

**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y  
TECNOLÓGICA DIVISIÓN DE MATERIALES AVANZADOS**

**DIVISIÓN DE MATERIALES AVANZADOS**



**LABORATORIO DE INVESTIGACIONES EN NANOCIENCIAS Y  
NANOTECNOLOGÍA**



**Manual de Operación del difractómetro de rayos X  
D8 ADVANCE, BRUKER AXS**



## Índice

<b>Introducción.....</b>	<b>3</b>
<b>1.0 Fundamentos teóricos.....</b>	<b>4</b>
1.1 Principio físico de la tecnica de difracción de rayos X.....	4
1.2 Diseño del difractómetro.....	8
1.3 Equipo complementario.....	10
1.4 Equipo de computo y programas.....	11
<b>2.0 Operación del equipo.....</b>	<b>12</b>
2.1 Encendido del difractómetro.....	12
2.2 Preparación de la muestra.....	20
2.3 Portamuestras.....	21
2.4 Montaje de la muestra.....	21
<b>3.0 Análisis de la muestra.....</b>	<b>24</b>
3.1 Obtención de difractogramas.....	24
<b>4.0 Tratamiento de datos.....</b>	<b>27</b>
4.1 Programa EVA.....	27
4.2 Base de datos PCPDFWIN.....	28
<b>5.0 Apagado del difractómetro.....</b>	<b>29</b>

## Introducción

Este manual es una guía rápida para el uso del difractómetro de rayos X D8 ADVANCE BRUKER AXS. El objetivo del manual es ayudar al usuario con conocimientos básicos de la técnica, a montar correctamente la muestra para analizarla y obtener difractogramas de rayos X de polvos.

Este manual, no sustituye el contenido de los manuales de usuario de Bruker Advance X Ray Solutions, ni de los softwares complementarios (EVA, EXCHANGE y PCPDFWIN), es solo una herramienta para el correcto desempeño y funcionamiento del difractómetro. Para mayor profundidad se recomienda consultar los manuales de usuario antes mencionados. Este manual tampoco reemplaza los cursos de formación ni cubre todos los detalles de la técnica de difracción de rayos X, la cual requiere muchas horas de estudio y practica para dominarse al 100%.

El difractómetro de rayos X D8 Advance, puede ser utilizado para casi todas las aplicaciones de difracción de rayos X, como son la investigación de estructuras de una amplia gama de materiales, la identificación cualitativa y el análisis cuantitativo de compuestos cristalinos. Dentro de la información que nos proporciona la técnica de difracción de rayos X, se distinguen dos aspectos importantes: la posición de los picos en un difractograma, condicionada por el tamaño y forma de la celda unitaria del cristal, y las intensidades de los rayos difractados, que está íntimamente relacionado con la naturaleza de los átomos y con las posiciones que estos ocupan en la red cristalina. Por lo tanto, a partir de la difracción de rayos X es posible identificar el sistema cristalino de la muestra analizada y obtener información tridimensional acerca de la estructura interna del cristal. Esta técnica es ideal para muestras en polvo policristalinas, es decir, aquellas que presentan varios cristales diminutos con orientaciones completamente aleatorias.

## 1.0 Fundamentos teóricos

### 1.1 Principio físico de la técnica de difracción de rayos X

Una forma de producir rayos X es acelerando electrones desde un cátodo, por medio de alto voltaje y hacerlos incidir sobre un blanco metálico (ánodo), (como se ilustra en la figura 1). Los electrones acelerados que poseen suficiente energía, chocan con los átomos del metal utilizado como blanco removiendo electrones de los niveles internos, ocasionando que los electrones de los niveles superiores cubran los lugares vacantes, emitiendo fotones de rayos X como se muestra en la figura 2. Debido a que los rayos X tienen una frecuencia correspondiente a la diferencia de energía entre los dos niveles, también son llamados radiación característica. Los rayos X generados, se utilizan para bombardear una muestra para obtener su patrón de difracción de rayos X.

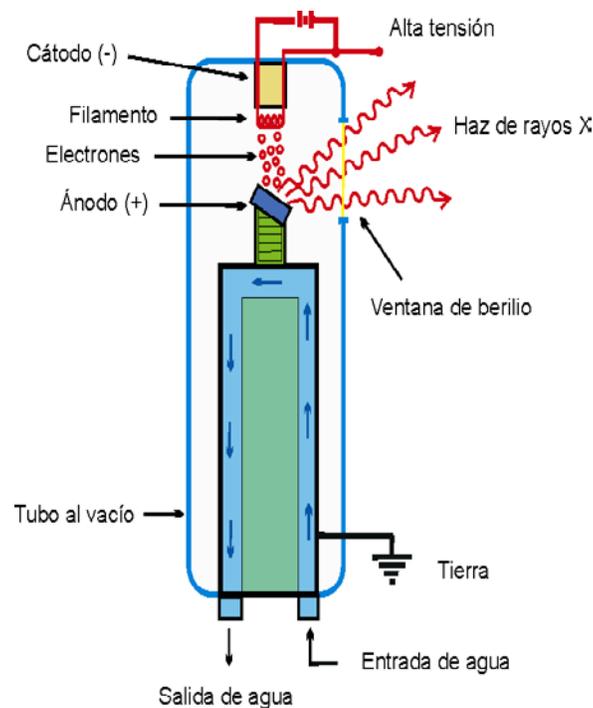
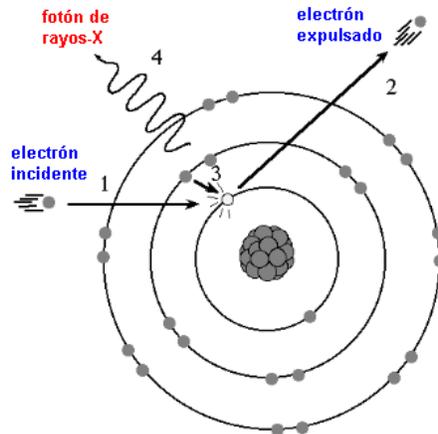


Figura 1. Tubo de rayos X.



**Figura 2. Generación de rayos X.**

Los rayos X incidentes en una muestra cristalina, cuyos átomos se encuentran agrupados de forma periódica y ordenada, son dispersados en todas direcciones, produciendo fenómenos de interferencia, tanto constructiva como destructiva. La mayor parte de las dispersiones crean interferencias de tipo destructivo, cancelándose entre sí.

Sin embargo, en determinadas condiciones, debido al orden periódico de los átomos, puede ocurrir que las ondas dispersadas se encuentren en fase y se refuercen mutuamente dando origen al fenómeno de **difracción**. Esto se cumple cuando los rayos X difractados por planos paralelos separados por una distancia “d”, presentan una diferencia de camino recorrido igual a un entero de la longitud de onda del haz incidente como se presenta en la figura 3. Esto se traduce matemáticamente como **la ley de Bragg** que se muestra en la figura 3.

La probabilidad de que la interferencia sea constructiva sería muy pequeña, si no existiera el hecho de que los átomos de los cristales están ordenados de forma regular y repetitiva.

