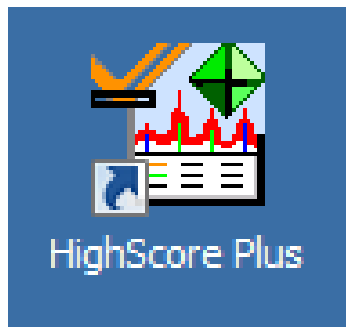
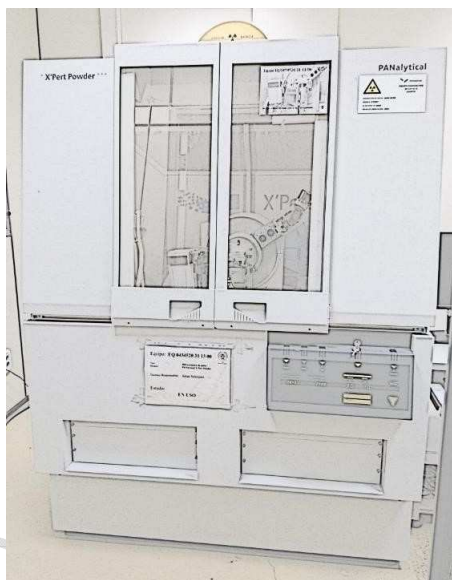




Unidad de Difracción de Rayos X
CAI de Técnicas Químicas
Facultad de CC. Químicas (Edificio C)
Universidad Complutense de Madrid

Programas en el ordenador del difractómetro de autoservicio *X'Pert Powder*



Contenido

Programa Data Viewer	2
a) Visualizar uno o más difractogramas	2
b) Cambiar el formato del fichero xrdml	5
c) Generar un informe de la medida realizada	7
Programa HighScore Plus.....	10
a) Estimación del fondo del difractograma	12
b) Búsqueda de los máximos de difracción	13
c) Creación de un fichero de restricciones.....	17
d) Comparación con la base de datos ICDD	20
e) Informe con los resultados obtenidos	24
f) Algunas operaciones sobre un difractograma.....	26
Eliminación del fondo	26
Eliminación del ensanchamiento de pico debido a la longitud de onda K-alfa2	28
Ajuste de perfil	29
g) Uso de la ayuda.....	32

Programa Data Viewer

El programa *Data Viewer* es muy sencillo. Se accede a este programa pulsando el icono correspondiente en la pantalla del ordenador del difractómetro de autoservicio.

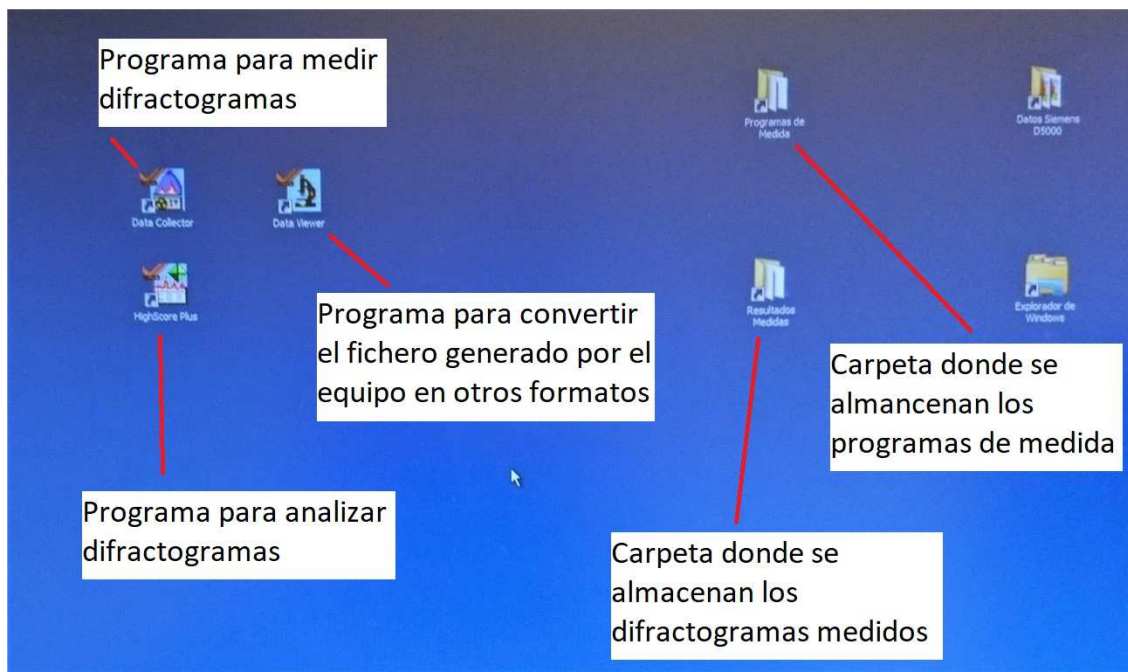


Figura 1-. Pantalla del ordenador del difractómetro de autoservicio

Las funciones principales son:

- a) Visualizar uno o varios difractogramas
- b) Cambiar el formato del fichero xrdml
- c) Generar un informe de la medida realizada

a) Visualizar uno o más difractogramas

Los ficheros que genera el difractómetro tienen extensión xrdml y se almacenan por defecto en la carpeta 'Resultados Medidas' (ver Figura 1).

Si se abre esta carpeta pueden verse todos los difractogramas medidos ordenados por fecha.

Hay dos formas de abrir un fichero xrdml con el programa *Data Viewer*. Una de ellas es situar el cursor sobre el fichero deseado en la carpeta 'Resultados Medidas', pulsar el lado derecho del ratón y seleccionar el programa *Data Viewer*. En la Figura 2 puede verse cómo se abre el fichero 'Moneda de 2 euros'.

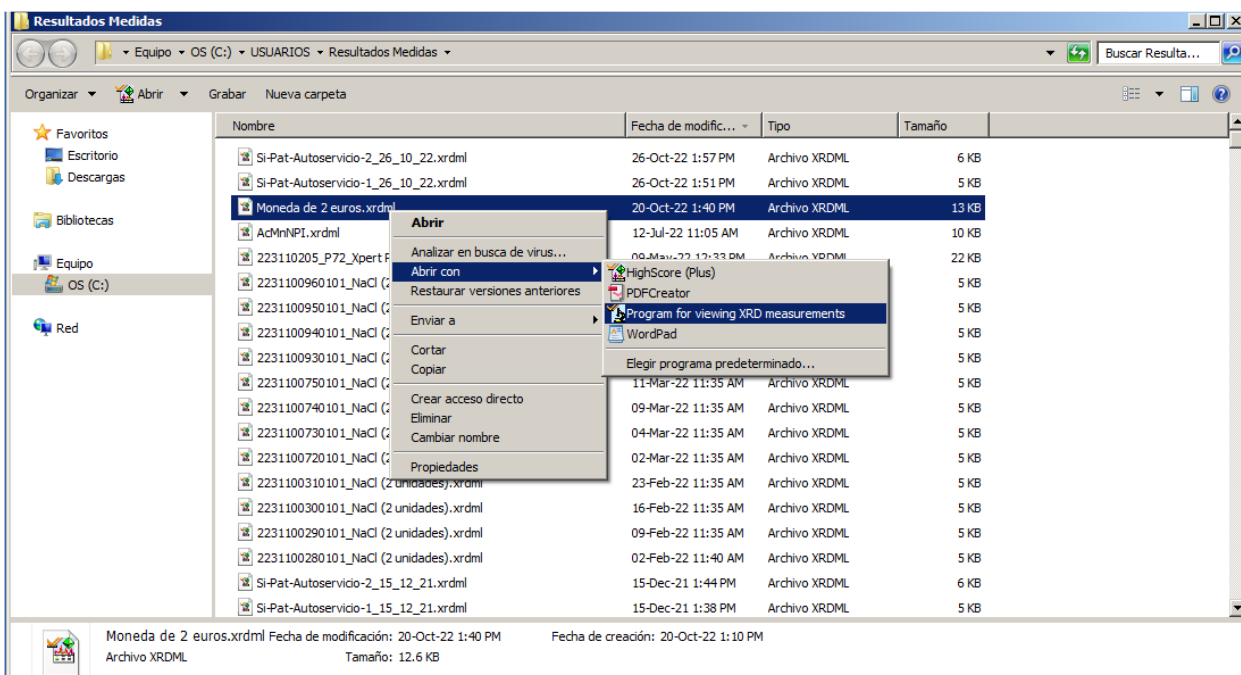


Figura 2-. Apertura de un fichero en la carpeta de Resultados Medidas

Otra forma es pulsar el icono del Data Viewer en el escritorio (ver Figura 1), pulsar *File* ⇒ *Open* y buscar el fichero que se desea abrir.

