



CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN ENERGÍA



Manual Básico de Operación del equipo de Difracción de Rayos-x Rigaku modelo DMAX 2000

**Antonio Jiménez González, P.K. Nair, Verónica
Estrella y Airel Núñez**

**Centro de Investigación en Energía
- UNAM -**

**Versión preliminar
Marzo del 2003**

Contenido

- a) El equipo de difracción de rayos-x DMAX 2000
- b) Radiación de frenado y fluorescencia rayos-x
- c) Producción rayos-x
- d) Lámpara de rayos-X
- 3. Principios elementales de difracción de rayos-x
 - e) Estructura cristalina y espacio recíproco
 - f) La ley de Bragg
 - g) Distancia entre planos cristalinos para estructuras cristalinas básicas
 - h) Recomendaciones a los usuarios antes de utilizar el equipo de difracción de rayos-x.
 - i) Cuidado de la lámpara de rayos-x.
 - j) Uso razonable y eficiente del equipo
 - k) Proceso de encendido del equipo de Difracción de Rayos-X DMAX 2000
 - l) Alimentación general al equipo DMAX 2000
 - m) Encendido de la lámpara de rayos-x
 - n) Encendido de la PC
 - o) Lentes monocromadoras fijas
 - p) Cambio de rejillas
 - q) Toma de datos
 - r) Rutina de medición XRD
 - s) Tiempo de vida útil de la lámpara de rayos-x
 - t) Rutina de medición XRD (continuación)
 - u) Rutina de trabajo con el JADE 5.0
- 7. Proceso de apagado
 - v) Apagado del equipo DMAX 200
 - w) Apagado de la computadora y equipo
- x) Bibliografía

1. El equipo de difracción de rayos-x DMAX 2000

El difractómetro Rigaku modelo DMAX 2000 consta varias partes principales entre las cuales podemos distinguir el transformador y fuente de alto voltaje, la lámpara de rayos-x, el goniómetro, las rejillas monocromadoras, el detector de rayos-x y su computadora. La figura 1 muestra una vista general de este equipo, donde en la parte superior derecha se puede observar tres interruptores (focos) de seguridad en colores verde, amarillo y rojo, los cuales protegen eléctricamente la lámpara de rayos-x y avisan que shutters y lámpara están activados. En la parte superior de la figura 2 muestra una vista frontal del difractómetro donde se pone énfasis en el transformador de alto voltaje, cuya alimentación de voltaje presenta un switch térmico para su encendido en forma secuencial. La parte inferior izquierda de la figura 2 presenta una foto del tablero de encendido de la lámpara de rayos-x y de los sensores de seguridad del equipo. Por último, la parte inferior derecha de la figura 2 presenta una vista frontal de la fuente de alto voltaje y de sus interruptores respectivos.

La figura 3 muestra una fotografía del goniómetro. En esta fotografía se observa sus partes principales, esto es, la lámpara de rayos-x, el portamuestras, y el detector, etc. Dado que la lámpara de rayos-x proporciona radiación electromagnética del orden de los 10 keV, el equipo DMAX 2000 cuenta con varios dispositivos de seguridad, entre los cuales se tienen el blindaje 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 “microswitches” en las puertas de acceso y parte trasera del equipo. No obstante todas estas dispositivos de seguridad del equipo, es necesario que el usuario aprenda como trabajar con él, con el propósito de evitar posibles accidentes, daño del equipo y de alargar la vida útil del instrumento.