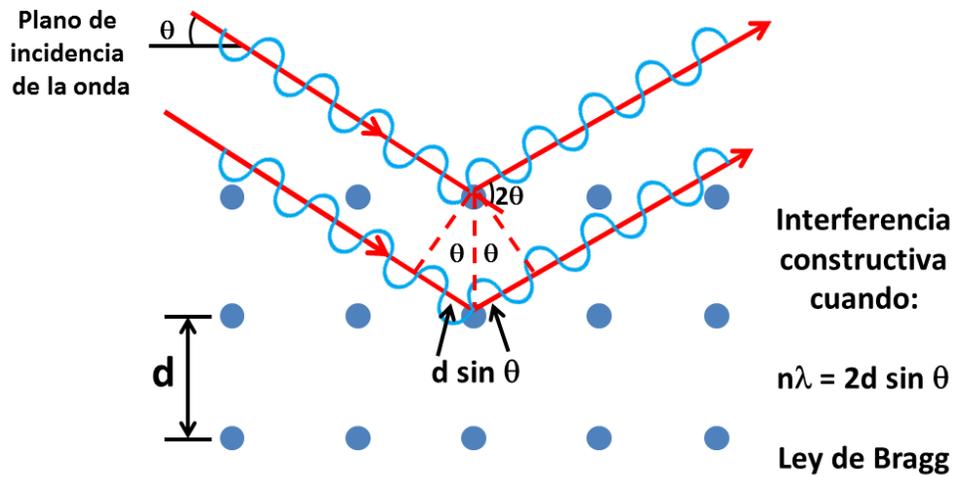


Figura 3. Representación gráfica de la Ley de Bragg.

El difractor de rayos X tiene un arreglo entre la fuente de rayos X, la muestra y el detector que se conoce como **geometría Bragg-Brentano** que se muestra en la figura 4, la cual está construida en torno a un goniómetro de radio fijo. El haz de rayos X procedente del foco lineal del tubo incide sobre la muestra plana, situada en el eje del goniómetro y una rendija situada sobre el círculo del goniómetro re-enfoca el haz de rayos X difractado por la muestra dirigiendolo hacia el detector, registrando la intensidad de los rayos X recibida frente al doble del ángulo de Bragg ( $2\theta$ ).

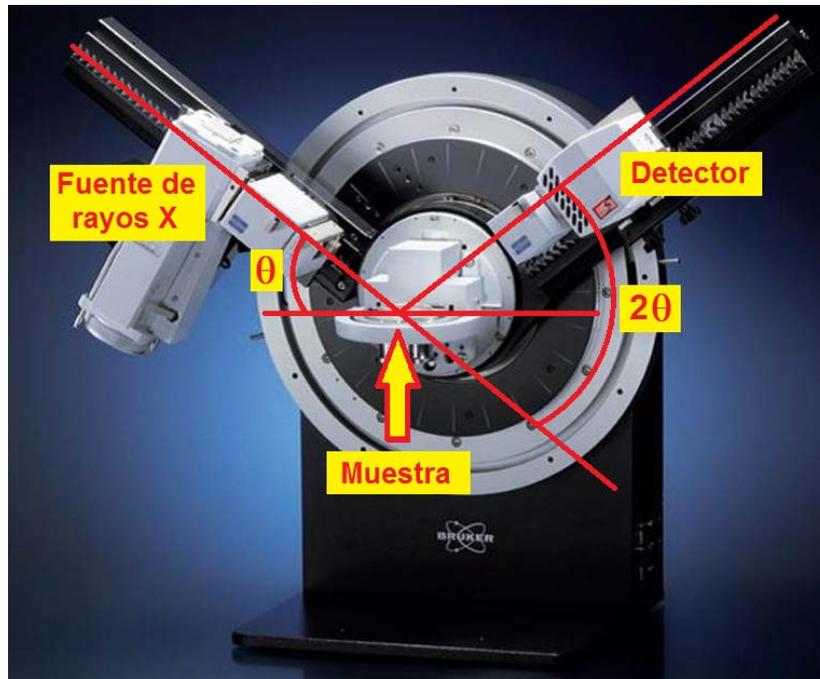


Figura 4. Geometría Bragg-Brentano

Cada vez que se satisface la ley de Bragg, el haz primario se difracta desde la muestra hacia el detector, el cual, junto con los elementos electrónicos mide la intensidad de dicha radiación y la posición angular de la reflexión se despliega en el controlador. De esta manera se obtienen las cuentas de pulso que conforman el patrón de difracción de una muestra en polvo como el ejemplo que se muestra en la figura 5.

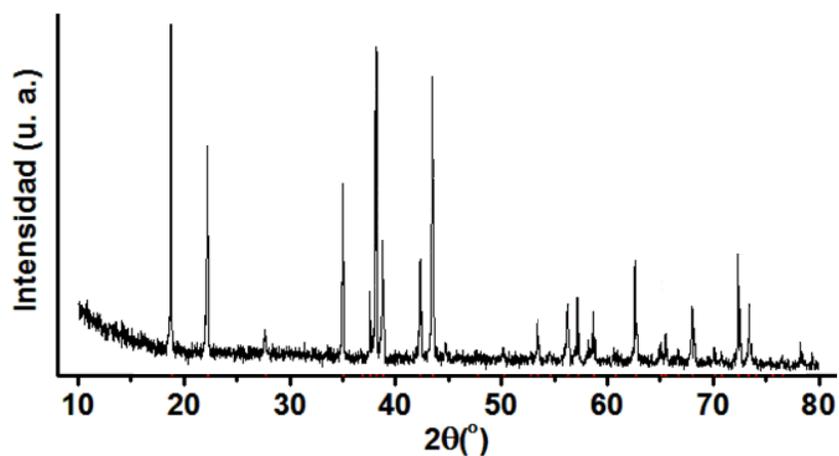


Figura 5. Difractograma típico de rayos X

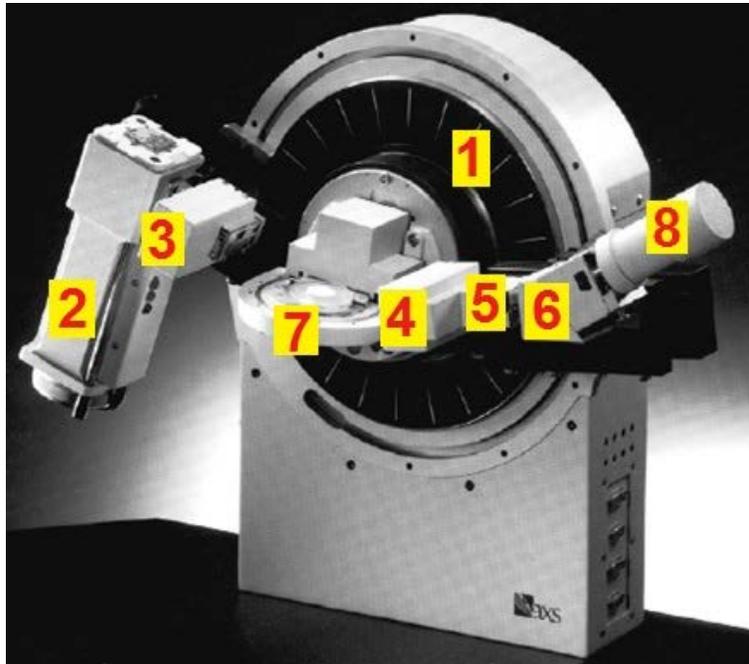
## 1.2 Diseño del difractómetro

En la figura 6 se muestra una vista general del difractómetro de polvos de rayos X "**D8 ADVANCE BRUKER AXS**", el cual tiene como base una cámara de seguridad radiológica, dentro de la cual se encuentra el sistema de difracción de rayos X.