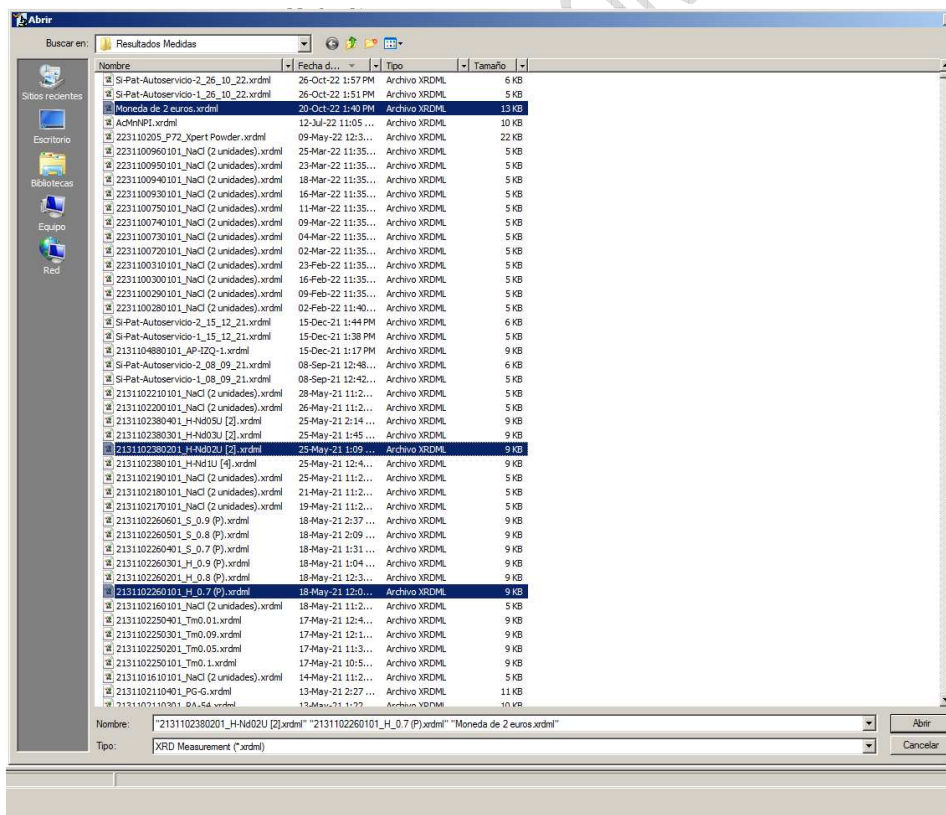


Figura 3-. Ficheros en carpeta 'Resultados Medidas'

En el caso de la Figura 3 se han seleccionado varios ficheros. Pulsando en 'Abrir' se obtiene:

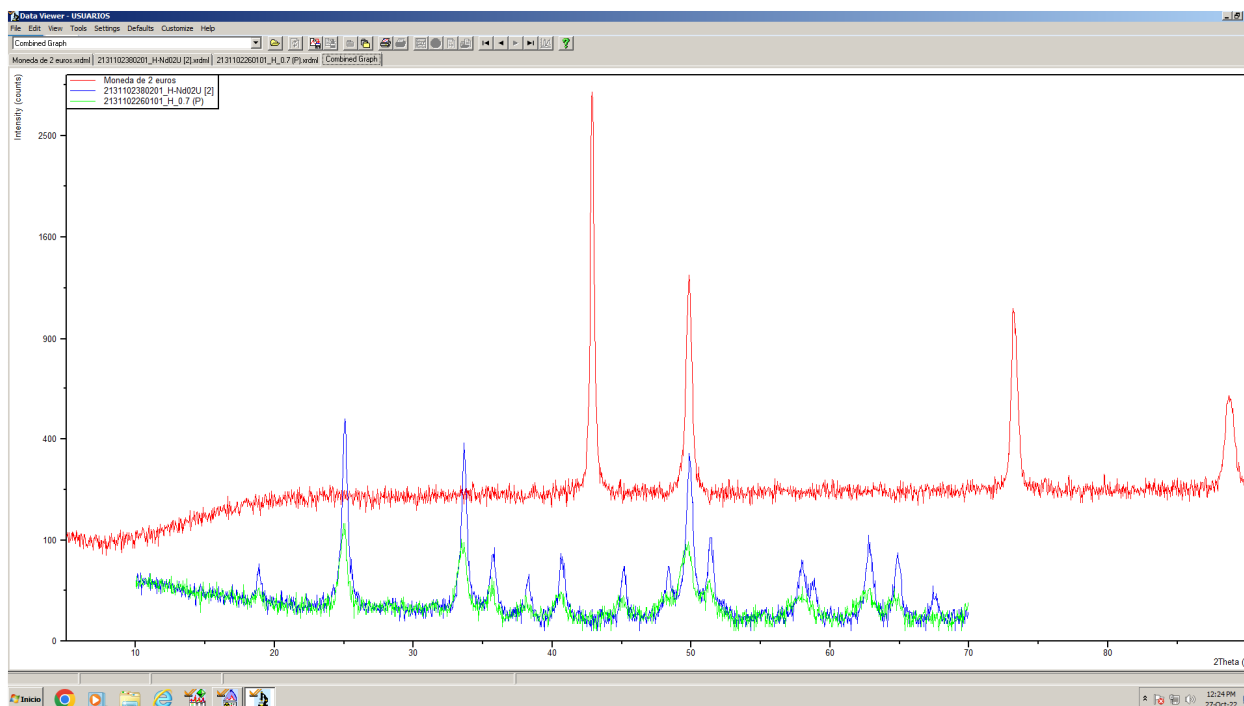


Figura 4-. Difractogramas seleccionados

En el menú superior si se pulsa en *Tools* \Rightarrow *Peaks Parameters* se pueden obtener las características de máximo de difracción seleccionado haciendo 'click' sobre él (ver Figuras 5 y 6).

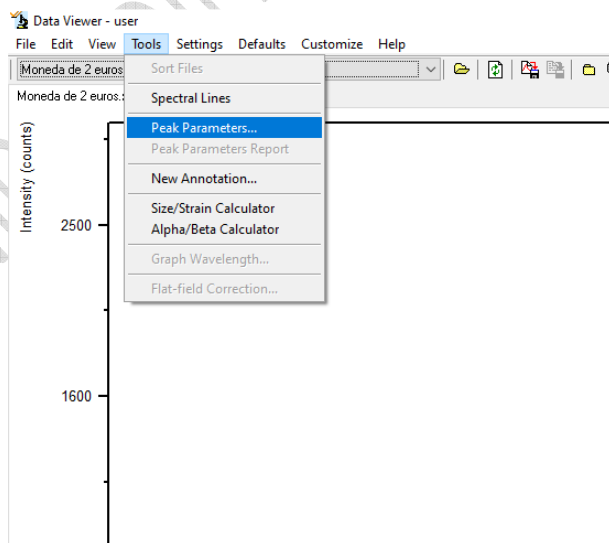


Figura 5-. Selección de la opción de buscar parámetros de un máximo de difracción

