.9	Anatase, syn	1.6999	20.0	(1 0 5)	53.890	-0.037
10	54.244	1.6896	352	17.4	Rutile, syn	1.6874	60.0	(2 1 1)	54.322	0.077
11	54.991	1.6684	315	15.5	Anatase, syn	1.6665	20.0	(2 1 1)	55.060	0.069
12	56.588	1.6251	87	4.3	Rutile, syn	1.6237	20.0	(2 2 0)	56.640	0.052
13	62.660	1.4814	284	14.0	Anatase, syn	1.4808	14.0	(2 0 4)	62.688	0.028
14	68.920	1.3613	173	8.5	Rutile, syn	1.3598	20.0	(3 0 1)	69.008	0.088
15	70.241	1.3389	129	6.4	Anatase, syn	1.3378	6.0	(2 2 0)	70.309	0.067
16	75.081	1.2642	141	7.0	Anatase, syn	1.2649	10.0	(2 1 5)	75.029	-0.052

Figura 33. Reporte de la identificación de picos.

xviii. Para imprimir el difractograma, en el menú *File*, escoger la opción *Print Set Up*, aparecerá una ventana como la mostrada en la figura 34. Para cambiar el color de los estándares y difractogramas utilizar el icono ; para guardar una copia del difractograma en un archivo de Word emplear la opción *Copy* y seleccionar *Copy Vector Plot*.