**Figura 6. Difractómetro de polvos de rayos X, modelo D8 ADVANCE de la marca BRUKER AXS.**

El sistema de medición consta de 8 partes principales: goniómetro, fuente de rayos X, rendijas de divergencia, antidispersiva y del detector, monocromador, sujetador de muestras y detector, tal como se muestra en la figura 7.



**Figura 7. Elementos principales del sistema de Difracción de rayos X, modelo D8 ADVANCE: (1) goniómetro, (2) fuente de rayos X, (3) rendija de dispersión, (4) rendija de antidisipación, (5) rendija del detector, (6) monocromador, (7) sujetador de muestras y (8) detector.**

El goniómetro consta de dos círculos, con motores independientes para controlar  $\theta$  y  $2\theta$  que proporcionan un tamaño mínimo de paso angular (step size) de  $0.0001^\circ$  y una velocidad máxima de  $1500^\circ$  por minuto (Figura 7-1). La fuente de rayos X la constituye un tubo de cerámica con ánodo de Cu de 2.2 kW, cuyas condiciones de operación son de hasta 40 kV y 40 mA (Figura 7-2). La conformación óptica para dirigir los rayos X utiliza un sistema de rendijas: rendija de divergencia (Figura 7-3), rendija de antidisipación (Figura 7-4), rendija del detector (Figura 7-5) y un monocromador (Figura 7-6), encargado de colimar, comprimir y filtrar el haz de rayos X. Ésta configuración óptica, no solo colima el haz sino que suprime otras longitudes de onda de manera que sólo la radiación Cu- $K_\alpha$  esté presente en el haz. Para sujetar las muestras, se cuenta con un dispositivo en forma de platillo ajustable en altura pero no en inclinación (Figura 7-7). Las muestras se colocan en este sujetador que se ajusta de acuerdo a la altura del portamuestra. El detector presente es del tipo centelleante de NaI (Figura 7-8), con una velocidad de conteo de hasta  $2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  (aunque no se recomienda una exposición que exceda de  $5 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$  en

periodos menores de un segundo). Un sistema computarizado controla la radiación que pasa al detector por lo que es posible atenuar el haz.

### 1.3 Equipo complementario

Además de lo antes mencionado, es necesario un equipo que permita funcionar de forma adecuada al difractor. Por tanto se cuenta con un sistema de alimentación de energía de emergencia (UPS, Uninterruptible Power Supply) como el que se muestra en la figura 8, esta diseñado para suministrar corriente ante cualquier falla de electricidad. En la figura 8 se muestra el baño recirculador de la marca HASKRIS que se conecta directamente al difractor para enfriar el sistema y mantenerlo en una temperatura adecuada, controlando así la emisión de calor emitido. Adicionalmente el laboratorio cuenta con un sistema de aire acondicionado (figura 9) para mantener una temperatura de no más de 24°C y una humedad relativa de entre el 20 y el 80%.



**Figura 8. Sistema de alimentación de energía de emergencia (UPS, Uninterruptible Power Supply) y baño recirculador marca Haskris.**



**Figura 9. Sistema de aire acondicionado.**

#### **1.4 Equipo de computo y programas**

Para el control del sistema de difracción se utiliza una computadora con sistema operativo Windows y los siguientes softwares cuyos accesos directos estan en el escritorio de windows como se muestra en la figura 10:

***D8tools***: Controlador de parámetros del difractómetro.

***XRD Commander***: Ejecuta los análisis de difracción de las muestras.

***Eva***: Sirve para la evaluación y manejo de datos.

***Base de datos PDF2 (PCPDFWIN)***: Contiene tarjetas de difracción de rayos x para realizar la comparación con las muestras analizadas.

***File Exchange***: Permite la conversión de datos para poderlos trabajar con otros programas.



**Figura 10. Equipo de cómputo y software instalado para el control del Difractómetro de rayos X.**

## 2.0 Operación del Equipo

Antes de iniciar a operar o incluso antes de solicitar un análisis es necesario que sea de su conocimiento el **“Reglamento General para el uso de equipo del Laboratorio de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN)”**, en donde se tratan aspectos importantes para la solicitud, calendarización, duración del análisis y uso adecuado del difractómetro de Rayos X que forma parte del LINAN.

En congruencia con lo anterior es necesario registrarse en la bitácora correspondiente al uso del equipo además de anotar cualquier observación sobre el funcionamiento del mismo.

### 2.1 Encendido del difractómetro

Antes de encender el equipo se debe asegurar que las condiciones de temperatura y humedad relativa se encuentren dentro del intervalo recomendado para la operación del equipo: temperatura entre 16° y 24°C, humedad relativa entre

20 y 80%. Esto se puede verificar mediante el controlador del aire acondicionado que se encuentra instalado en el laboratorio.

1. Conectar a la corriente y encender el **baño recirculador HASKRIS** (figura 11).
2. Encender la **computadora**, primero el monitor y después el CPU (figura 12).



Figura 11. Baño recirculador Haskris, procedimiento de encendido: (1) conectar a la luz, (2) encender switch modo ON.



Figura 12. Equipo de cómputo que controla el difractómetro, procedimiento de encendido: (1) encender monitor, (2) encender CPU.

3. Encender el **difractómetro D8 Advance** oprimiendo el botón verde ubicado en el tablero de control derecho. En la figura 13 se muestran a detalle los tableros de control derecho e izquierdo. Una vez que se presiona el botón verde, esperar aproximadamente 30 segundos, finalizado este tiempo escuchará el sonido de un relevador, lo cual significa que el equipo está listo para encender el voltaje.