Figura 1. Diffractómetro DMAX 2000

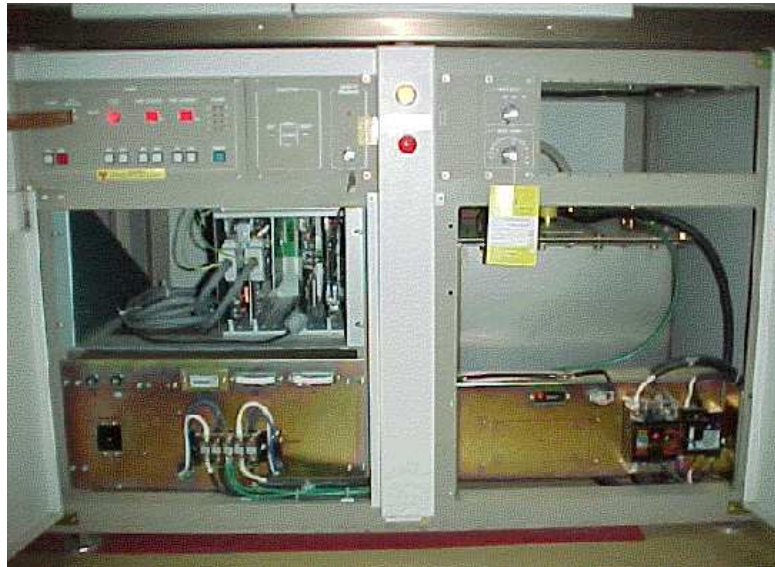


Figura 2. Vista frontal del difractómetro DMAX 2000

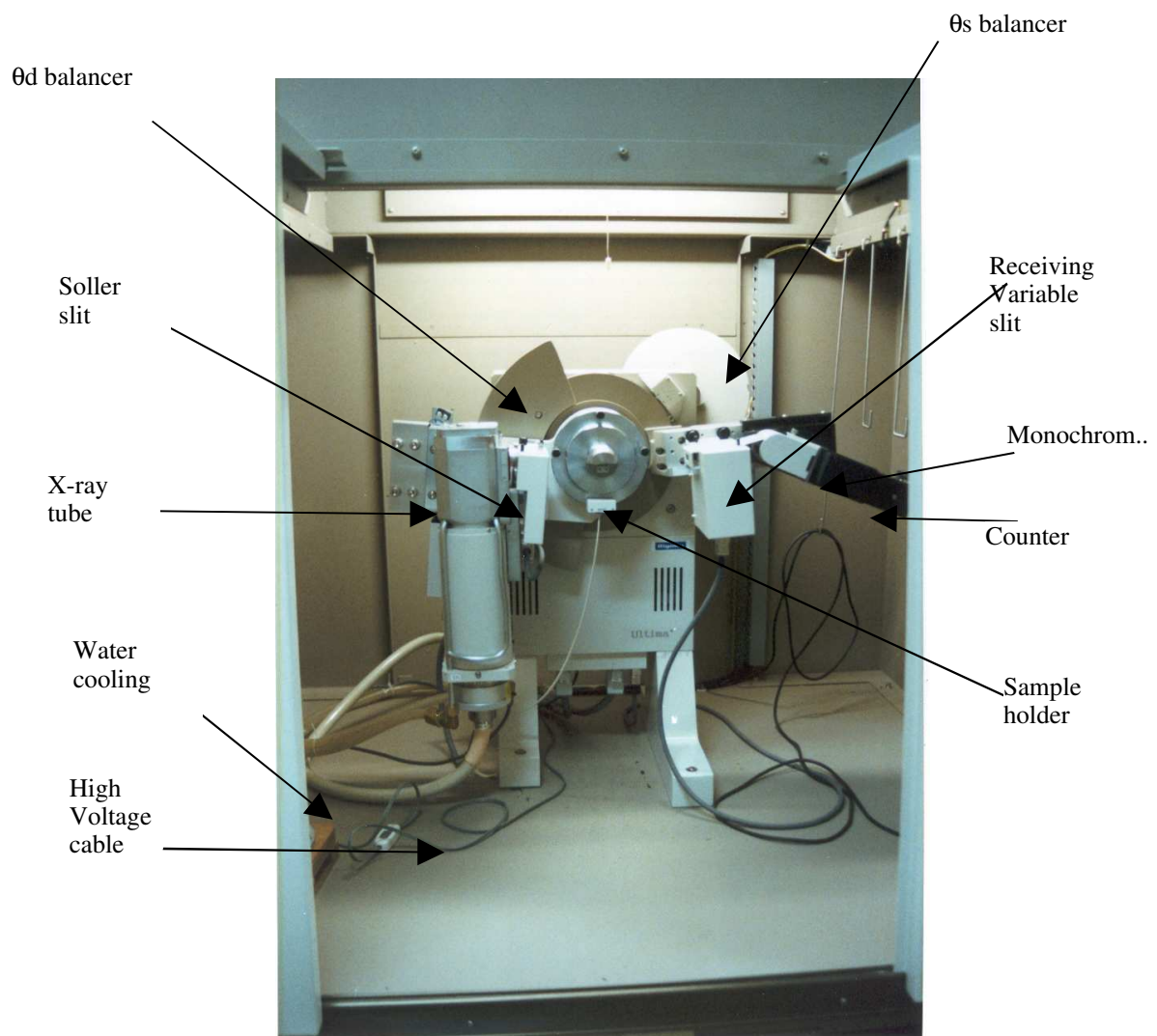


Figura 3. Goniómetro del equipo DMAX 2000

y) Radiación de frenado y fluorescencia rayos-x

a) Producción 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 tiene integrado una fuente de electrones (filamento de tungsteno o iridio-torio) y dos electrodos metálicos. En la parte trasera del cátodo, al cual se le hace un orificio, se coloca la fuente de electrones. Si un alto voltaje, entre 10 y 60 kV, es colocado entre estos electrodos, entonces el electrón es acelerado rápidamente hacia el ánodo (target), donde este es golpeado por los electrones de alta velocidad. Los rayos-x son producidos en el punto del impacto y radian en todas direcciones. 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. **Solo menos del 1%** de la energía cinética electrónica total se transforma en rayos-x.

La figura 4 muestra el espectro de radiación del molibdeno para diferentes voltajes entre electrodos. A medida que se incrementa el voltaje se incrementa la intensidad de los rayos-x emitidos. El ancho fondo continuo del espectro de radiación se denomina espectro de radiación de frenado o “bremsstrahlung”. Obsérvese que conforme se incrementa el voltaje el espectro de radiación se corre hacia longitudes de onda mas cortas y distíngase también la aparición de picos de intensidad característicos del blanco (target). Estas señales caen en varios conjuntos de líneas denominadas K, L, M, etc., siguiendo un orden en el cual la longitud de onda se incrementa. Para Mo, las líneas K tienen longitudes de onda de 0.7 Å, las L de 5 Å, y las M longitudes de onda mas grandes.

Existen varias líneas en el conjunto K, pero únicamente las más fuertes son observadas en trabajos de difracción. Así ellas son denominadas $K\alpha_1$, $K\alpha_2$, y $K\alpha_3$, cuyos valores de longitud de onda 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 5 muestra esto claramente en el espectro de radiación del Mo.

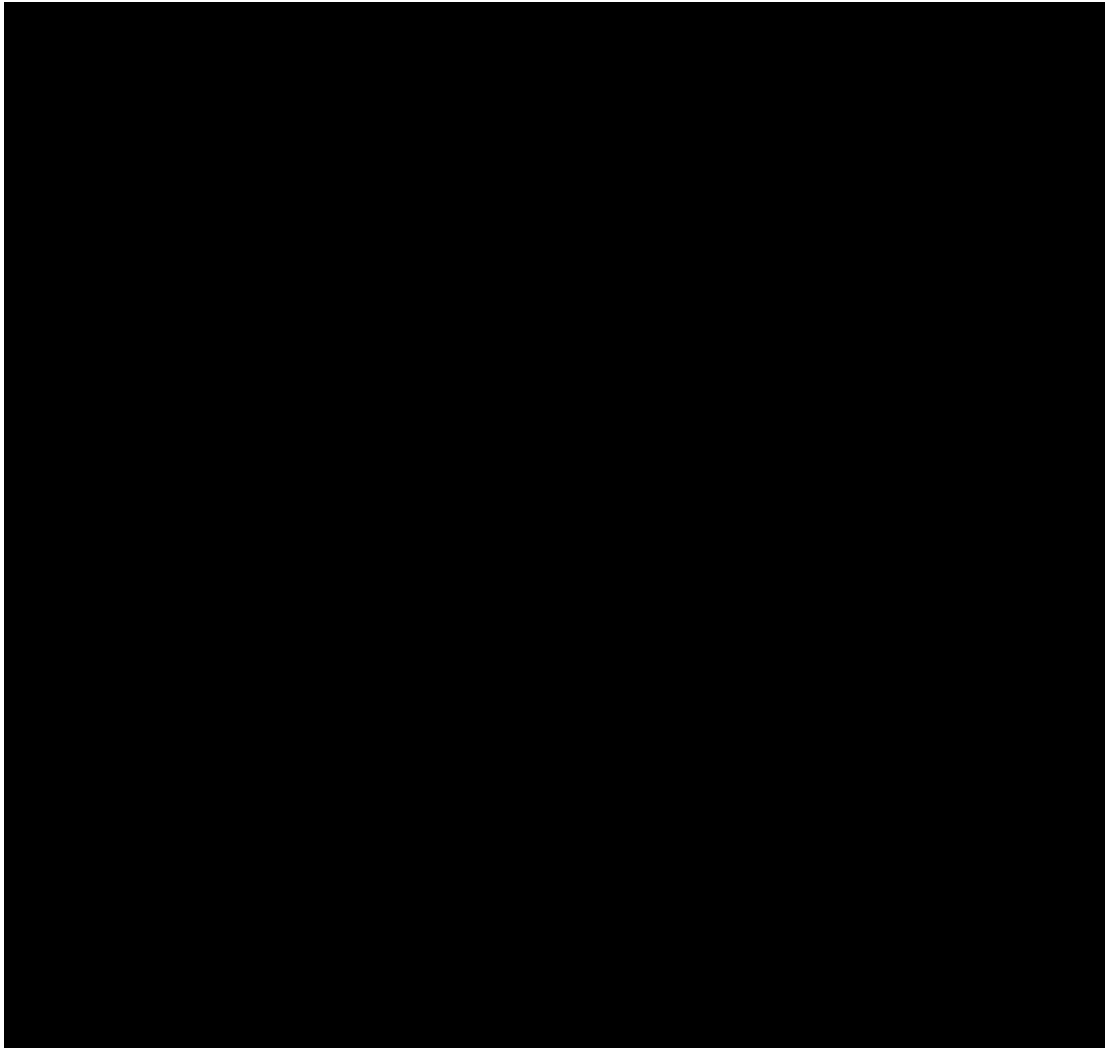


Figura 4. Espectro de radiación de frenado o “Bremsstrahlung” mostrando picos de radiación característicos $K\alpha$ y $K\beta$ de un ánodo de molibdeno