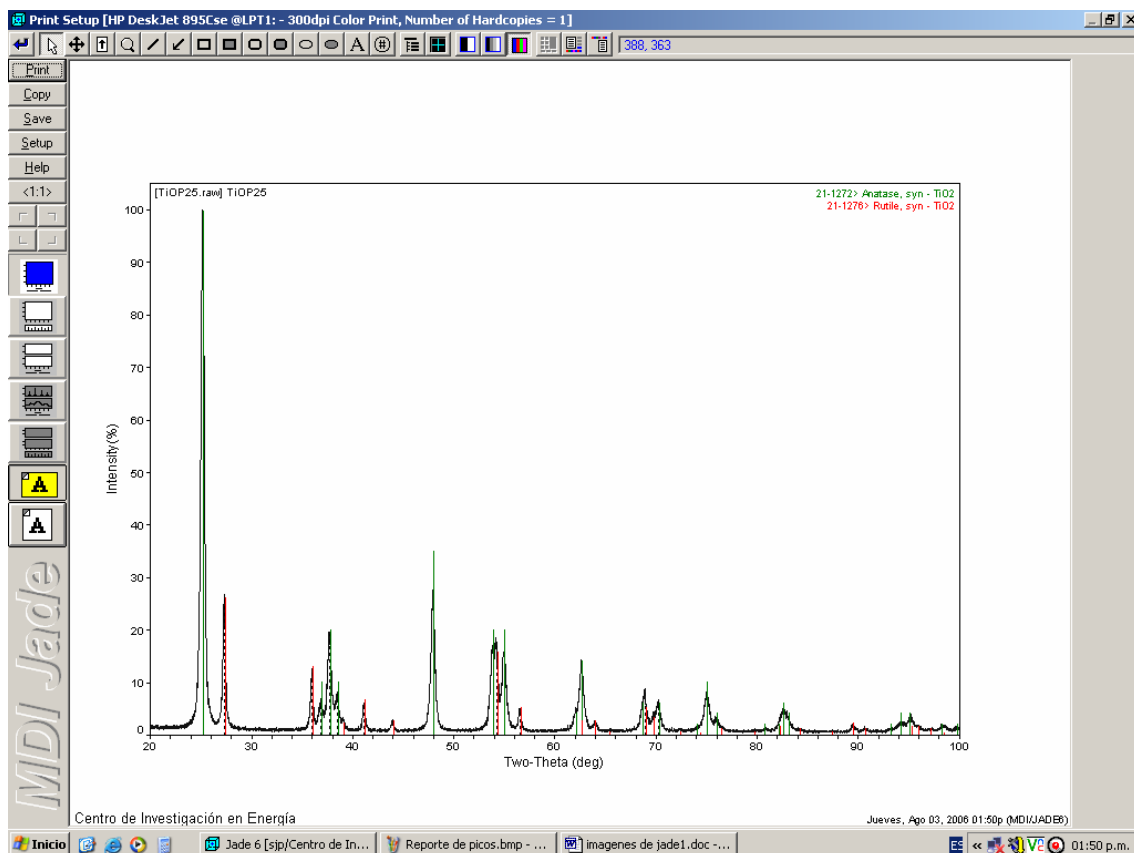
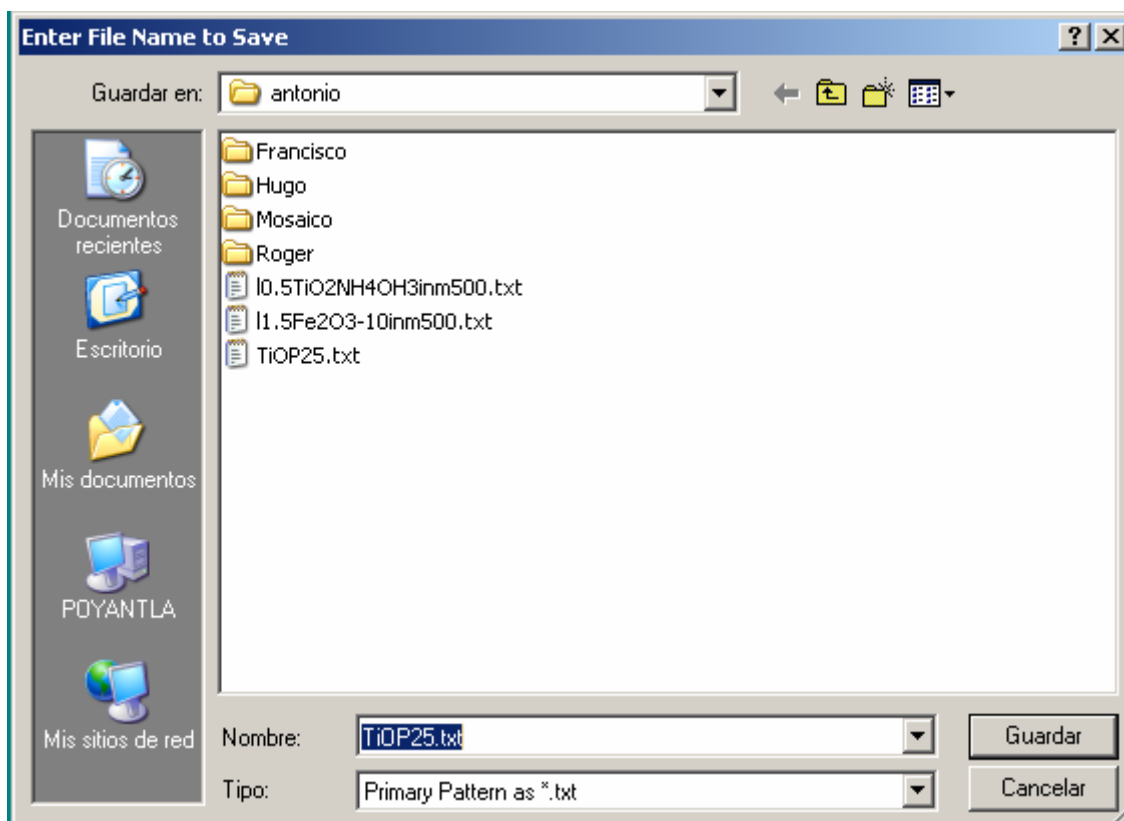




Figura 34. Ventana para la impresión de patrones de difracción.

- xix. Para Guardar el archivo en \*.txt ir al menú principal, elegir *File* escoger la opción *Save* seleccionar *Primary Pattern as \*.txt*. Al ejecutar este comando se guarda el archivo en la carpeta de trabajo; si se desea guardar el archivo en un diskett realizar el procedimiento nuevamente para que aparezca la ventana de diálogo *Enter File Name to Save*, se elige el directorio y se presiona el botón guardar, como se observa en la figura 35.



**Figura 35.** Ventana de dialogo para guardar un archivo \*.txt en un diskett.

- xx. Para imprimir la tarjeta PDF dar un clic sobre el icono , aparecerá la ventana de dialogo del PDF con su respectivo número de identificación como mostrado en la figura 36. Para obtener una copia impresa del PDF, presionar sobre el icono .