**IMPORTANTE: NUNCA ENCENDER EL DIFRACTÓMETRO SIN HABER PUESTO A FUNCIONAR EL RECIRCULADOR.**

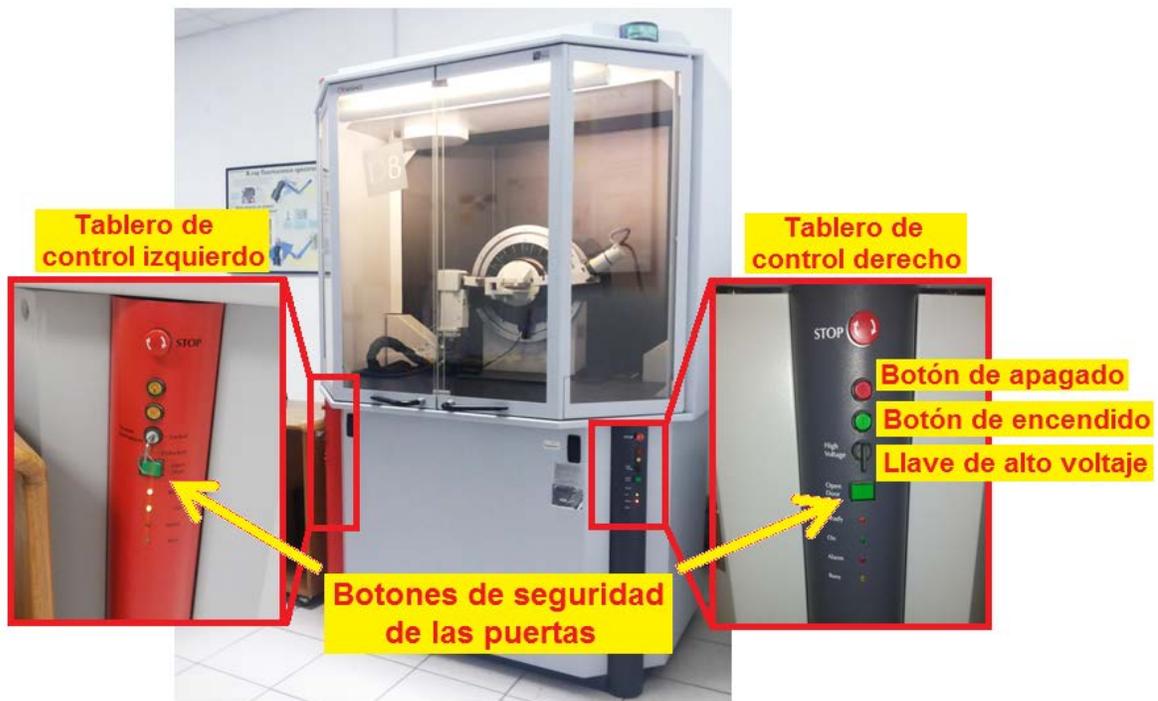


Figura 13. Tableros de control derecho e izquierdo del difractómetro.

4. El **alto voltaje** se enciende, girando suavemente hacia la izquierda la llave que se encuentra ubicada en el tablero de control derecho, junto a la leyenda **"HIGH VOLTAGE"**. Después de escuchar el sonido de 3 rampas se debe soltar la llave para que regrese a su posición original (ver figura 14). Una vez escuchado el último sonido, automáticamente se

encenderán las lámparas colocadas en la parte superior del difractor, como indicativo de que el alto voltaje ha sido encendido (ver figura 15).



**Figura 14. Secuencia de encendido del difractor: (1) Botón de encendido, (2) girar a la izquierda la llave del alto voltaje, (3) regresar a su posición original la llave de alto voltaje.**



**Figura 15. Lámparas de alto voltaje encendidas en el difractor.**

**IMPORTANTE: EN CASO DE NO SEGUIR EL ORDEN ESTRICTO EN LA SECUENCIA DE ENCENDIDO, PROVOCARA QUE SE PRESENTEN SEÑALES DE ALARMA.**

5. Identificar e iniciar el programa ***“D8tools”*** haciendo doble click sobre el ícono que se encuentra en el escritorio de la computadora (figura 16).

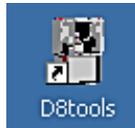


Figura 16. Ícono del software D8tools.

6. Una vez dentro del programa seleccionar la opción de “**Online Status**” que se indica en la figura 17 y aparecerá la ventana “**Instrument Status1**” que se muestra en la figura 18.



Figura 17. Menú principal del software D8tools.

7. En la ventana “**Instrument Status1**”, seleccionar el icono de acceso rápido a la opción “**Online refresh**” que se muestra en la figura 18. Esto permitirá visualizar el estado del difractor y sus distintos componentes.

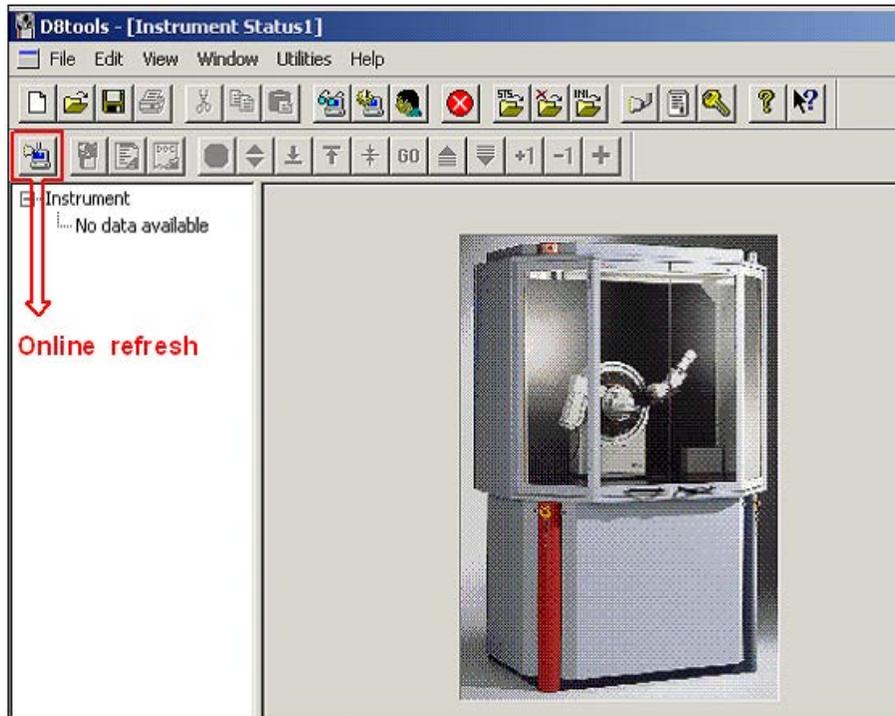


Figura 18. Icono “*Online refresh*” del menú de la ventana “Instrument Status”.

8. Dentro de la opción “**Online refresh**”, aparecen varios indicadores donde se debe revisar lo siguiente:
  
9. Los recuadros que aparecen del lado izquierdo de los de cada uno de los componentes del difractómetro como son: “**INSTRUMENT**”, “**Tube Window**”, “**X-Ray Generator**”, “**Scintillation Counter**”, “**Theta**” y “**2Theta**”, aparezcan iluminados de color verde como se muestra en la figura 19. Si alguno de estos recuadros aparece en color rojo, significa que existe una señal de alarma, por lo que se debe de dar aviso al técnico responsable del equipo de manera inmediata.
  
10. Los valores de voltaje y corriente que se localizan debajo del recuadro de “**X-Ray Generator**” deben estar en 20 kV y 5mA respectivamente.