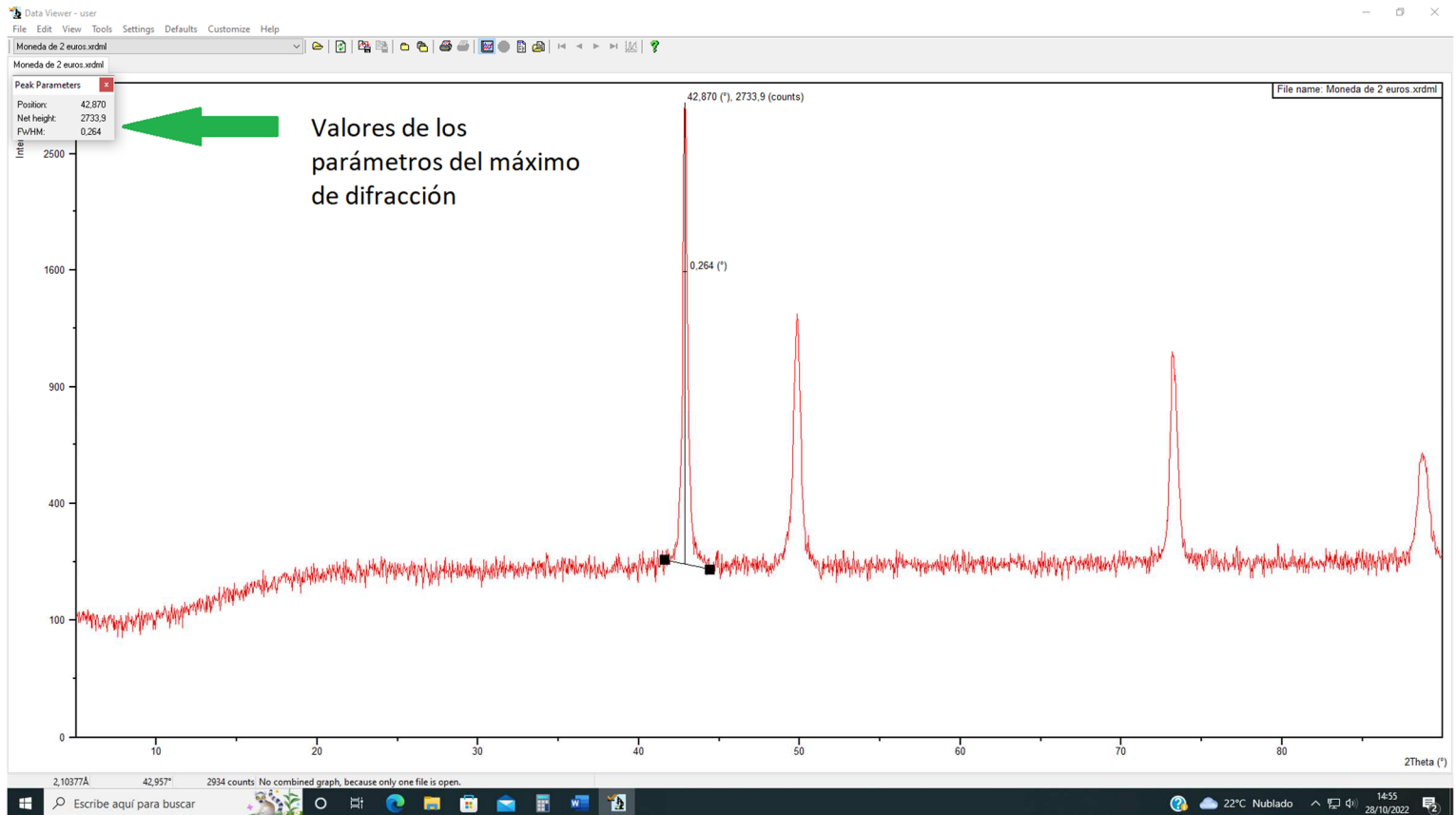


Figura 6-. Parámetros del pico seleccionado

b) Cambiar el formato del fichero xrdml

En el menú superior si se pulsa en *Defaults* \Rightarrow *Conversion* se pueden ver los distintos formatos a los que se puede convertir el fichero xrdml.

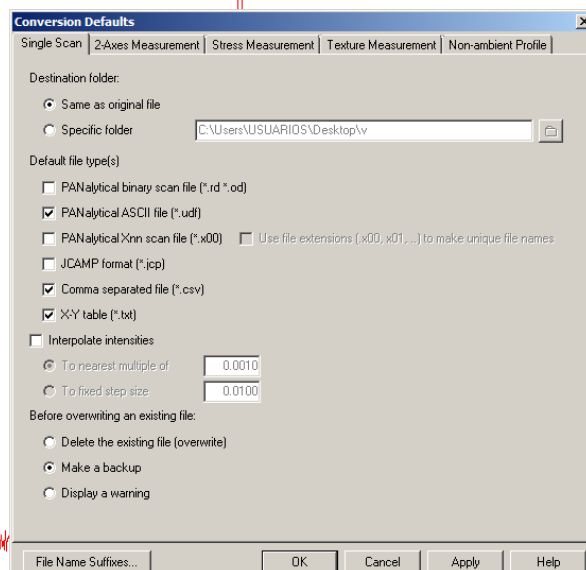


Figura 7-. Selección del formato del fichero

El formato x-y es muy simple: una columna con los ángulos y otra con las intensidades registradas. Puede ser leído fácilmente con *Origin*. El formato csv puede ser leído con *Excel*.

Si en el menú superior se pulsa *File* ⇒ *Convert All*, se transforma el fichero xrdml en los formatos seleccionados.

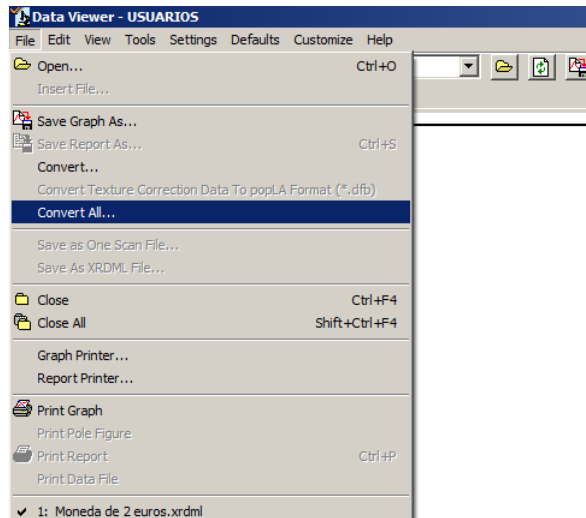


Figura 8-. Conversión del formato de fichero

Los ficheros convertidos se encontrarán en la carpeta 'Resultados Medidas'. En general, los ficheros convertidos se copiarán en la misma carpeta en la que se encuentre el fichero xrdml.

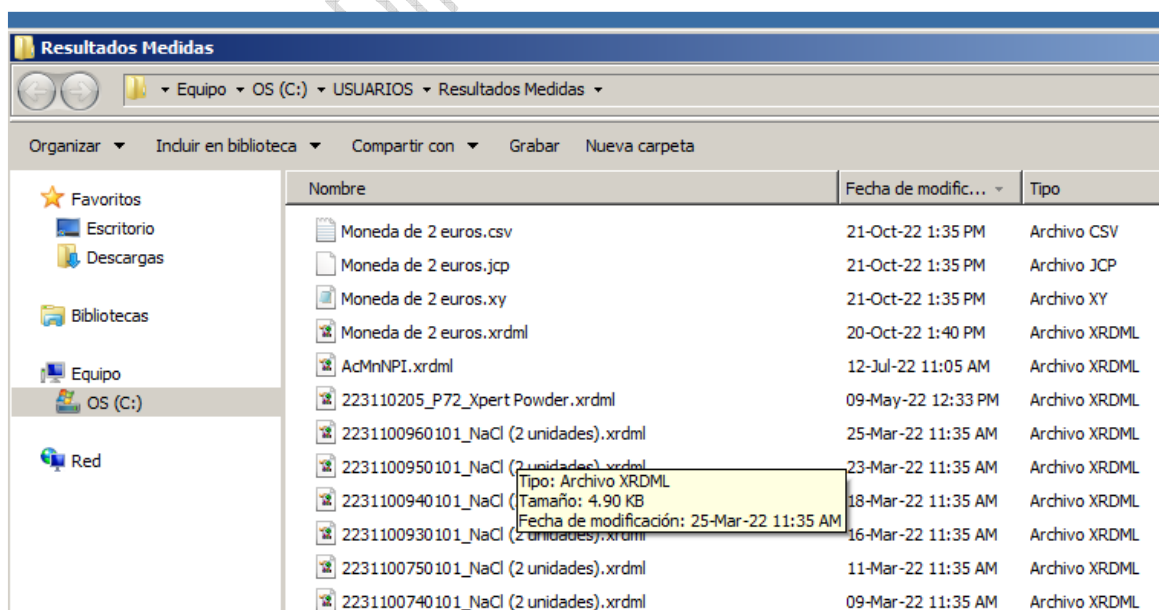


Figura 9-. Ficheros convertidos

c) Generar un informe de la medida realizada

Si en el menú superior se pulsa *View* ⇒ *Report*, podemos generar un informe de la medida realizada.