PDF#21-1276: QM=Star(S); d=(Unknown); I=Diffractometer

Reference Lines(38) PDF2

Rutile, syn (Rutile) (White)

Ti O2

Radiation=CuKα1 Lambda=1.54056 Filter=  
 Calibration=Internal(W) 2T=27.446-155.856 I/c(RIP)=3.40  
 Ref. Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, v7 p83 (1969)



Tetragonal - Powder Diffraction, P42/mnm (136) Z=2 mp=  
 CELL: 4.5933 x 4.5933 x 2.9592 <90.0 x 90.0 x 90.0> P.S=tP6 (O2 Ti)  
 Density(c)=4.250 Density(m)=4.230 Mwt=79.90 Vol=62.43  
 Ref. Ibid.

F(30)=106.6(.0088,32/0)

Strong Lines: 3.25/X 1.69/6 2.49/5 2.19/3 1.62/2 1.36/2 1.35/1 0.82/1 2.05/1 1.48/1

NOTE: No impurity over 0.001%. Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, NJ, USA. Pattern taken at 25 C. Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C. Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., 1555. Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: R3R%=20.3, Disp.=Std., VHN100=1132-1187, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF. Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns. Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed. Validated by calculated pattern. Naturally occurring material may be reddish brown.

**Figura 36.** Datos de la tarjeta PDF 21-1276.

Para Guardar el archivo pdf de la base de datos oprimir el icono , presionar sobre el icono de guardar  e inmediatamente se desplegará la ventana *enter file name to save* e indicar en donde se desea guardar el archivo, tal como se muestra en la figura 37.

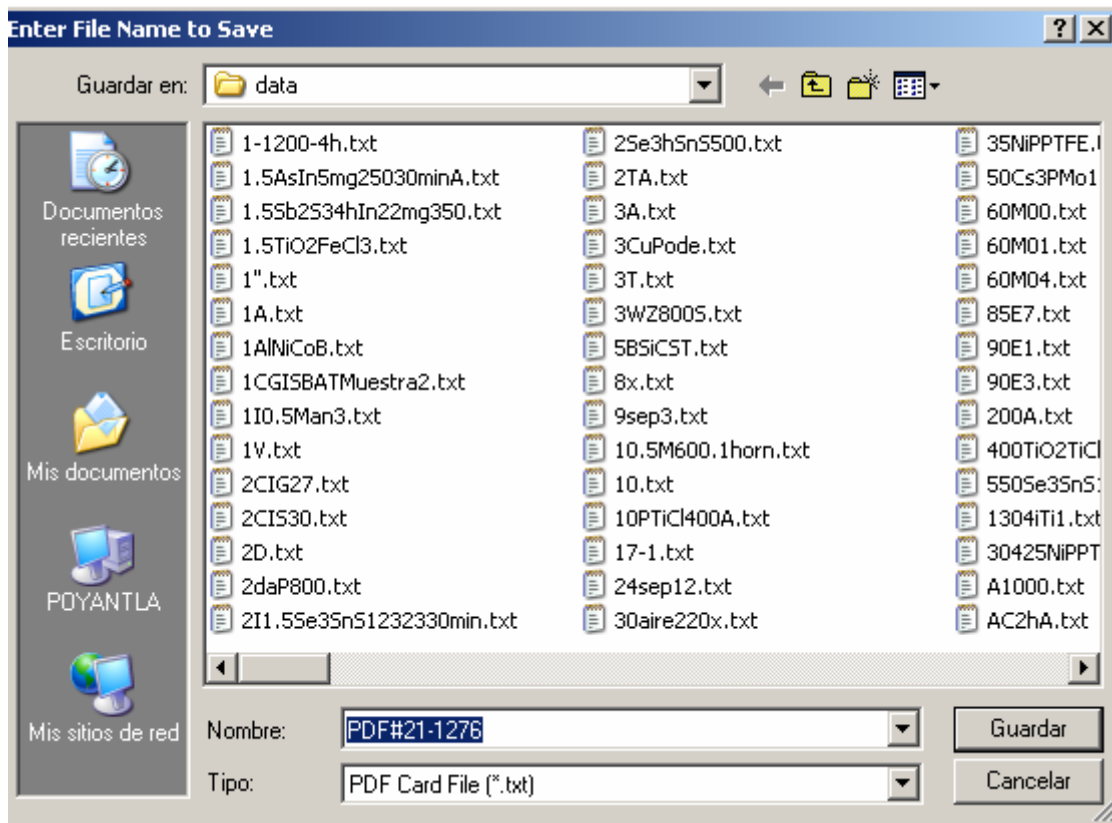



Figura 37. Ventana para guardar una tarjeta PDF.