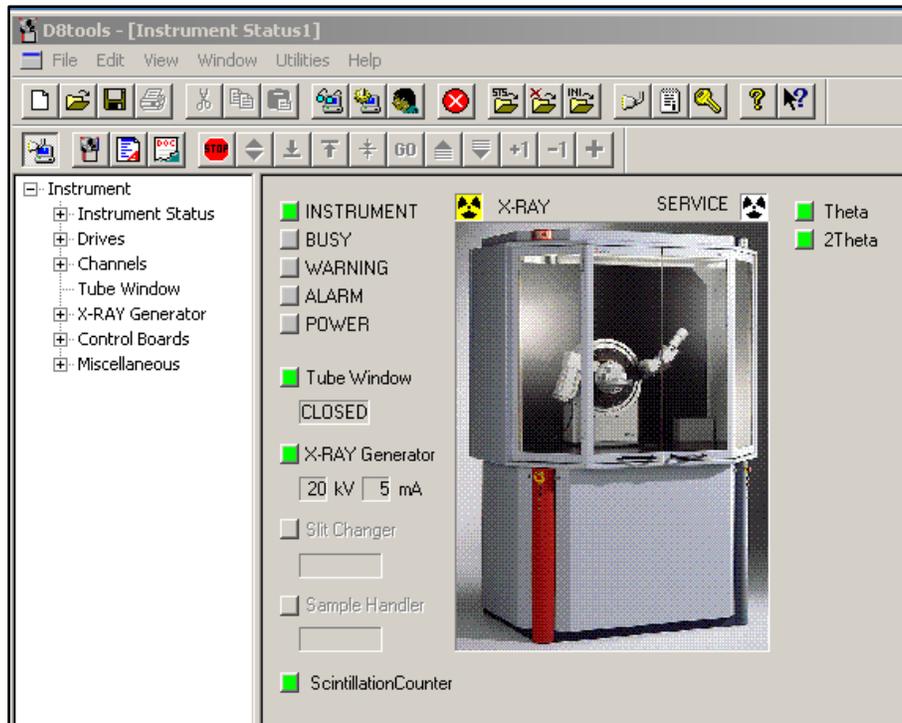


Figura 19. Menú de estatus del instrumento.

11. En el menú **“Instrument”** del recuadro de la izquierda que aparece en la ventana **“Instrument Status1”**, desplegar el submenú **“Drives”** (haciendo click sobre el signo más (+)) para ajustar los motores que dirigen **“Theta ( $\theta$ )”** y **“2Theta ( $2\theta$ )”** desde el goniómetro. Primero, seleccionar **“Theta”** y activar la opción de ajuste fino de la barra de herramientas, como se muestra en la figura 20. Posteriormente, realizar la misma acción para el drive **“2Theta”**. Observar como al activar el ajuste fino, los valores en la opción **“Actual Position”** cambian a **19.2374** y **38.0618**, para **“Theta”** y **“2Theta”** respectivamente.

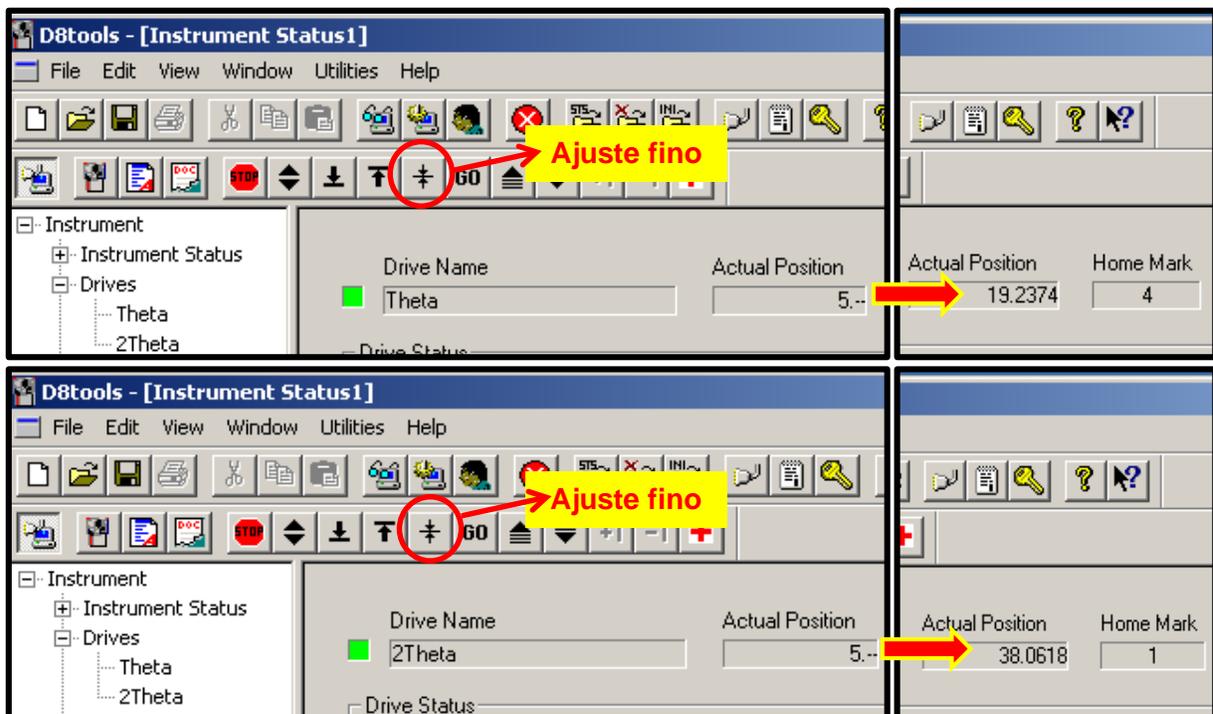
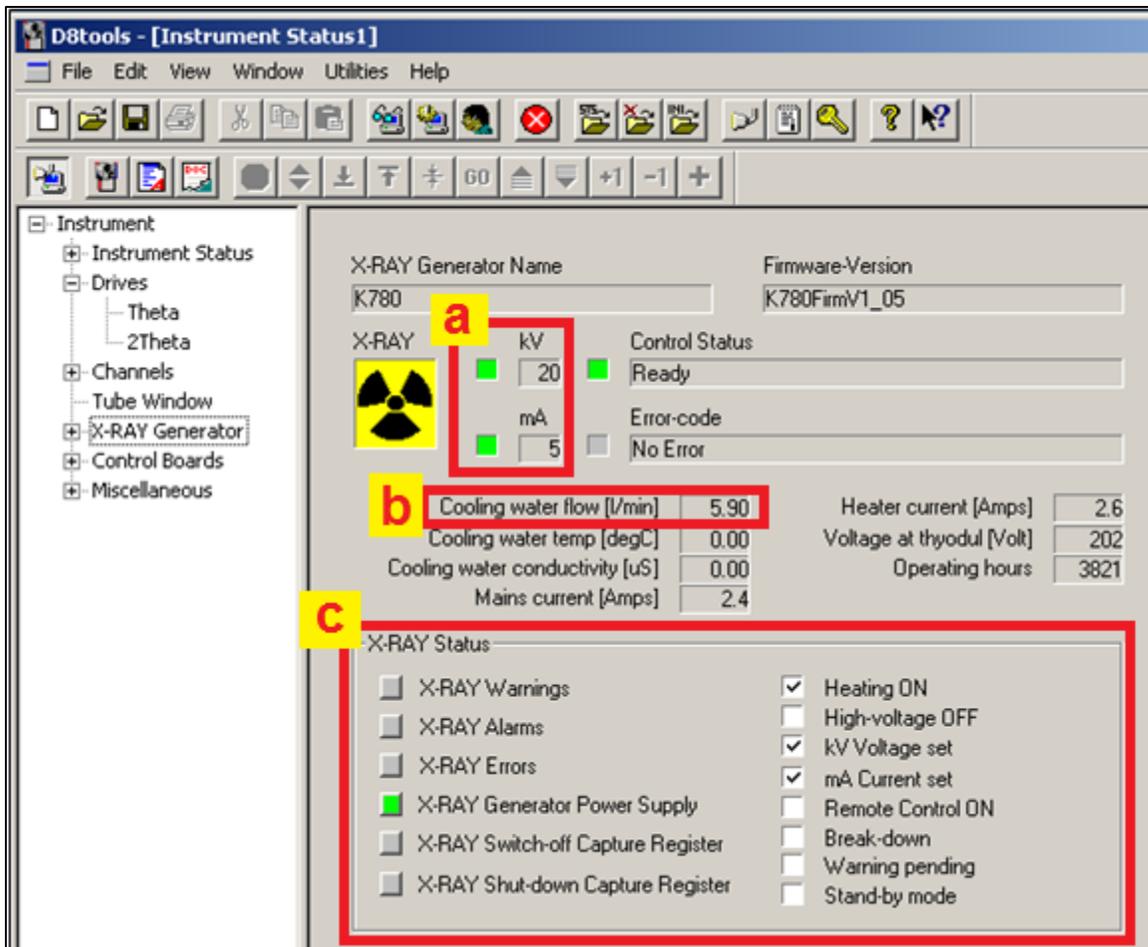


Figura 20. Ajuste de drives “Theta” y “2Theta”.