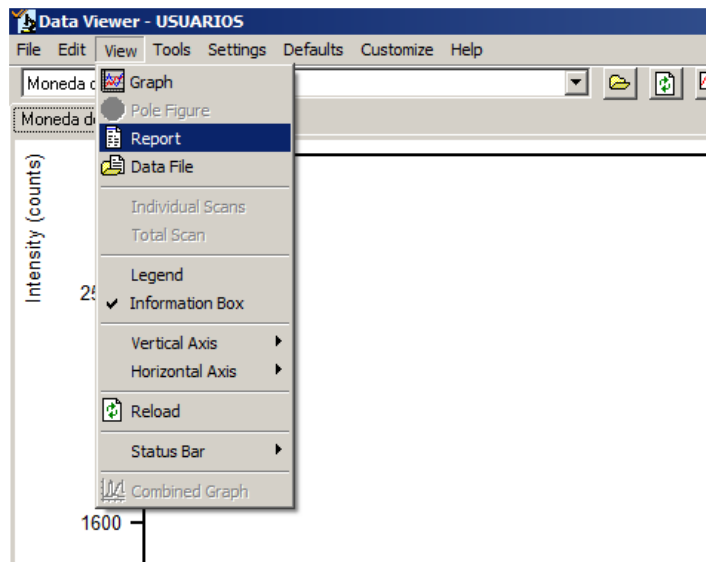


Figura 10-. Generación del informe de la medida

El documento que se genera informa sobre las características de la medida (ángulo inicial, final, tamaño de paso, ópticas utilizadas) y sobre el difractor *X'Pert Powder*

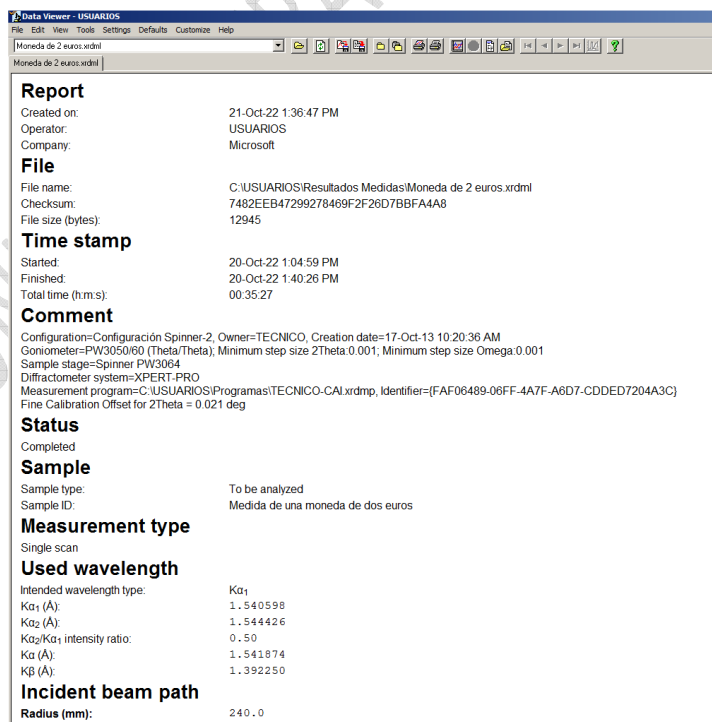


Figura 11-. Informe de medida (1)

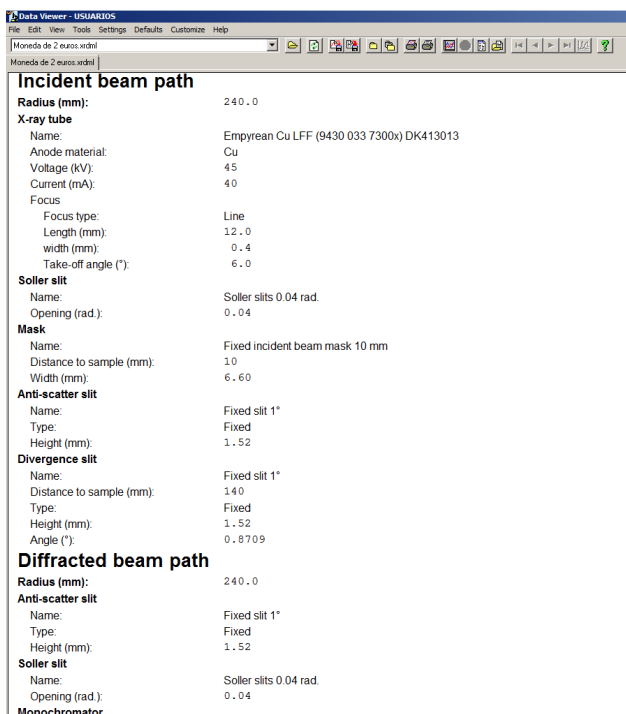


Figura 12-. Informe de medida (2)

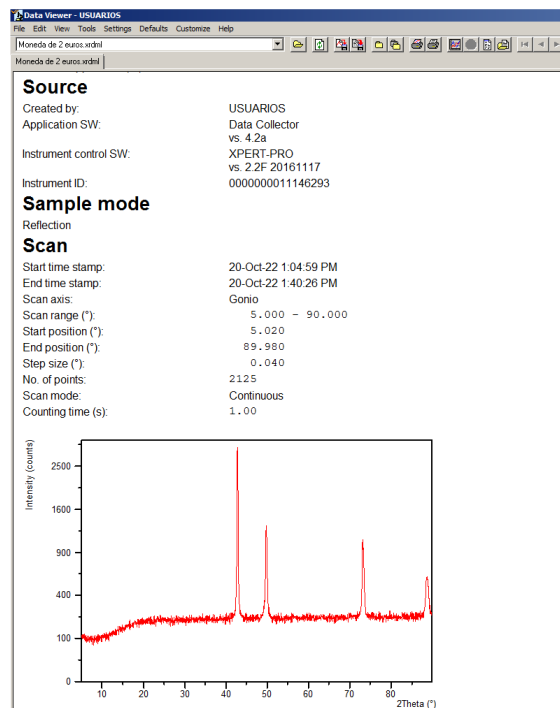


Figura 13-. Informe de medida (3)

En informe puede imprimirse en formato pdf, seleccionando en el menú superior **File** ⇒ **Print Report**

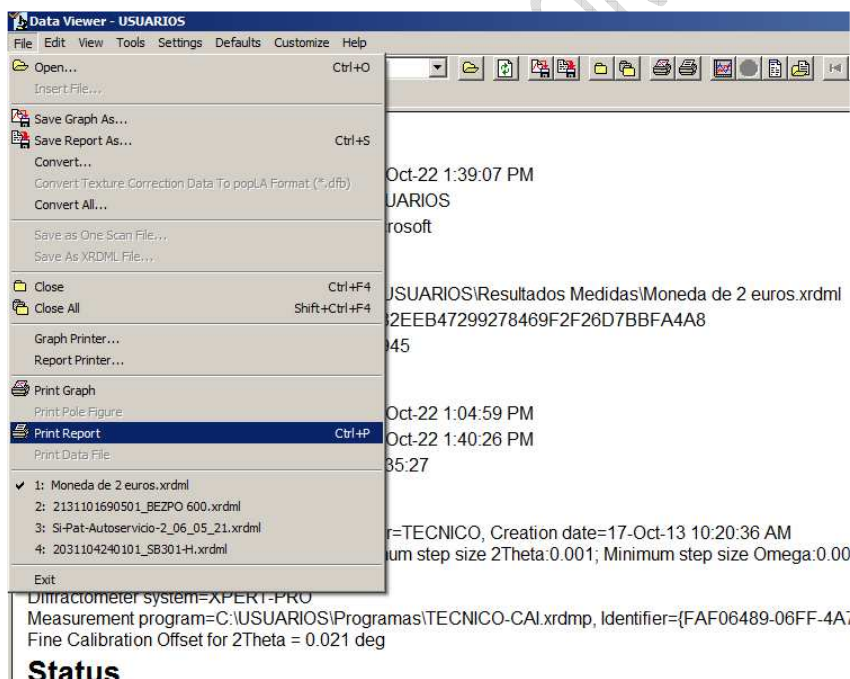


Figura 14-. Seleccionar imprimir el informe

La impresora virtual *PDFCreator* generará el fichero pdf en la ubicación deseada por el usuario.