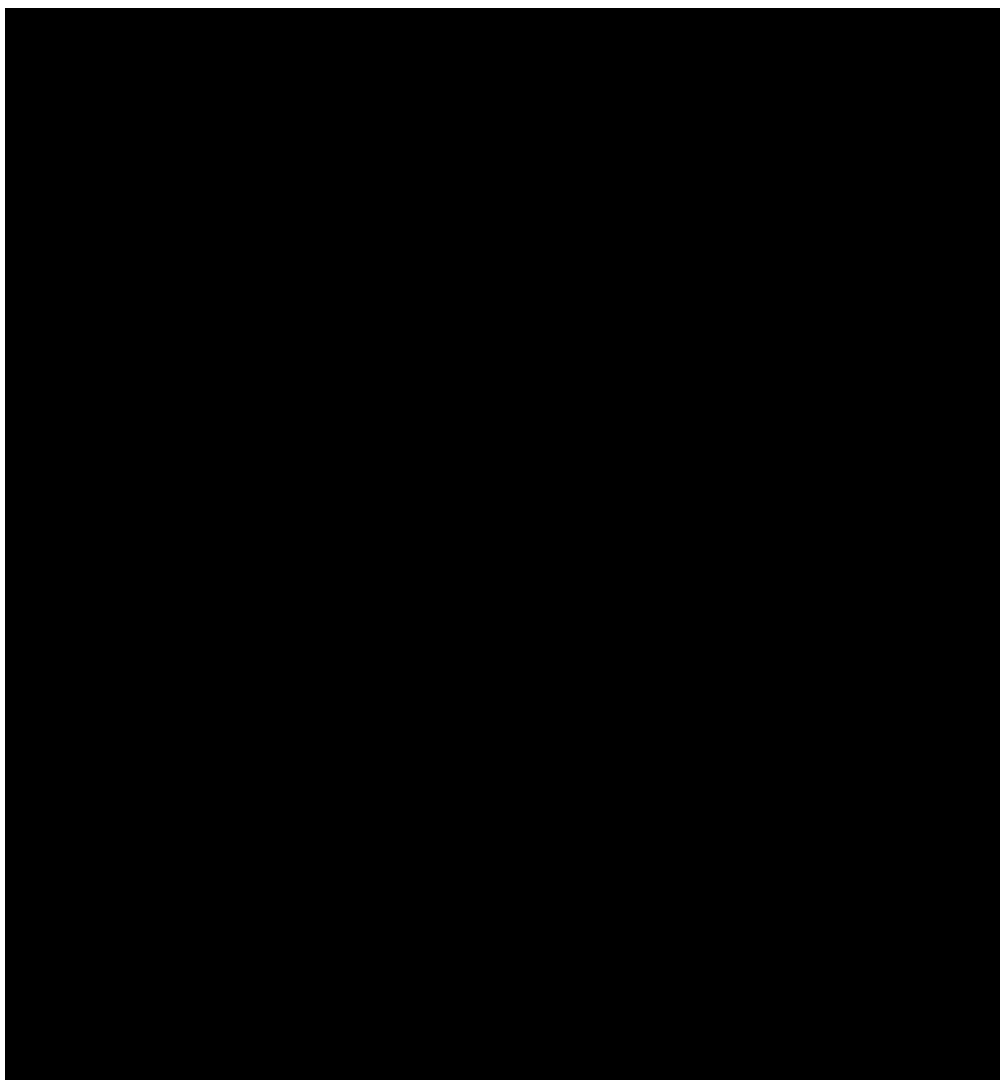


Figura 5. Espectro del Mo a 35 kV mostrando las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ no resueltas (izquierda) y el doblete $K\alpha_1$, $K\alpha_2$.

Para entender el fenómeno de producción de rayos-x, es necesario considerar que los electrones logran penetrar las capas electrónicas de los átomos del ánodo, hasta alcanzar los niveles electrónicos profundos y ionizarlos. 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 mas 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, el cual da lugar a las series de líneas $K\alpha$, $K\beta, \dots$.

La figura 6 muestra la de-excitación de niveles atómicos ionizados una vez que el átomo había sido ionizado. Asimismo la figura 7 muestra las transiciones electrónicas durante el proceso de de-excitación. Nótese que en la figura 6 se ha invertido la escala de energía en relación a la figura 7.

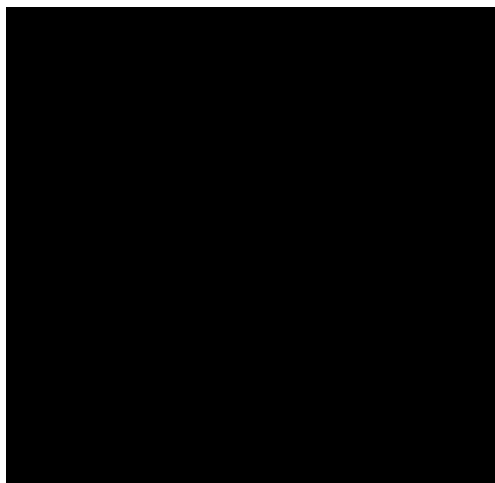


Figura 6. Transiciones electrónicas en un modelo atómico durante el proceso de de-excitación.

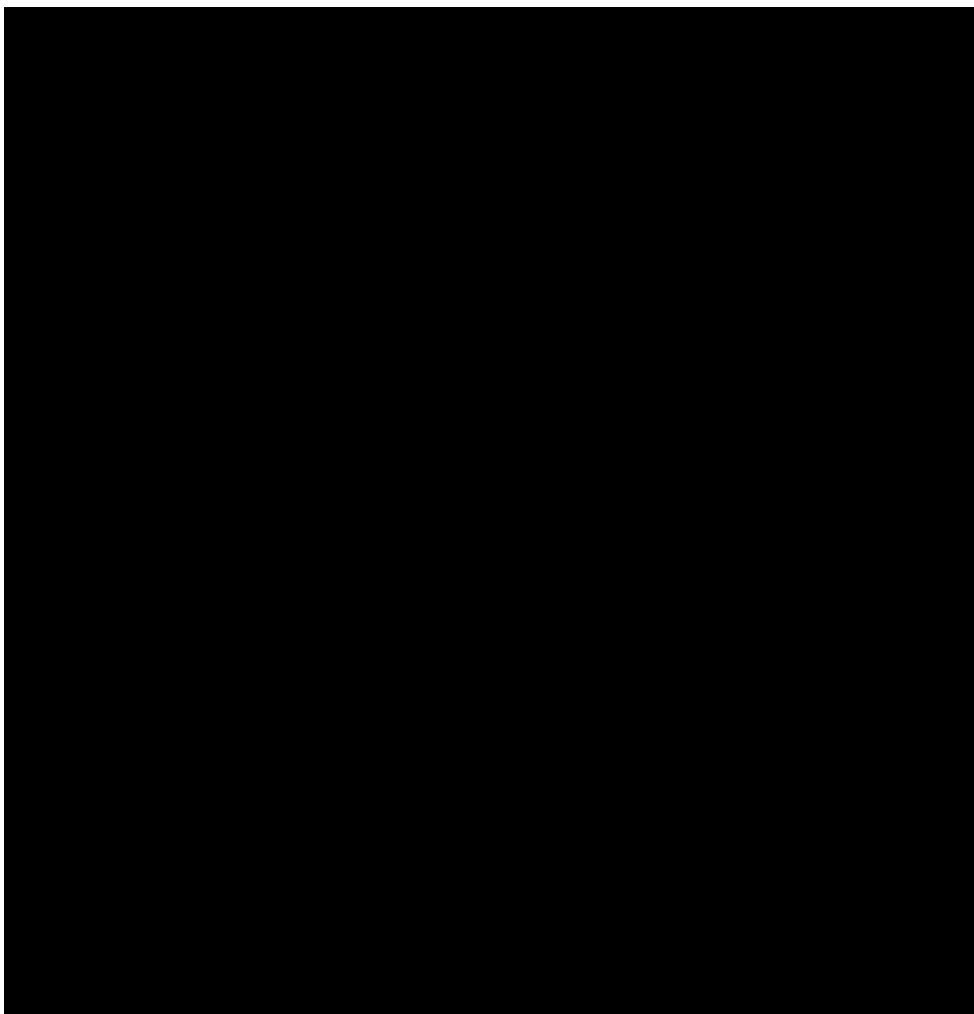


Figura 7. Transiciones electrónicas durante los procesos de excitación y de-excitación.