12. Verificar el estado del generador de rayos X, activando la opción “**XRay Generator**” que se muestra en la figura 21, donde se debe revisar que:

- a. Rectificar que los valores de voltaje y corriente sean 20 kV y 5 mA respectivamente.
- b. El flujo del recirculador que corresponde a la etiqueta “**Cooling water flow**” debe encontrarse entre 4 y 5 L/min.
- c. No deben existir señales de alarma o recuadros iluminados en color rojo.



**Figura 21. Submenú “X-RAY Generator”. a) Indicadores de voltaje y corriente, b) indicador de Flujo del recirculador y c) indicadores de errores y alarmas.**

Una vez que se completaron estos pasos, es posible proceder a realizar el análisis de una muestra de polvos.

## 2.2 Preparación de la muestra

Debido a que el difractor está diseñado para el análisis de polvos, la muestra debe ser pulverizada para poder analizarla. Se deben tomar en cuenta que las muestras con distinta morfología pueden presentar variaciones en el difractograma debido a su textura, tamaño de grano y acomodo en el portamuestras.

## 2.3 Portamuestras

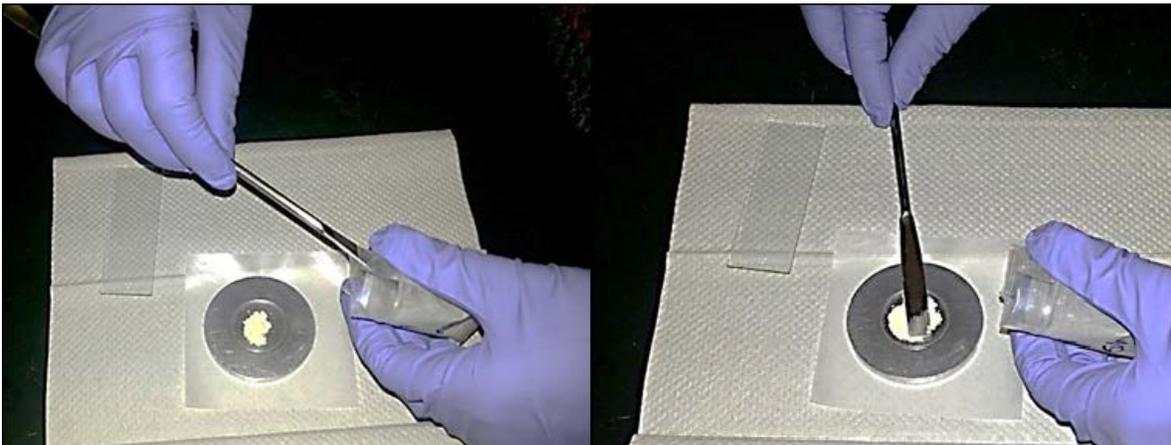
El portamuestras para el difractómetro de polvos es un disco de aluminio o cuarzo con una depresión circular en el centro como se aprecia en la figura 22. Se recomienda manejar por lo menos 1 gramo de muestra en forma de polvo seco, el cual podrá ser recuperado al final del análisis debido a que se trata de una técnica no destructiva.



**Figura 22. Portamuestras de aluminio y cuarzo.**

#### **2.4 Montaje de la muestra**

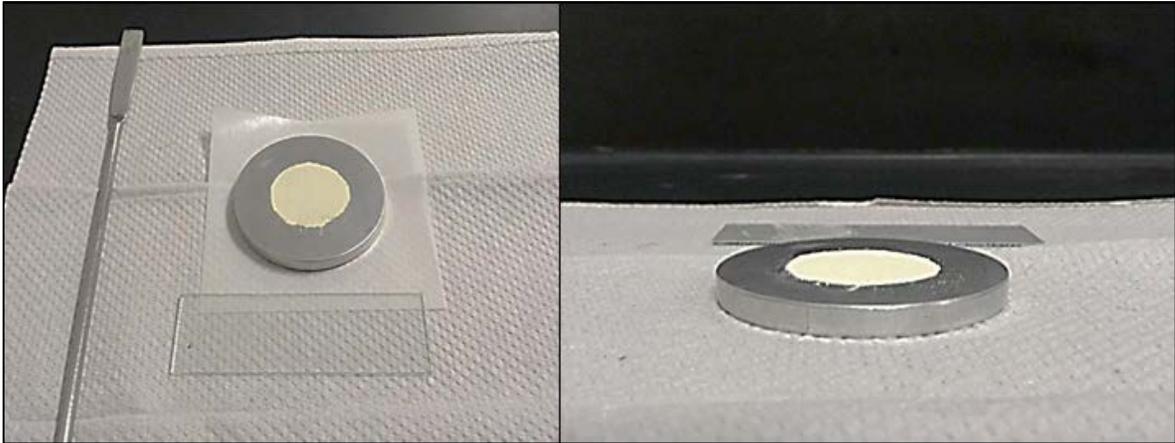
1. Colocar poco a poco la muestra en el portamuestra con ayuda de una espátula como se muestra en la figura 23.



**Figura 23. Colocación de muestra pulverizada en el portamuestra de aluminio.**

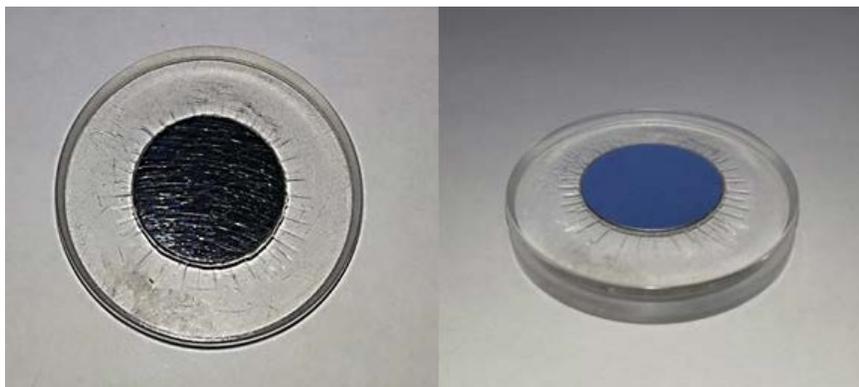
2. Distribuir la muestra uniformemente con ayuda de espátulas y/o portaobjetos, asegurarse que la muestra cubra perfectamente y de forma

homogénea el volumen del portamuestra destinado al análisis como se muestra en la figura 24.