## 7. Rutina de apagado del equipo DMAX 2200

### a) Apagado automático de la lámpara de rayos-X.

- a) Cerrar la carpeta “*edit condition*”, “*standar measurement*”, es importante **no guardar** los cambios.
- b) Cerrar la carpeta rigaku.
- c) Si en la ventana XG Control Rint 2200 Target: Cu se observa que las barras indicadoras de voltaje y corriente aparece 20 KV y 2mA como se muestra en la fig. 38, esto indica que la lámpara de rayos-X se puede

apagar presionando sobre el icono  después de unos segundos el

foco del icono  cambia a verde como se presenta en la figura 39.

Al presionar sobre el icono  se apaga el interruptor del tablero de encendido de la lámpara de rayos-X.

- d) Si en la ventana XG Control Rint 2200 Target: Cu, se observa que las barras indicadoras de voltaje y corriente aparece 40 kV y 40 mA, se activa el programa de enfriamiento “*cool down*” que se encuentra en *property*, el cual esta en el menú *opcion*. Cuando en las barras indicadoras de voltaje y corriente aparece 20 kV y 2 mA indica que el

programa de enframamiento de la lámpara de rayos-X ha terminado de ejecutarse como se presenta en la Fig. 38. después de esto se realiza el procedimiento del inciso c.

e) Cerrar el icono de Measurement Server.

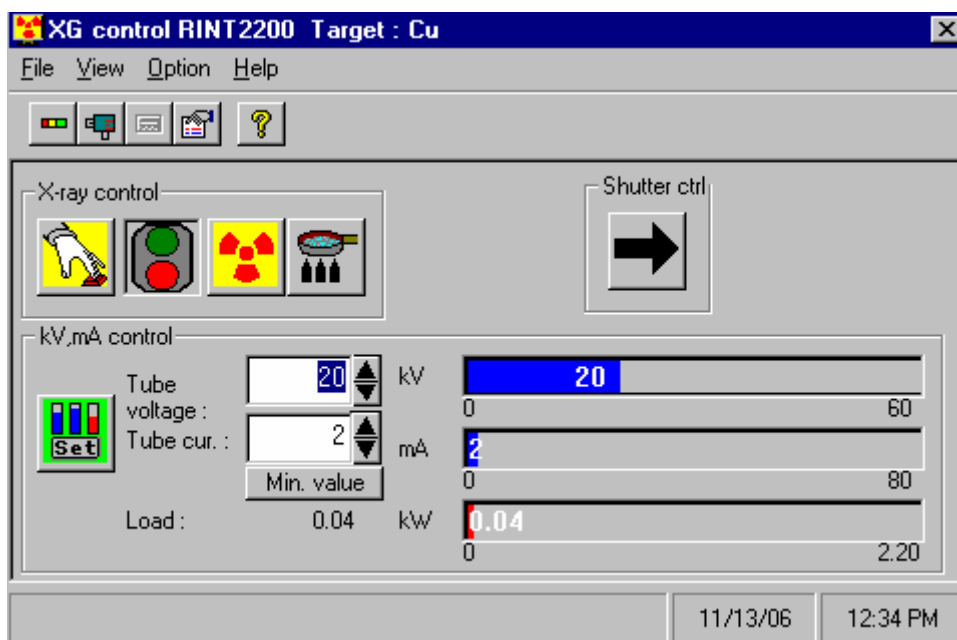


Figura 38. La lámpara de rayos-X se puede apagar.