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 cantos de absorción L_{III} de diferentes materiales utilizados como ánodos en tubos de rayos-x. En el caso del difractómetro DMAX 2000, 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.

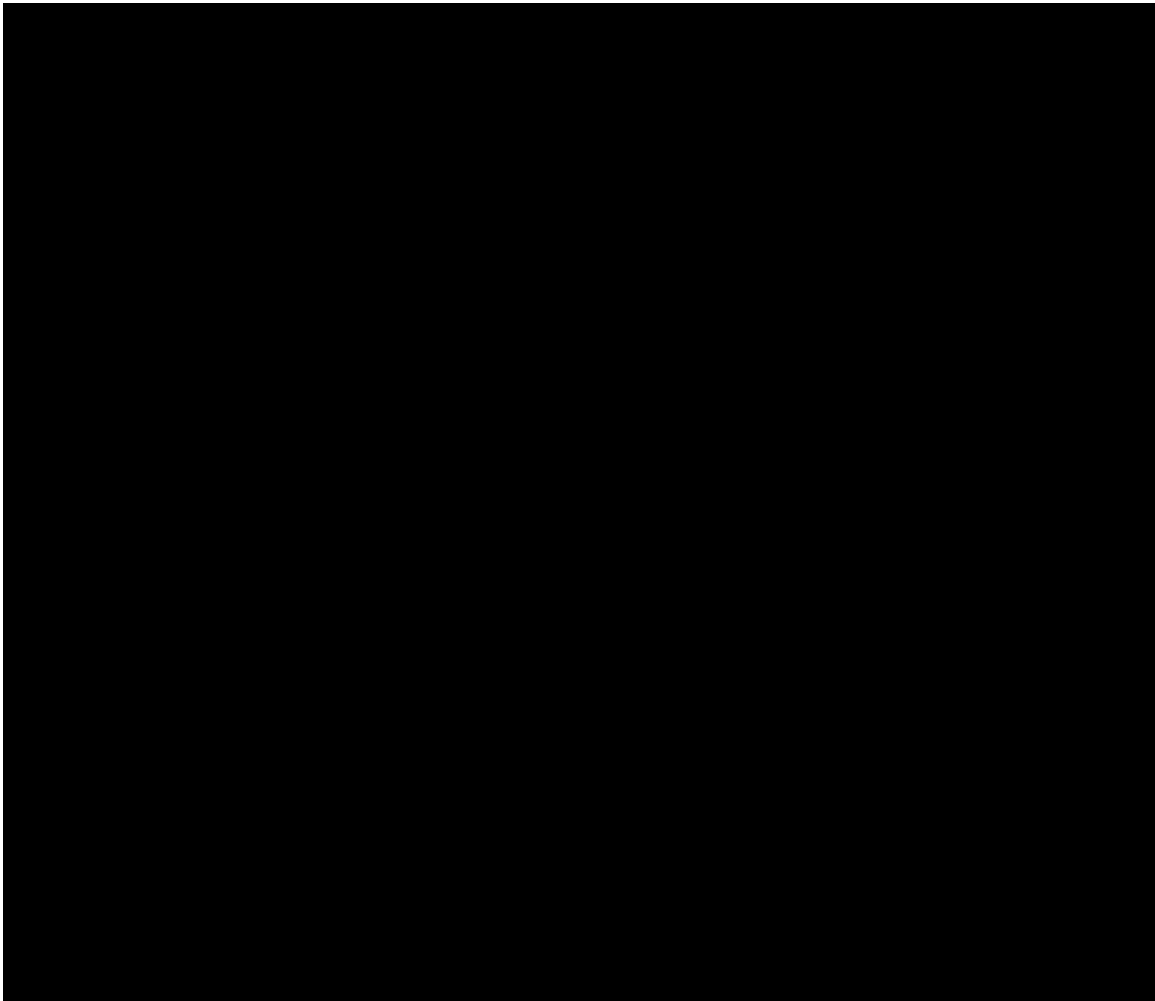


Tabla 1.

z) Lámpara de rayos-X

La figura 8 muestra un tubo o lámpara de rayos-x. Un tubo de rayos-x contiene principalmente a) una fuente de electrones (filamento caliente emisor de electrones), b) alto voltaje de aceleración y c) blanco (target) metálico. El tubo de rayos-x debe ser evacuado (1×10^{-7} torr) para evitar la corrosión del filamento emisor de electrones.



Figura 8. Lámpara de rayos-x



Figura 9. Corte transversal de una lámpara de rayos-x mostrando sus partes componentes.

La figura 9 muestra una sección transversal del tubo de rayos-x. 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 2000. Dado que la potencia de disipación de la lámpara a los máximos valores de operación permitidos (50 kV, 60 mA) sería de 3000 Watts, para evitar calentamiento y corrosión del ánodo, este se debe de enfriar normalmente con agua. Cuando la lámpara está en buenas condiciones se tiene un gasto de potencia de 1600 Watts, correspondientes a condiciones de operación normales (40 kV; 40 mA). Para filtrar la radiación de frenado o incoherente se utilizan ventanas de berilio.

3. Principios elementales de difracción de rayos-x

aa) Estructura cristalina y espacio recíproco

Un cristal es un arreglo periódico tridimensional de átomos o grupos de átomos. Dicho cristal es capaz de ser reproducido mediante la superposición de celdas denominadas bases, las cuales son constituidas por átomos. A la abstracción matemática de un cristal, esto es, al arreglo de puntos en el espacio (localizados por medio de vectores de posición) se le denomina la red cristalina, la cual representa las posiciones de los átomos a temperatura $T = 0$ K, es decir, la red representa las posiciones de los átomos en su estado de reposo. Para construir la red cristalina es posible elegir celdas (construidas por puntos), las cuales por superposición (ó translación) sucesiva reproducen la red cristalina.

Los vectores de posición con que se puede reproducir 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. Los vectores $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$ y $\mathbf{c}$ generan la red cristalina en el espacio real. Entonces es fácil comprender que un cristal (o estructura cristalina) es reproducido por la red cristalina y su base de átomos correspondiente. 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 importantes 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.

bb) La ley de Bragg

En un experimento de difracción de rayos-x, como el mostrado en la figura 10, 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 ν y su longitud de onda λ durante la difracción y que el haz de luz solo cambio de dirección de tal forma que el ángulo de incidencia es igual al ángulo de difracción cuando estos son medidos a partir de el 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 y en el lugar donde se coloca el detector interferirán constructivamente.

Cuando la luz es difractada por otro plano y se cumple allí 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.