**Figura 24. Distribución de la muestra en el portamuestra.**

3. Si el volumen de la muestra no es suficiente, existe la posibilidad de utilizar el portamuestra especial denominado “de ruido cero” que se muestra en la figura 25, el cual cuenta con una oblea metálica de silicio monocristalino, que permitirá colocar volúmenes de polvo pequeño. Es necesario colocar la muestra al centro y tratar de formar una película delgada.



**Figura 25. Vistas del portamuestra denominado de “ruido cero” con oblea de silicio monocristalino.**

4. Abrir la cámara de análisis del difractómetro, presionando el botón de seguridad de las puertas del difractómetro que tiene la leyenda **“Open**

**door**” tal como se muestra en la figura 26. Éste se encuentra ubicado en los tableros de control del difractor, en ambos lados (ver figura 13). Inmediatamente después de presionar el botón Se escucha un sonido indicativo de que el seguro de las puertas ha sido liberado y es entonces cuando se deben abrir. En caso de no abrir las compuertas del difractor rápidamente, se activará de nuevo el seguro y deberá repetir la operación de oprimir el botón **“Open door”**.



**Figura 26. Presionar el botón “Open door” permite liberar los seguros de las puertas del difractor para colocar o retirar muestra.**

**IMPORTANTE: SI SE ABREN LAS PUERTAS SIN OPRIMIR EL BOTON “OPEN DOOR” SE ACTIVARAN ALARMAS DE SEGURIDAD EN EL DIFRACTOMETRO QUE BLOQUEARÁN SU OPERACIÓN HASTA QUE ESTAS SEAN DESACTIVADAS. ¿Cómo se desactivan?**

5. Colocar el portamuestra sobre el sujetador circular que se encuentra dentro del difractor y asegurarlo subiendo la palanca que esta por

debajo del soporte de dicho sujetador desplazandolo hacia arriba hasta el tope pasando de la posición del inciso “a” a la posición del inciso “b” de la figura 27.

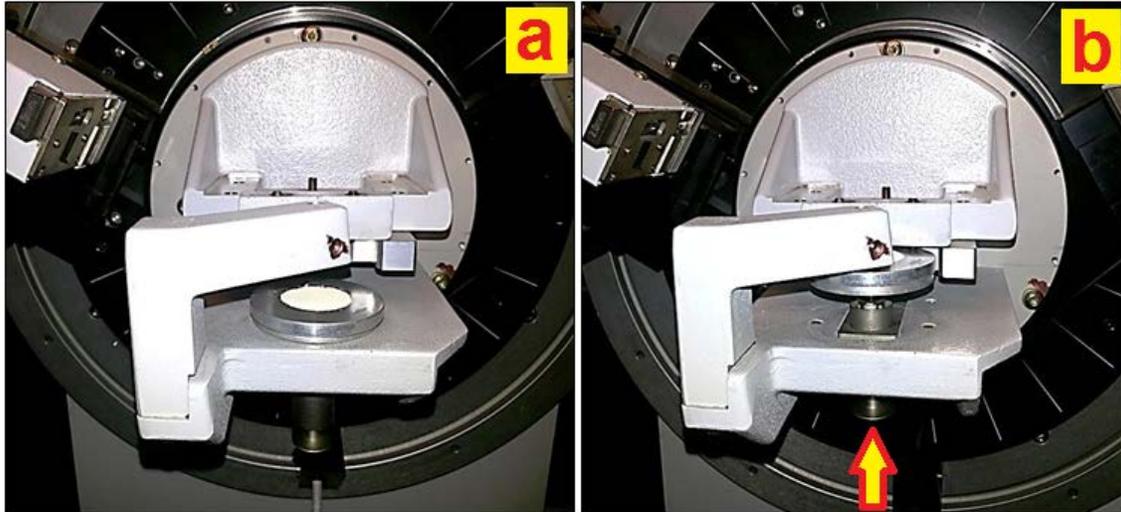


Figura 27. Colocación y fijación de muestra en el difractómetro.

### 3.0 Análisis de la muestra

#### 3.1 Obtención de difractograma

1. Abrir el software “**XRD Commander**” por medio del icono de acceso rápido (figura 28) que se encuentra en el escritorio de la computadora.



Figura 28. Ícono del software “**XRD Commander**”.

2. Capturar las condiciones del análisis de difracción de rayos X en la pantalla del programa “**XRD Commander**” cuya imagen se muestra en la figura 29.

Las condiciones que se deben dar de alta son las siguientes:

- Identificación de la muestra ("Sample ID").
- Valores de voltaje y corriente (valores recomendados: **35 kV** y **25 mA**).
- Intervalo de análisis en 2Theta: ángulo de inicio ("Start") y ángulo final ("Stop")
- Paso ("Increment")
- Velocidad de barrido ("Scanspeed") en segundos por paso *Sec/Step*.

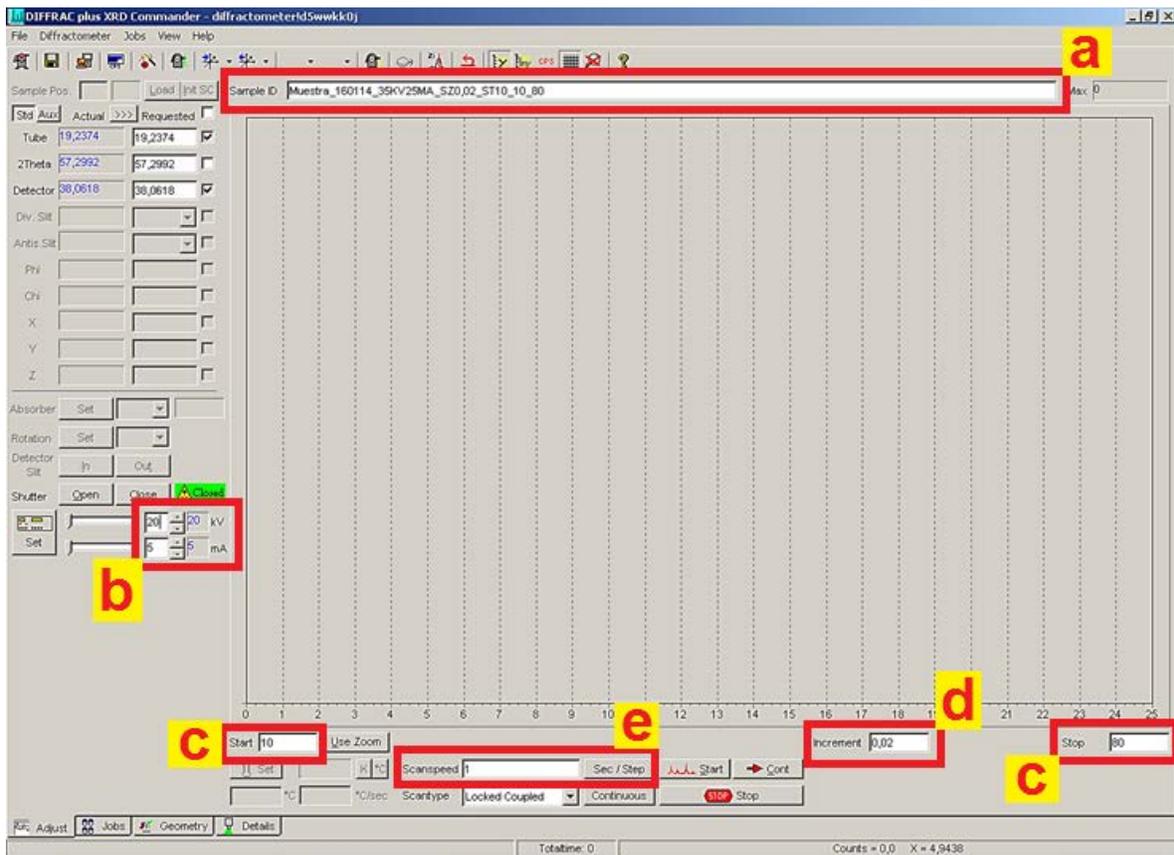


Figura 29. Pantalla del software "XRD Commander" donde se capturan las condiciones de análisis: a) Identificación de la muestra, b) corriente y voltaje, c) ángulo inicial y final en 2theta, d) incremento o paso y e) velocidad de barrido.