Data Viewer - USUARIOS

File Edit View Tools Settings Defaults Customize Help

Moneda de 2 euros.xrdml

Moneda de 2 euros.xrdml

Report

Created on: 21-Oct-22 1:39:07 PM
 Operator: USUARIOS
 Company: Microsoft

File

File name: C:\USUARIOS\Resultados Medidas\Moneda de 2 euros.xrdml
 Checksum: 7482EEB47299278469F2F26D7BBFA4A8
 File size (bytes): 12945

Time stamp

Started: 20-Oct-22 1:04:59 PM
 Finished: 20-Oct-22 1:40:26 PM
 Total time (h:m:s): 00:35:27

Comment

Configuration=Configuración Spinner-2, Owner=TECNICO, Creation date=17-Oct-13 10:20:36 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Spinner PW3064
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\USUARIOS\Programas\TECNICO-CAI.xrdmp, Identifier={FAF06489-0648-4000-8000-000000000000}, Fine Calibration Offset for 2Theta = 0.021 deg

Status

Completed

Sample

Sample type: To be analyzed
 Sample ID: Medida de una moneda de dos euros

Measurement type

Single scan

Used wavelength

Intended wavelength type: $K\alpha_1$

PDFCreator 1.7.3

Título del documento
 Moneda de 2 euros_xrdml

Fecha de creación
 20221021134107

Fecha de modificación:
 20221021134107

Autor:
 USUARIOS

Asunto:

Palabras clave:

Perfil
 Predeterminado

Después de grabar, abrir el fichero

Editar el fichero PDF con PDFArchitect

Figura 15-. Selección de la carpeta de destino del fichero pdf

Importante:

En carpeta 'Resultados Medidas' sólo pueden mantenerse los ficheros xrdml. Los formatos convertidos (x-y, csv, udf, ect) se eliminarán de la carpeta una vez copiados en un pendrive o enviados por internet.

Nunca hay que eliminar el fichero xrdml. Este fichero será registrado en una base de datos para su posterior facturación al investigador responsable del usuario.

A los usuarios que contravengan esta norma se les retirará la autorización de acceso al difractor de autoservicio.

Programa HighScore Plus

El programa HighScore Plus es un programa que permite realizar diversas tareas en el ámbito de la difracción de rayos X, como identificación de fases cristalinas, análisis Rietveld, ajuste de perfiles o tratamientos de patrones.

La opción que se va a describir brevemente aquí es el análisis de las fases cristalinas presentes en la muestra por comparación de las posiciones angulares de los máximos de difracción de la muestra y de sus intensidades relativas con la base de datos ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Para más información el usuario puede consultar la Ayuda de este programa.

Por razones técnicas la base de datos ICDD en el ordenador del difractómetro de autoservicio no está actualizada.

La base de datos actualizada está en el 'ordenador de usuarios' al cual se puede acceder mediante el procedimiento descrito en la página web de la Unidad de Difracción de Rayos X.

No obstante, con la base de datos ICDD instalada en el ordenador pueden realizarse análisis de fases de forma satisfactoria.

Para realizar un análisis de fases se seguirá el siguiente proceso:

- a) Estimación del fondo del difractograma
- b) Búsqueda de los máximos de difracción
- c) Creación de un fichero de restricciones
- d) Comparación con la base de datos ICDD
- e) Informe con los resultados obtenidos

Para abrir el fichero xrdml mediante el programa *HighScore Plus* podemos proceder de dos formas, de manera similar al programa *Data Viewer*.

- i) Pulsar el icono del HighScore Plus en el escritorio (ver Figura 1), pulsar *File* ⇒ *Open* y buscar el fichero que se desea abrir.
- ii) Situar el cursor sobre el fichero deseado en la carpeta 'Resultados Medidas', pulsar el lado derecho del ratón y seleccionar el programa HighScore Plus.

Si en la carpeta ‘Resultados Medidas’ seleccionamos el fichero ‘Moneda de 2 euros.xrdml’ se obtiene lo siguiente:

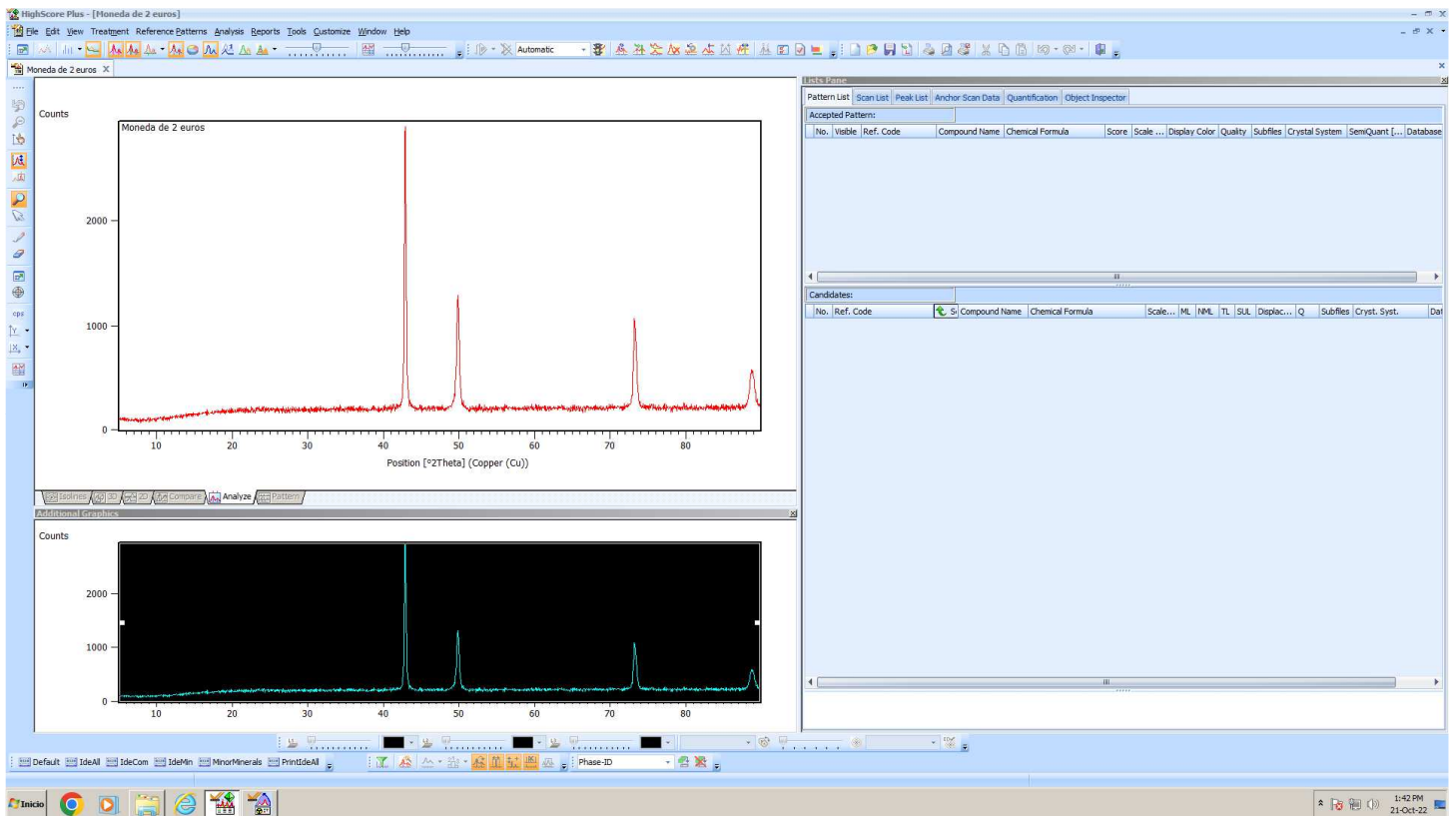


Figura 16-. Fichero xrdml seleccionado

El programa HighScore Plus puede abrir otros formatos de fichero, no sólo los ficheros xrdml que son los que generan los difractómetros de la marca PANALytical. Puede abrir también, entre otros (ver Figura 17), los ficheros de formato raw, que son los creados por los difractómetros de la marca Bruker o Siemens. Se pueden ver los diferentes formatos admitidos cuando se pulsa en el menú superior *File* ⇒ *Open* y luego pulsar ‘All files (*.*)’