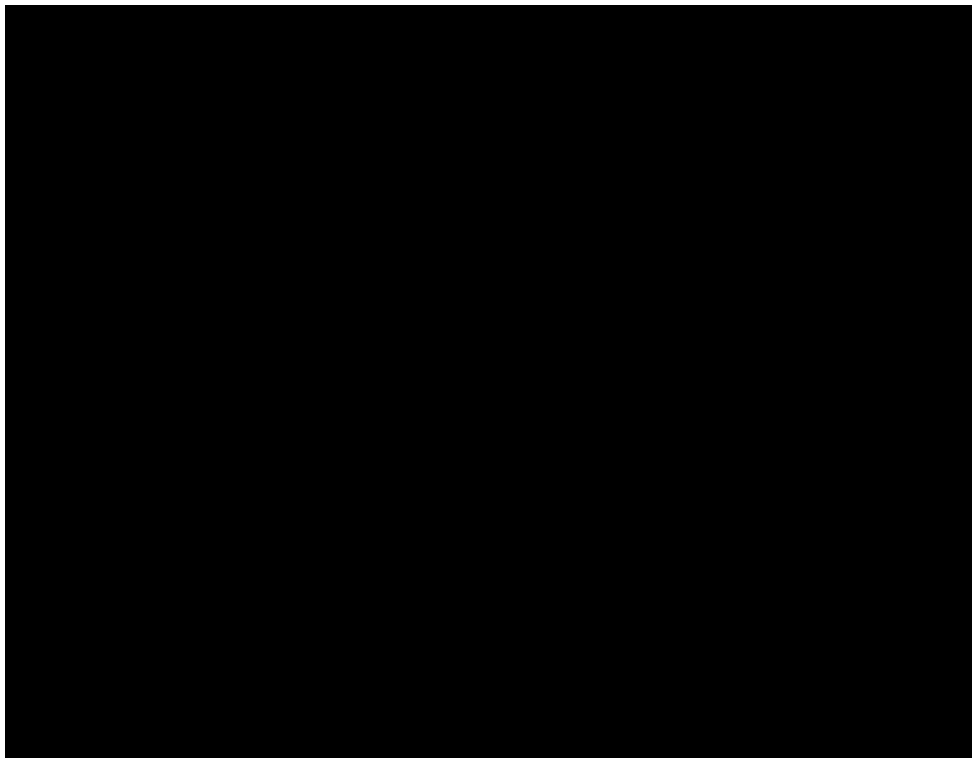


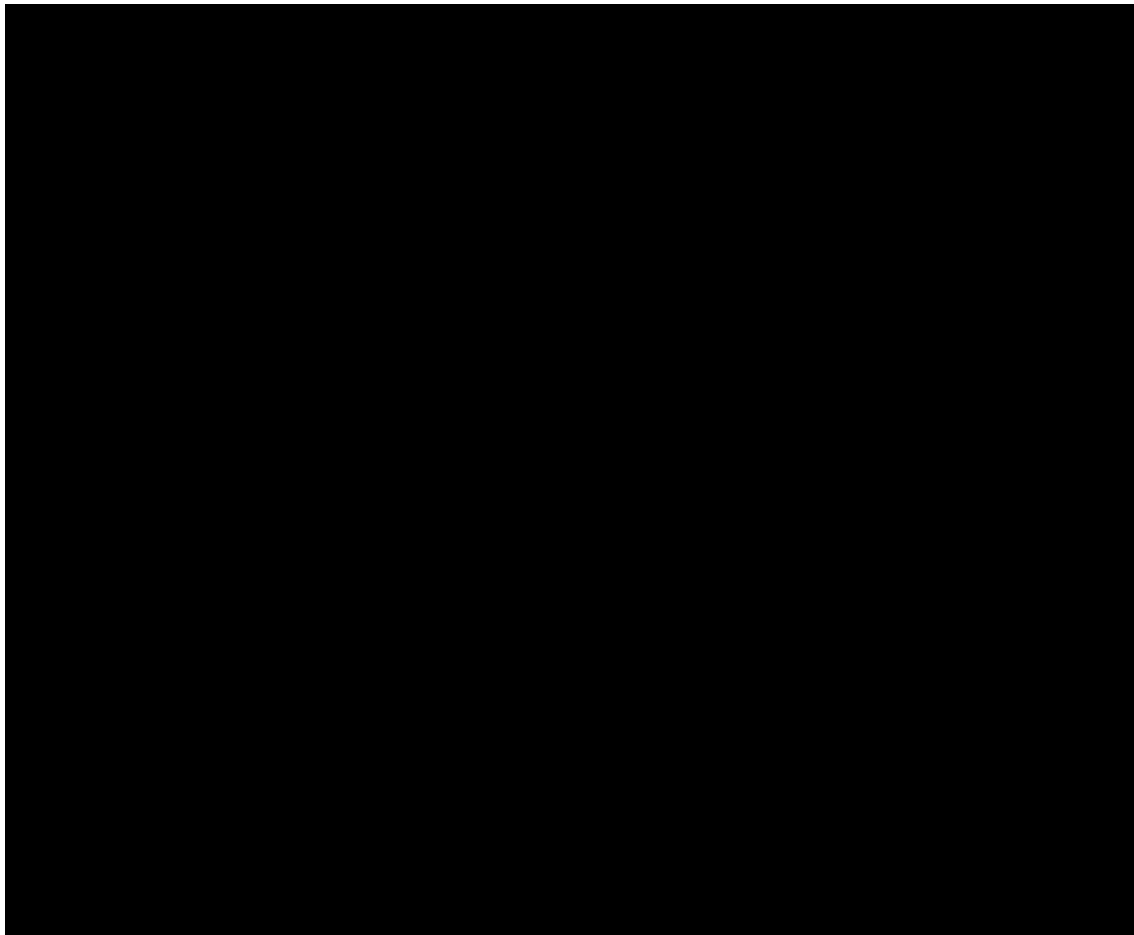
Figura 10. Difracción de haces por planos (001) para estructuras ortorómbicas a) centrada en la base y b) centrada en el cuerpo.

c) Distancia entre planos cristalinos para 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 a , b , y c están dados como sigue (y donde los S_{ij} son funciones de a , b y c , es decir, $S_{ij} = S_{ij}(a,b,c)$:



4. Recomendaciones a los usuarios antes de utilizar el 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 será utilizado de una manera mas eficiente.

cc)Cuidado de la lámpara de rayos-x.

Como anteriormente indicado, el tiempo de vida media de la lámpara de rayos-x es 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. Para ello en el capítulo 5c se explica detalladamente como proceder para establecer las mejores condiciones de la lámpara durante las mediciones.

dd)Uso razonable y eficiente del equipo

El criterio, experiencia, conocimiento y sensatez del usuario, son elementos necesarios para que el equipo DMAX 2000 pueda ser operado a 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:

- ee) Capacidad del equipo. El equipo DMAX 2000 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.
- ff) 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.
- gg) Las muestras que se analizan en el DMAX 2000 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).
- hh) Con base en los incisos anteriores, se recomienda encarecidamente a los usuarios utilizar su experiencia, criterio conocimiento, sensatez, etc. de la mejor manera posible durante sus mediciones. Ciertamente existen diferentes

criterios de procedimiento, a continuación se detallan algunos de ellos:

- ii) Cuando el usuario no conozca o tenga idea de la estructura a obtener utilice barridos rápidos (2θ) entre 15 a 24 grados por minuto en un amplio rango angular: 2θ entre 10 y 70 °.
- jj) 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 concentraciones, dependencia con otros parámetros, 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 reduce el tiempo de vida. Un uso de tiempo de medición indiscriminado consume la vida útil del instrumento.

Este tipo de errores son comúnmente cometidos por usuarios principiantes, que en muchos casos reservan el mayor tiempo de medición posible, midiendo con el equipo de rayos-x tantas muestras como son capaces de preparar.

Por lo anterior, se recomienda a los tutores revisar inmediatamente después de cada tiempo de medición, las mediciones de sus estudiantes usuarios para determinar si estas tienen sentido o no y en base a ello planear un uso mas eficiente del equipo.