**IMPORTANTE: SE RECOMIENDA VERIFICAR DETENIDAMENTE LAS CONDICIONES DE BARRIDO ANTES DE REALIZAR SU ANÁLISIS.**

Para determinar el tiempo de análisis de su muestra, puede ayudarse de la siguiente ecuación:

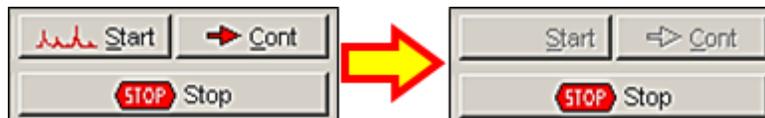
Tiempo de barrido:  $[(2\theta \text{ final} - 2\theta \text{ inicial})/\text{Increment}] \times \text{Scanspeed} = \text{segundos}$

3. Para comenzar el análisis se hace click en el botón **“Start”** que se muestra en la figura 30.



**Figura 30. Botón “Start” del software “XRD Commander”.**

4. Al presionar el botón **“Start”**, automáticamente todas las opciones del programa **“XRD Commander”** se inhabilitan, a excepción del botón **“Stop”** y se volverán a habilitar una vez que concluya el análisis como se muestra en la figura 31.



**Figura 31. Iconos activos antes de realizar el análisis de rayos X (izquierda) e iconos bloqueados durante el análisis de rayos X (derecha).**

5. Después de concluir el análisis, se debe guardar el archivo generado con los datos adquiridos seleccionando la opción **“Save as”** del menú **“File”**. Se sugiere guardar el archivo tanto con extensión **“.raw”** como con **“.txt”**. También se puede guardar una impresión de la pantalla con la imagen del difractograma con extensión **“.bmp”**.

Los archivos se deben nombrar anotando el nombre de la muestra, la fecha de análisis, los valores de corriente y voltaje, las letras SZ para

indicar el incremento (utilizando una coma en lugar de punto), las letras ST para designar la velocidad, ángulo de inicio y ángulo final, separando todos los campos con un guion bajo como se muestra en la figura 32.

Sample ID	Muestra_160114_35KV25MA_SZ0,02_ST10_10_80
-----------	---

**Figura 32. Forma correcta de nombrar un archivo.**

6. Para importar sus datos es necesario realizar una copia de sus archivos en la carpeta denominada “**Compartido**” cuyo acceso rápido se encuentra en el escritorio de la computadora. Una vez realizado esto, se puede consultar esta misma carpeta desde el servidor del “**Laboratorio de Microscopía XL30 y AFM**” que se encuentra a un lado del Laboratorio de difracción de rayos X. En esa computadora se puede acceder a la cuenta “**LINAN**” para poder enviar los archivos vía correo electrónico.

## **4.0 Tratamiento de datos**

### **4.1 Software EVA**

Una vez obtenido el patrón de difracción es posible realizar un análisis de datos mediante el software “**EVA**”, instalado en la computadora del difractómetro y cuyo acceso rápido se encuentra en el escritorio de la misma. Desde este programa es posible cargar el archivo de interés con la extensión “**.raw**” y realizar distintas operaciones tales como:

- Acercamiento a una zona de interés particular.
- Disminución de ruido.
- Localización de picos y distancias interplanares.
- Sustracción y ajuste del fondo (background).

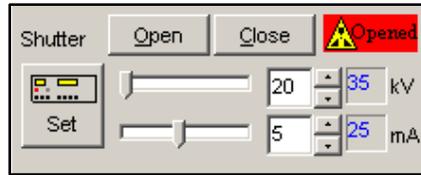
- Buscar coincidencias con patrones de difracción con la base de datos **“Powder Diffraction File PDF-2 2002”** con que cuenta el difractómetro.

## 4.2 Base de datos PCPDFWIN

La base de datos de los patrones de difracción colectados para polvos se encuentra disponible para su consulta en la computadora de respaldo del laboratorio del microscopio electrónico de barrido XL30. Para poder acceder a ella, debe introducir el disco disponible en el laboratorio y mandar llamar el software de nombre PCPDFWIN cuyo acceso directo se encuentra en el escritorio de la computadora. A través de este software es posible realizar búsqueda de tarjetas de patrones de difracción de la base de datos **“PDF-2 2002”**. Para ello es necesario seleccionar algunos criterios de búsqueda como por ejemplo, los posibles elementos o compuestos químicos presentes en el compuesto cristalino en cuestión del cual se desea conocer su tarjeta de difracción, entre otros. Una vez identificado el patrón de difracción de interés, se puede extraer la información mediante un archivo PDF o bien mediante la impresión de pantalla para salvar una imagen de extensión **“.bmp”**. Esta información únicamente es de consulta por lo que no se puede manipular un archivo de análisis mas que con el programa EVA o algun otro paquete para difracción de rayos X.

## 5.0 Apagado del difractómetro

1. Desde el programa **“XRD Commander”** reducir al mínimo los valores de voltaje y corriente hasta 20 kV y 5 mA respectivamente capturando los números en las casillas correspondientes, manipulando las agujas o con los botones de las flechas que se muestran en la figura 33.



**Figura 33. Valores de voltaje y corriente (20kV y 5mA) que se deben establecer previo al apagado del difractor.**

2. Realizar un análisis corto con estos valores de voltaje y corriente (por ejemplo 2theta de 10° a 20°, incremento 0.5°, velocidad de 5 segundos por paso) para asegurarse que el equipo efectivamente redujo los valores.
3. Una vez concluido el análisis corto, esperar 5 minutos para permitir que el ánodo siga enfriándose con el agua proveniente del recirculador.
4. Apagar el alto voltaje ***“High Voltage”*** girando lentamente hacia la derecha la llave del tablero de control derecho, marcada con el inciso ***“a”*** de la figura 34. Al hacer esto, se deberán apagar las lámparas ubicadas en la parte superior del difractor.
5. Posterior a esto, apagar el difractor oprimiendo el botón rojo ubicado en este mismo tablero de control (ver figura 34).



**Figura 34. Tablero de control derecho, boton de apagado y llave de alto voltaje.**

6. Apagar la computadora.

7. Apagar el baño recirculador "**HASKRIS**" y desconectarlo.