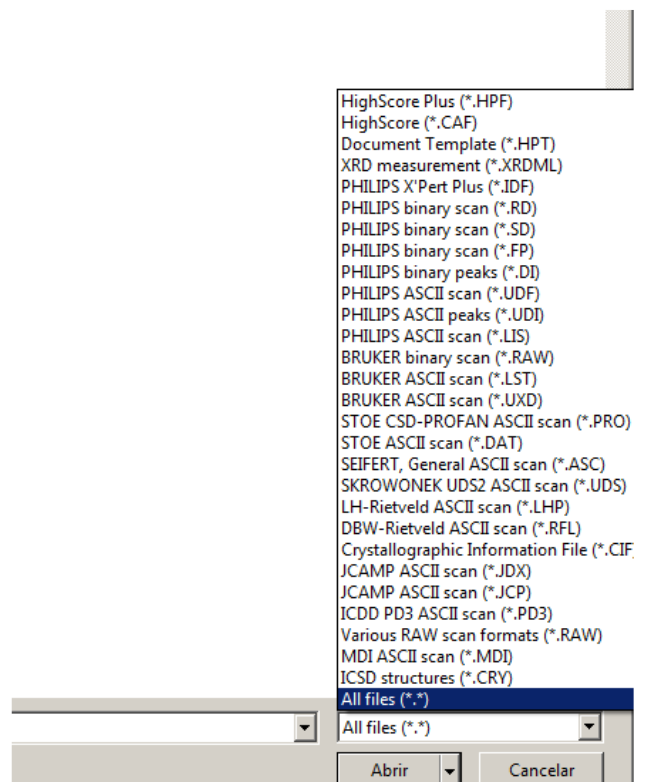


Figura 17-. Otros formatos que pueden ser abiertos

a) Estimación del fondo del difractograma

Una vez abierto el difractograma se procede a estimar el fondo del difractograma. Este fondo se debe al portamuestras, las características del difractorómetro y la óptica utilizada.

En el menú superior se pulsa *Treatment* ⇒ *Determine Background* (ver Figura 18)

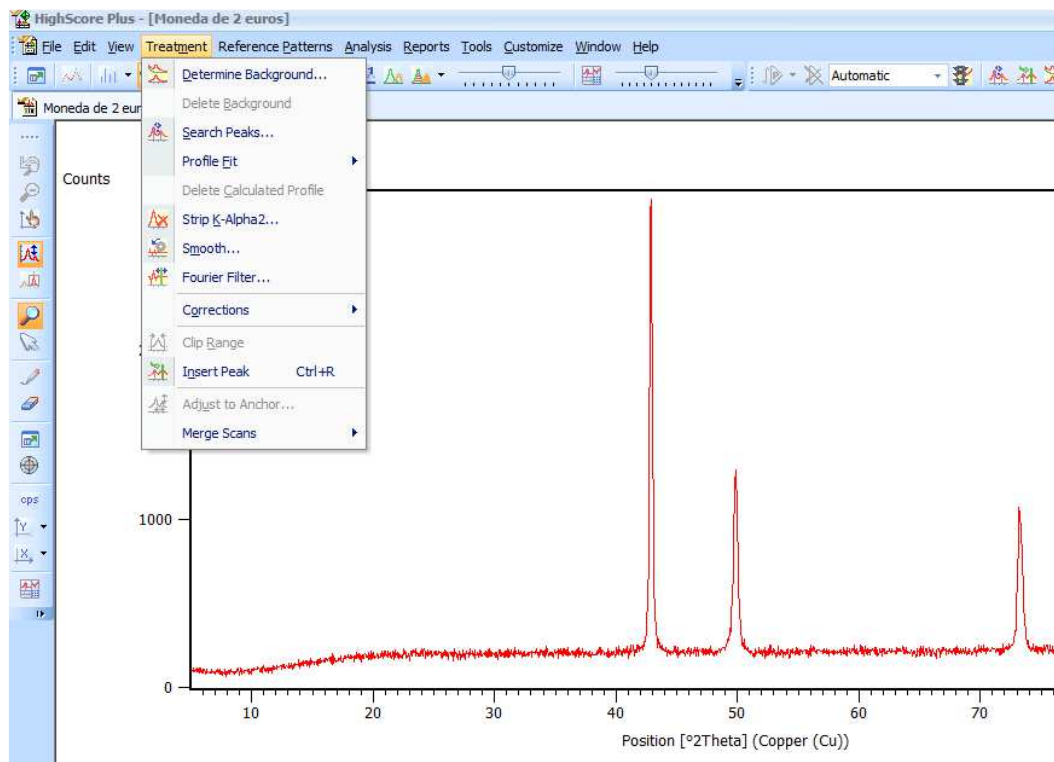


Figura 18-. Selección de la tarea de estimar el fondo del difractograma

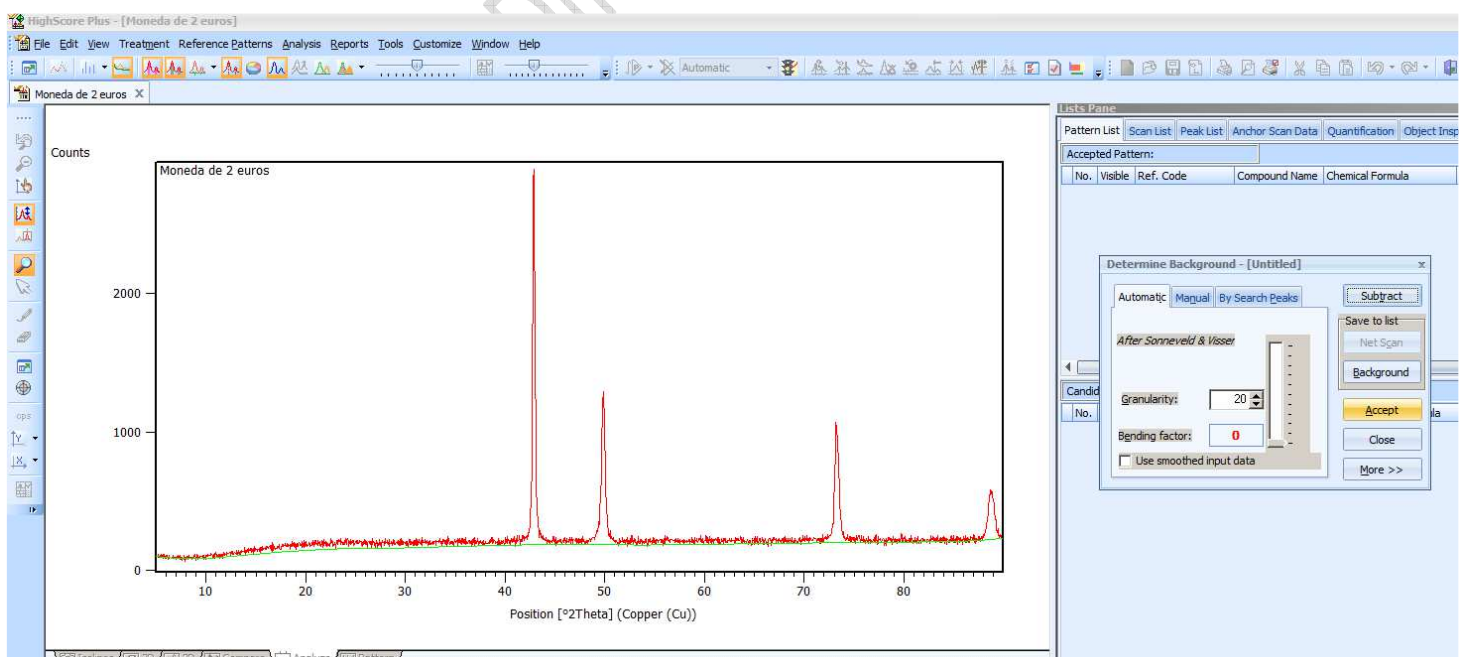


Figura 19-. Selección de los parámetros para estimar el fondo

Una vez que se ha seleccionado ‘*Determine Background*’ aparece la estimación de dicho fondo en el difractograma (línea verde en Figura 19). Dicha estimación es automática, aunque puede modificarse cambiando la granularidad o el factor de flexión (acudir a Ayuda para la encontrar la definición de estos parámetros). Una vez de acuerdo con la estimación del fondo se pulsa ‘Aceptar’ (Figura 19).

b) Búsqueda de los máximos de difracción

En el menú superior se pulsa *Treatment* ⇒ Search Peaks (ver Figura 18).