- kk) En caso de descompostura del equipo de difracción de rayos-x avisar inmediatamente a los Drs. Antonio Jiménez, P.K. Nair, Oscar Gómez Daza o al jefe del Departamento de Materiales Solares, Dra. Shanta.

5. Proceso de encendido del equipo de Difracción de Rayos-X DMAX 2000

II) Alimentación general al equipo DMAX 2000

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

b) Encendido de la lámpara de rayos-x

- a) Encender el interruptor equipo de enfriamiento de la lámpara de rayos-x.
- b) Activar el interruptor del transformador de alto voltaje localizado a la izquierda del equipo DMAX 2000.
- c) Activar el interruptor principal de 15 Amp dentro del equipo de rayos-x (elb1).
- d) Activar el relevador de 50 Amp de la sección de potencia (elb2).
- f) Activar el interruptor de la fuente de poder.
- g) En el panel frontal izquierdo encender el interruptor principal de la lámpara de rayos-x.
- h) Encender el interruptor de potencia: aquí se activa el sensor de la bomba de agua y si no hay flujo se detiene el proceso.

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

c) Encendido de la PC

Encender el regulador de voltaje y posteriormente encender la computadora y esperar los 40 seg de estabilización de la misma. Introducir el "password" que te corresponde.

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

Nota: antes de entrar a la carpeta de rigaku asegúrese que el equipo DMAX este encendido como descrito en la sección 2.2.

d) Lentes monocromadoras fijas

Verificar que el equipo de rayos-x tenga la lente monoromadora adecuada. Esta lente enfoca el haz difractado hacia el detector. Se tienen dos tipos de lente de acuerdo al modo en que se va a medir: standar-bent o thin film-flat.

mm) Cambio de rejillas

- nn) Para colocar y cambiar una rejilla se debe utilizar su sostenedor (tornillo moleteado) metálico, nunca debe tocarse con las manos la rejilla.
- b) Se coloca la muestra, tratando de que la misma quede en el plano horizontal del semicírculo del portamuestras.
- c) Se cierra perfectamente la puerta del equipo y se procede a hacer la medición.

6. Toma de datos

a) Rutina de medición XRD

- a) Abrir la carpeta rigaku y seleccionar la carpeta "control".
- b) En la carpeta "control" activar el icono "measurement server" y se espera a que el recuadro que aparece en la parte inferior derecha del monitor inicialmente en color rojo cambie al azul. Esto indica que la comunicación entre PC y el DMAX 2000 se ha establecido. Cerrar carpeta de control.

Una vez establecida la comunicación, el "shutter" de rayos-x se activa automáticamente; el alto voltaje y la corriente de emisión y la medición son controlados desde la computadora.

- c) 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 declara el nombre del archivo personal y el nombre de la muestra (véase figura 11).

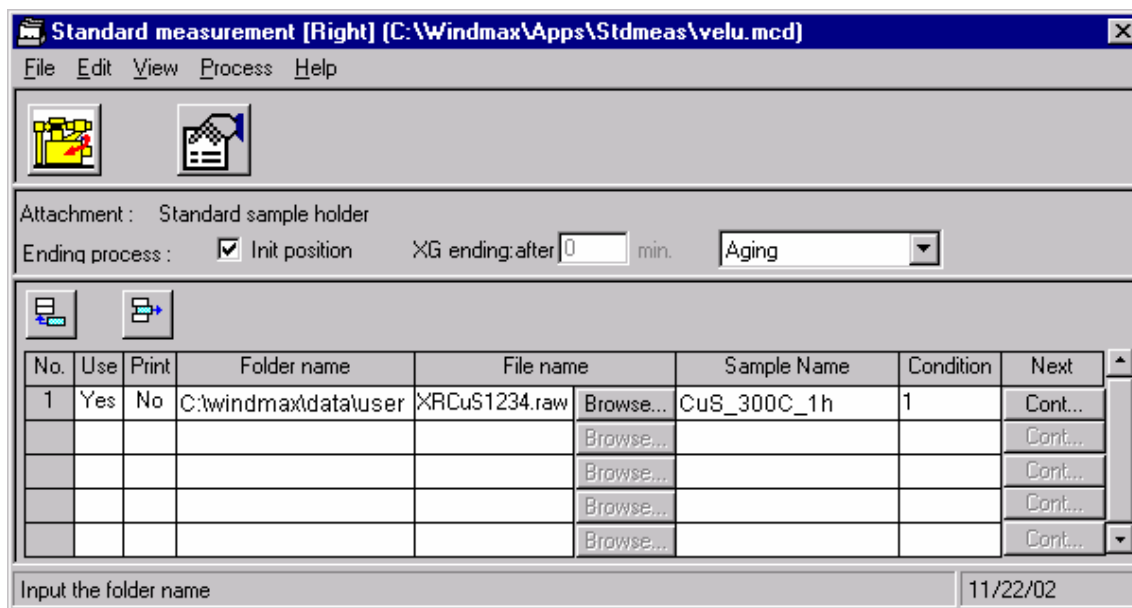


Figura 11.

Nota: Al final del nombre de la muestra se debe agregar la extensión “.raw”, (i.e. nombre.raw). Además se selecciona si la medición de XRD desea imprimirse.

b) Tiempo de vida útil de la lampara de rayos-x.

La lámpara de rayos-x tiene un promedio de vida útil de 3 años. De los usuarios depende si este promedio se alcanza o no y en el mejor de los casos se rebasa. Para ello es importante observar en la carpeta de “stándar measurement” que la lampara de rayos sea posicionada en la modalidad correcta:

- oo) 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.).
- pp) 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 lampara permanece encendida cuando se termina la medición pero a una potencia media (20 kV, 2 mA) que ayuda a preservar la vida de la lámpara.

iii) Elija “**present condition**” cuando se vigila la medición medición o cuando se realizan pruebas de calibramiento y barridos cortos, para lo cual no se tiene necesidad de encender o incrementar continuamente potencia de la lámpara.

c) Rutina de medición XRD (continuación)

qq) Para establecer las condiciones de medición, oprimir el botón



mostrado en la figura 11 ó el icono “process” y después el subicono “edit condition”, esto da como resultado la ventana mostrada en la figura 12. De preferencia se seleccionan parámetros preasignados por medio de un numero de carpeta y numeradas del 1 al 10 en la ventana “standard measurement”. Asegúrese de seleccionar el número de carpeta como elegido en el casillero “condition” en la ventana “standard measurement”. Los valores preasignados se refieren a la s condiciones de ángulo inicial, ángulo final, velocidad de barrido, alto voltaje y corriente de emisión.

Standard Measurement [Right]

File Edit Help

No.1 No.2 No.3 No.4 No.5 No.6 No.7 No.8 No.9 No.10 >>

Scan axis: 2Theta/Theta Method : Continuous Fixed unit: cps Detailed >>

No.	Use	Comment	Start angle	Stop angle	Sampling W.	Scan speed	kV	mA
1	Yes		10.000	70.000	0.020	4.000	40	40

10:51 AM

Figura 12.

Nota: i) De los números de ventana 1 al 3 se tienen parámetros preasignados para mediciones en modo “estandar” ó 2 θ / θ .

- ii) La carpeta número 4 contiene parámetros de medición en el modo de película delgada ó 2 θ .
- rr) Oprima en la barra de desplazamiento horizontal para acceder a las otras condiciones de medición. (Fig. 13). Una vez establecidas las condiciones de ángulo de incidencia y valores para rejillas estamos listos para empezar a medir.