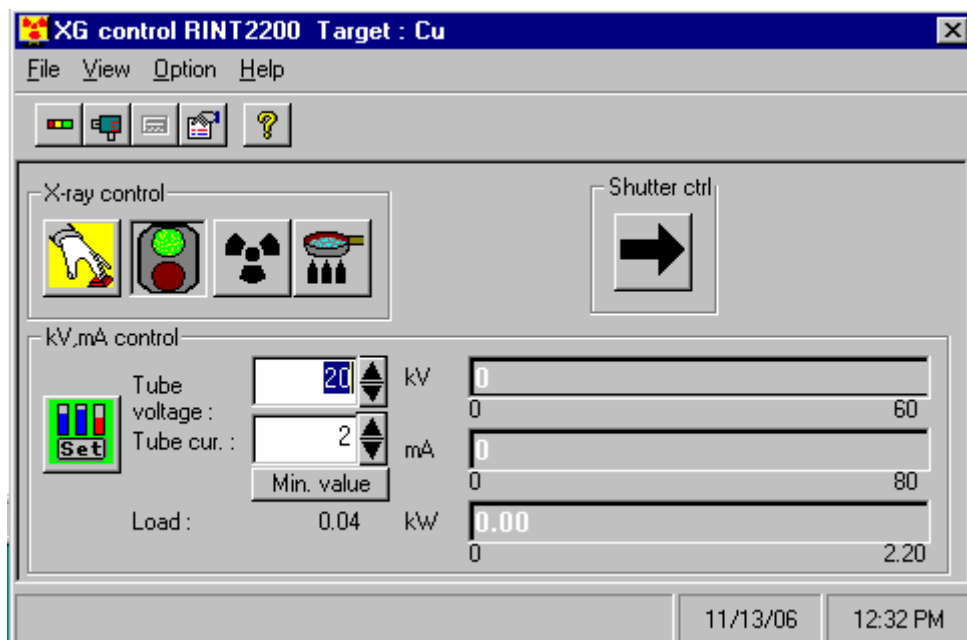


Figura 39. La lámpara de rayos-X se ha apagado.

**b) Apagado manual de la lámpara de rayos-X.**

- a) Bajar manualmente el voltaje y la corriente del tubo de rayos-X (20kV y 2 mA).
- b) Apagar manualmente el interruptor de la lámpara de rayos-X en el tablero de encendido.
- c) Apagar manualmente el interruptor del tablero de encendido de la lámpara de rayos-X.

**c) Apagado del equipo DMAX 2200**

- a) Desactivar manualmente el interruptor de la fuente de poder del generador de alto voltaje.
- b) Desactivar manualmente el interruptor elb1 de 15 A.
- c) Desactivar manualmente el relevador elb2 de 50 A
- d) Apagar el interruptor del regulador de alto voltaje.
- e) Esperar 15 minutos a que se enfríe el filamento de la lámpara de rayos-X.
- f) Apagar el interruptor del sistema de recirculación de agua para enfriamiento de la lámpara de rayos-X.

**d) Apagado de la computadora**

- a) Si hay alguna ventana abierta se debe de cerrar
- b) Seleccionar en el icono "inicio", "apagar el equipo".
- c) Esperar que la computadora guarde los archivos y que envíe el mensaje "apagar equipo".
- d) Apagar el interruptor del tablero general.

## Bibliografía

1. Rigaku. Instructions manual. Rigaku Corporation, Third Edition: October 19, 1998.
2. Materials Data JADE XRD Pattern Processing. MDI Materials Data. 1999.
3. B.D. Cullity. Elements of X-ray Diffraction. 2<sup>nd</sup> Edition. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. London, Amsterdam, Ontario, Sidney. 1978.
4. Ch. Kittel. Introduction to solid State Physics. Sixth edition. John Wiley & Sons. N.Y., Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore. 1986.
5. R. Jenkins and R. Zinder, Introduction to X-ray Powder Difrattometry, John Wiley & Sons, INC. 1996.
6. F. Cruz Gandarilla, G. Cabañas Moreno y M. Ortega Avilés, Aplicaciones de la difracción de rayos-X a materiales policristalinos, Sociedad Mexicana de Cristalografía. 2005.
7. J. Bermúdez – Polonio, Métodos de difracción de rayos-X principio y aplicaciones, Ediciones Pirámide, S. A. Madrid, 1981.