Aparece un cuadro de diálogo que solicita los parámetros de búsqueda de picos (ver Figura 20). El método de búsqueda por defecto es el mínimo de la derivada segunda, considerando el difractograma una función de intensidad frente a ángulo. Otro método de búsqueda disponible es el considerar la parte más alta del pico suavizado (ver Figura 21).

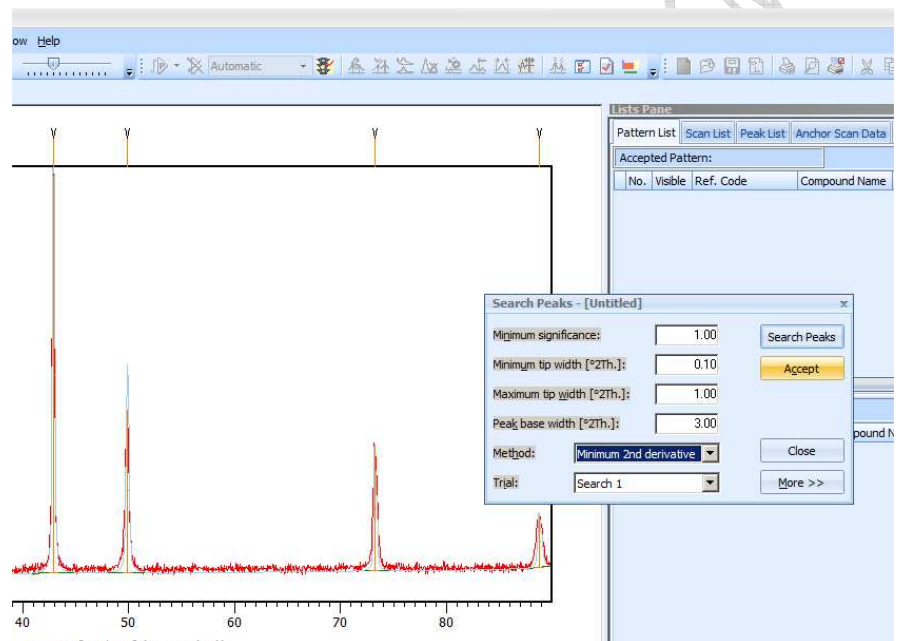


Figura 20-. Parámetros para búsqueda de picos

También se puede definir el tamaño de los picos que se desea encontrar. La significancia sería una medida de la probabilidad de que un pico no sea debido al ruido de fondo. Cuanto más pequeño sea el valor de la significancia más picos se encontrarán, pero un valor demasiado bajo marcará como pico una fluctuación del ruido de fondo. En la Figura 20 se aprecia

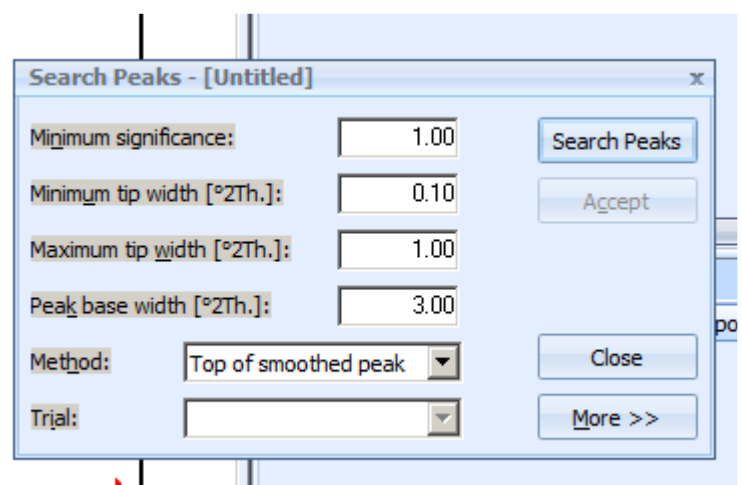


Figura 21-. Búsqueda de picos por un método alternativo

que el programa marca las posiciones de los máximos de difracción tanto en el propio difractograma como en el exterior del recuadro.

Una vez seleccionados los parámetros adecuados se pulsa 'Aceptar'.

Aparece la siguiente pantalla:

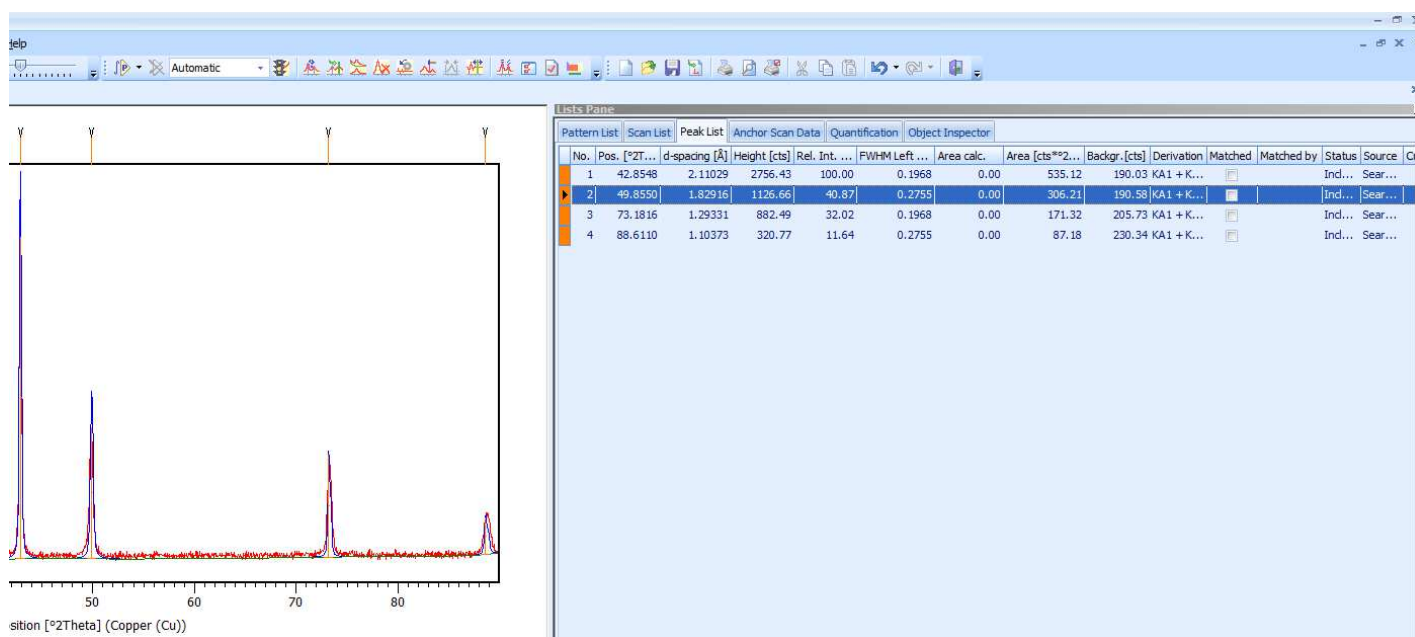


Figura 22-. Listado de máximos de difracción

En la parte derecha, en la pestaña 'Peak List' puede verse el listado de máximos de difracción con los parámetros que caracterizan cada pico. En el difractograma se aprecia una línea azul que lo recubre. Se trata de un ajuste automático (en realidad una aproximación inicial del perfil de cada pico).