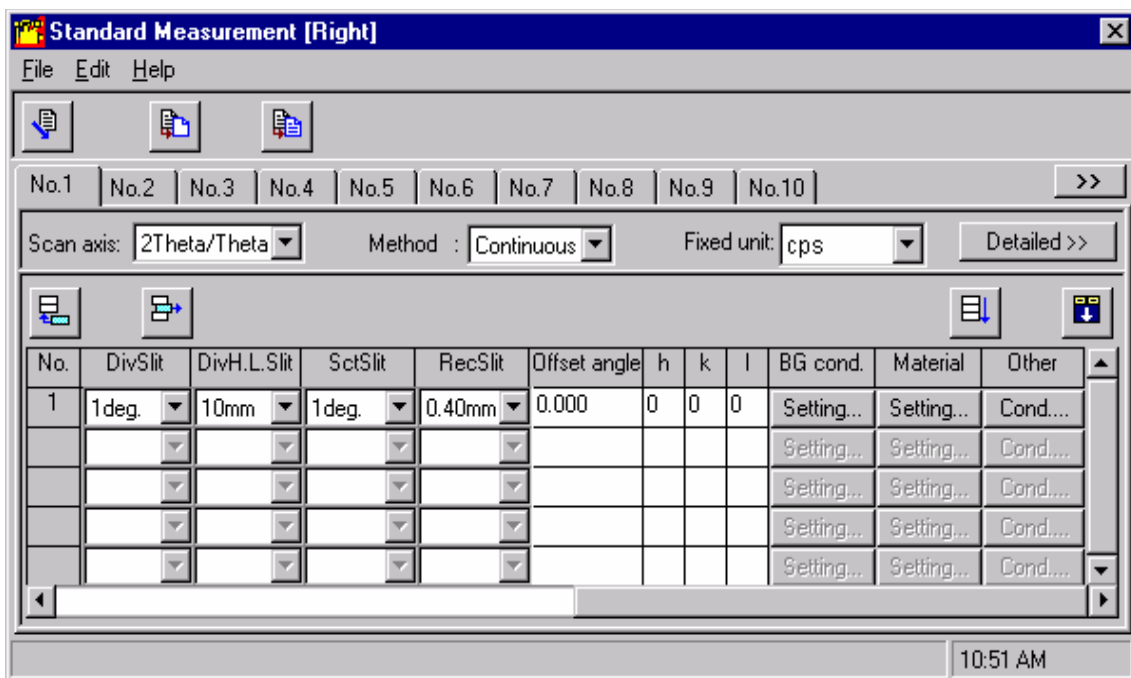


Fig. 13.

- c) Para ejecutar la medición, oprima el botón  ó seleccione el comando “process” y elja “execute measurement”. Inmediatamente aparecerá la ventana de inicialización de la 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 chance....”. 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.

ss) Al terminar la medición el archivo *.raw queda guardado en el folder indicado y listo para ser analizado en el paquete Jade.

d) Rutina de trabajo con el JADE 5.0

En la fig. 14 se muestra la ventana de inicio del programa de evaluación de datos JADE, donde los principales comandos son los siguientes:

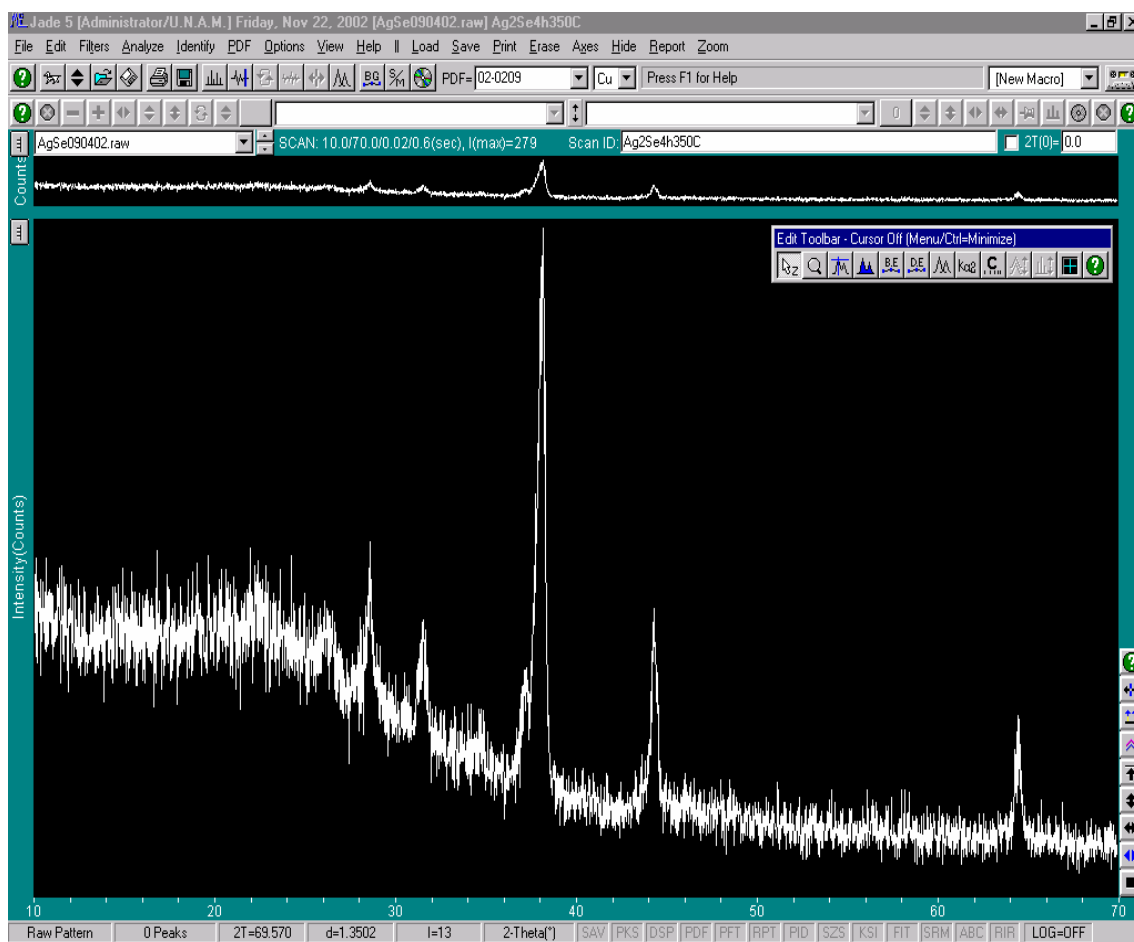


Fig. 14.

1. Abrir el archivo *.raw que queremos procesar con el icono . Ir a la opción *Filters* dar enter ↵, después *Smooth Pattern* ↵ para suavizar la gráfica. Botón izquierdo en , o botón derecho para abrir el cuadro de diálogo con las opciones de suavizar (fig.14 y 15).

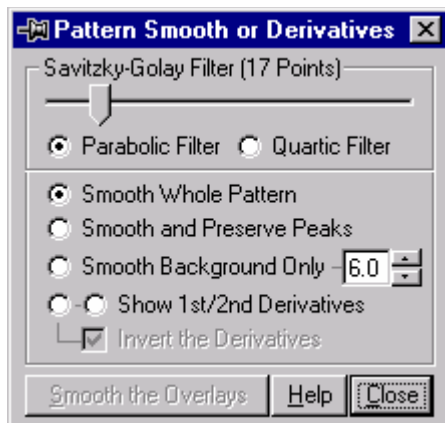


Fig. 15.

- tt) Ir a *Analyze* ↵, *Fit Background* ↵ (**F4**). Oprimir en  con el botón izquierdo, una vez aceptada la curva para el fondo, con el botón derecho para abrir el cuadro de dialogo de opciones de fondo (fig. 14 y 16), oprima el botón *Remove* ↵. Esta curva se puede editar moviendo con el cursor los puntos rojos, o adicionando puntos de ajuste oprimiendo con el ratón en cualquier parte de esta ventana, los cuales también se pueden mover. Puede eliminar un punto rojo haciendo click con el botón secundario sobre el mismo.

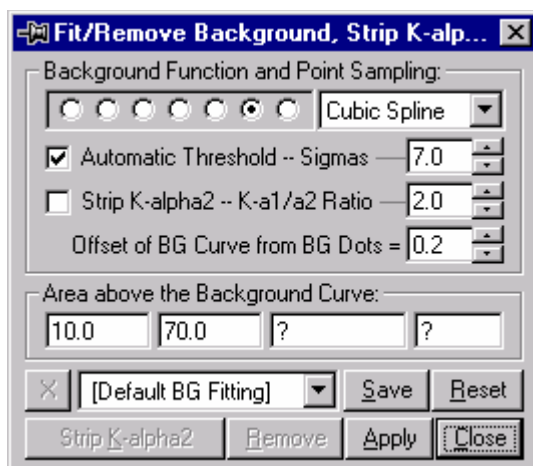


Fig. 16.

- uu) Localizar los picos mediante la opción *Analyze* ↵, *Find Peaks* (**F2**) ↵, aparece un cuadro de dialogo con los parámetros correspondientes, una vez establecidos oprimir *Apply*, luego

Close si no se va a hacer ningún cambio. Aparecen los principales picos del espectro marcados por líneas verticales discontinuas.

- vv) Para localizar el(los) estándar(es) ir a la opción *Identify* ↵, *Search/Match Setup* (F7) ↵, o el botón  con el botón izquierdo, o con el derecho para abrir el cuadro de diálogo con las opciones de búsqueda (Figs. 14 y 17). Aquí se pueden escoger los subgrupos de búsqueda marcando la casilla de verificación correspondiente bajo el cuadro *Subfile(s) to Search* ↵.

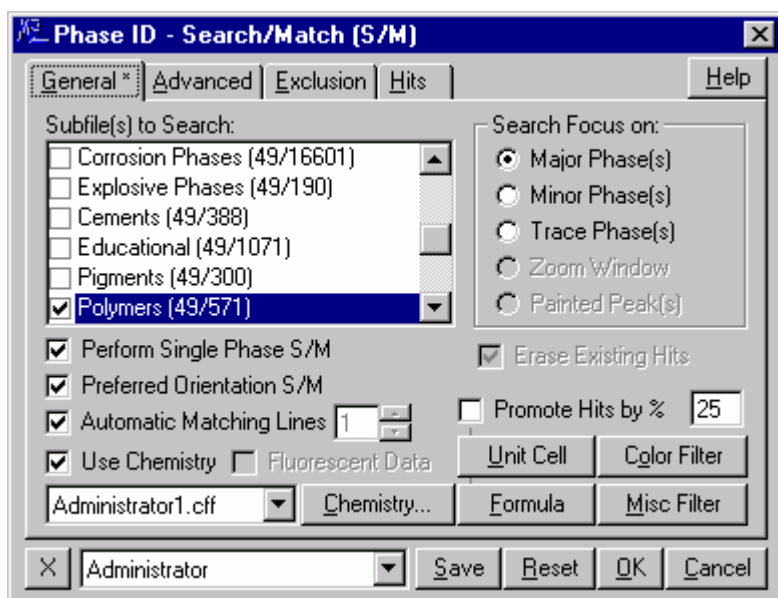


Fig. 17.

6. Oprimir el botón *Chemistry*, aparecerá una ventana con la tabla periódica para seleccionar los elementos químicos a incluir en la búsqueda (fig. 18), con las opciones:  - Possible, y  - Required Elements.

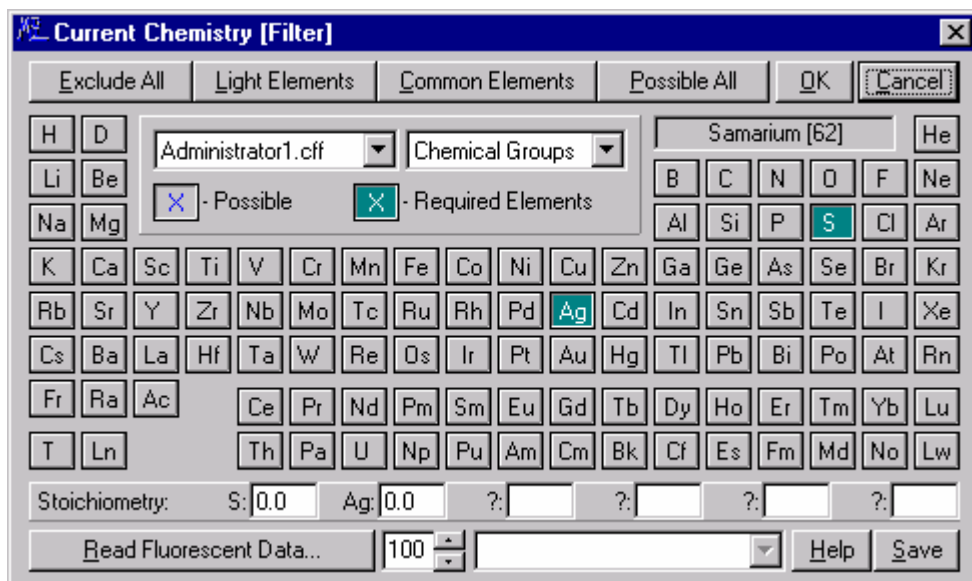


Fig. 18.

ww) **Proceso de apagado del equipo**

xx) **Apagado del equipo DMAX 2000**

yy) Pulsar el boton amarillo de la puerta. Cuando nos de la indicación (doble beep), abrir la puerta y sacar la muestra.

b) Apagar manualmente el interruptor de rayos-x .

c) Apagar manualmente el interruptor de potencia (sección panel rayos-x).

zz) Desactivar manualmente el interruptor de la fuente de poder.

aaa) desactivar manualmente el relevador de 50 a de la seccion de potencia (elb2).

bbb) desactivar manualmente el interruptor principal de 15 a. (elb1).

g) Apagar el interruptor de la circulación del agua de enfriamiento.

ccc) Apagar el interruptor del transformador de alto voltaje.

i) Apagar el interruptor del tablero general.

ddd)Apagado de la computadora y equipo.

- a) Sacar la muestra, con las medidas de seguridad antes indicadas.
- b) Cerrar la carpeta “edit condition”, “standar measurement”, es importante ***no guardar*** los cambios.
- c) Cerrar la carpeta rigaku.
- d) Seleccionar en el icono “inicio”, “apagar el equipo”.
- e) esperar que la computadora guarde los archivos y que envíe el mensaje “apagar equipo”.
- eee) Finalmente apagar y desenchufar el regulador de voltaje de la computadora e impresora.

8. Bibliografía

- fff) Rigaku. Instructions manual. Rigaku Corporation, Third Edition: October 19, 1998.
- ggg) Materials Data JADE XRD Pattern Processing. MDI Materials Data. 1999.
- hhh) B.D. Cullity. Elements of X-ray Diffraction. 2nd Edition. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. London, Amsterdam, Ontario, Sidney. 1978.
- iii) Ch. Kittel. Introduction to solid State Physics. Sixth edition. John Wiley & Sons. N.Y., Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore. 1986.