El difractómetro en realidad no genera un difractograma como el de la Figura 16. Lo que mide en realidad el equipo es este conjunto de puntos que se aprecia en la Figura 23. La activación o desactivación de la línea continua que une los

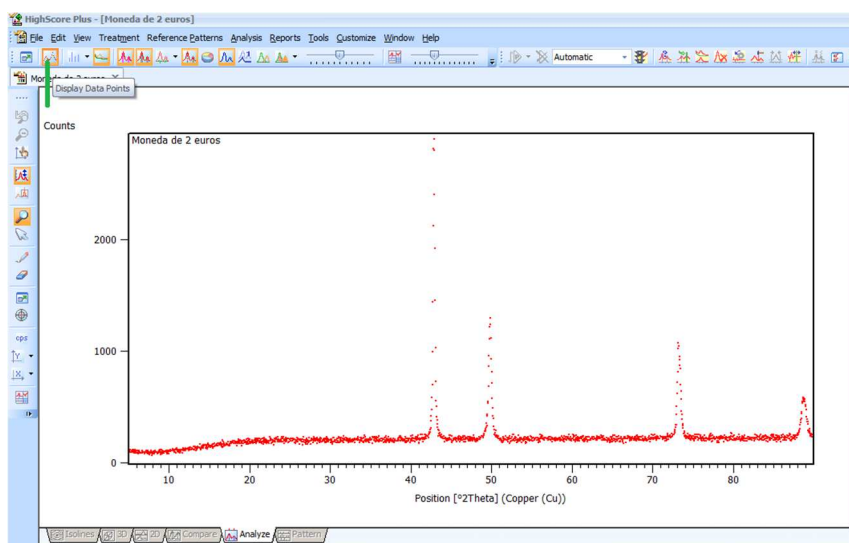


Figura 23-. Puntos del difractograma

puntos se hace mediante el icono marcado con la línea verde la parte superior izquierda de la Figura.

En el caso de que en el listado de picos de la Figura 22 no aparezca un máximo de difracción que el usuario piensa que debe aparecer, y no es capaz de encontrarlo poniendo valores bajos de significancia, puede insertarlo directamente. Sobre el difractograma pulsa el lado derecho del ratón y aparece el siguiente menú flotante de la Figura 24. Pulsando 'Insert Peak', seleccionado la posición donde se desea marcar el pico (en la Figura 25 una pequeña fluctuación del ruido de fondo en 45,09°) y pulsando el lado izquierdo del ratón, el máximo queda registrado en el listado y en el difractograma.

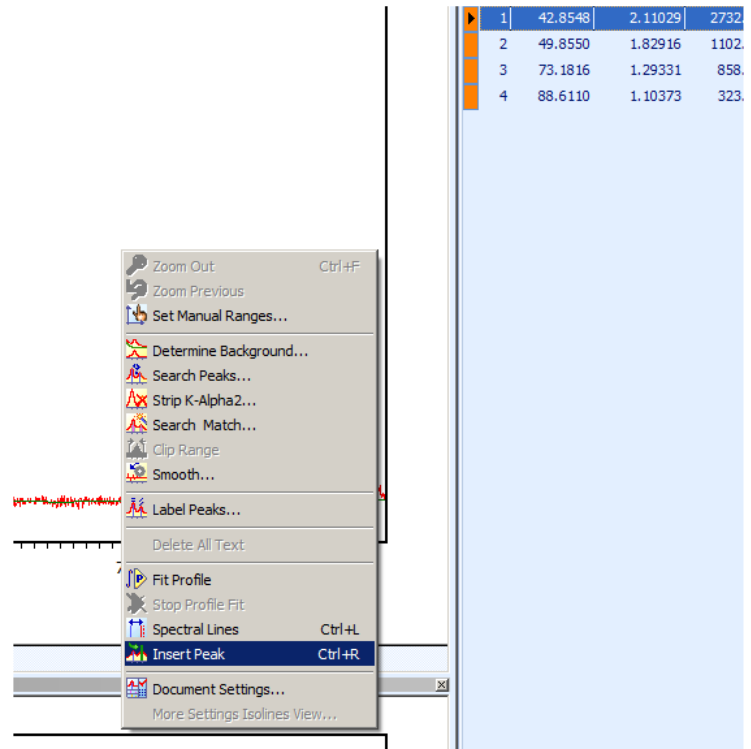


Figura 24-. Menú flotante para insertar picos de forma manual

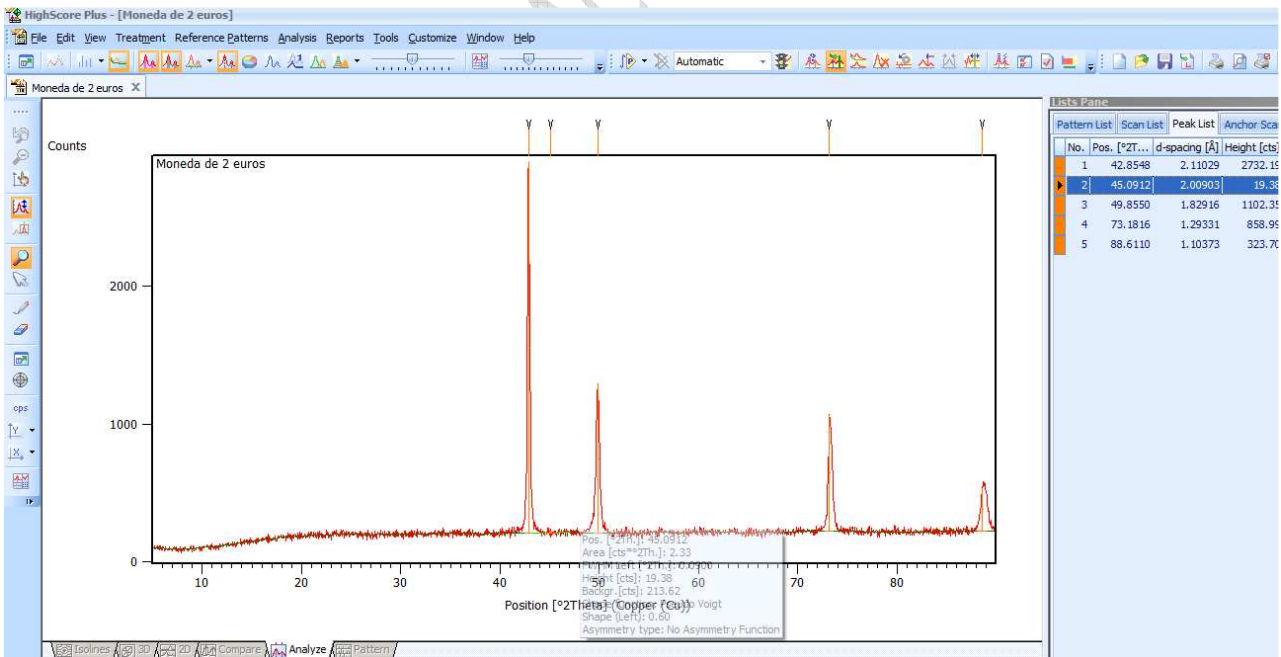


Figura 25-. Inserción de un pico en el listado

De igual forma, el usuario puede eliminar un máximo de difracción del listado de picos. Seleccionado un máximo de difracción del listado, pulsando el lado de derecho del ratón y pulsando 'Delete Peak' puede eliminar ese pico.

De esta forma el usuario define el conjunto de máximos de difracción que caracterizan a la muestra.

Este conjunto de máximos de difracción es el que se comparará con la base de datos ICDD para obtener información sobre las fases que pueden componer la muestra.

Por otro lado, sobre el difractograma podemos controlar la visualización de los máximos de difracción. En el menú superior hay un icono con barras verticales. Si se pincha y se despliegan las opciones pueden ocultarse los picos de la muestra, o verse sólo en el exterior del difractograma, o solo en el interior o en ambos (ver Figura 26)

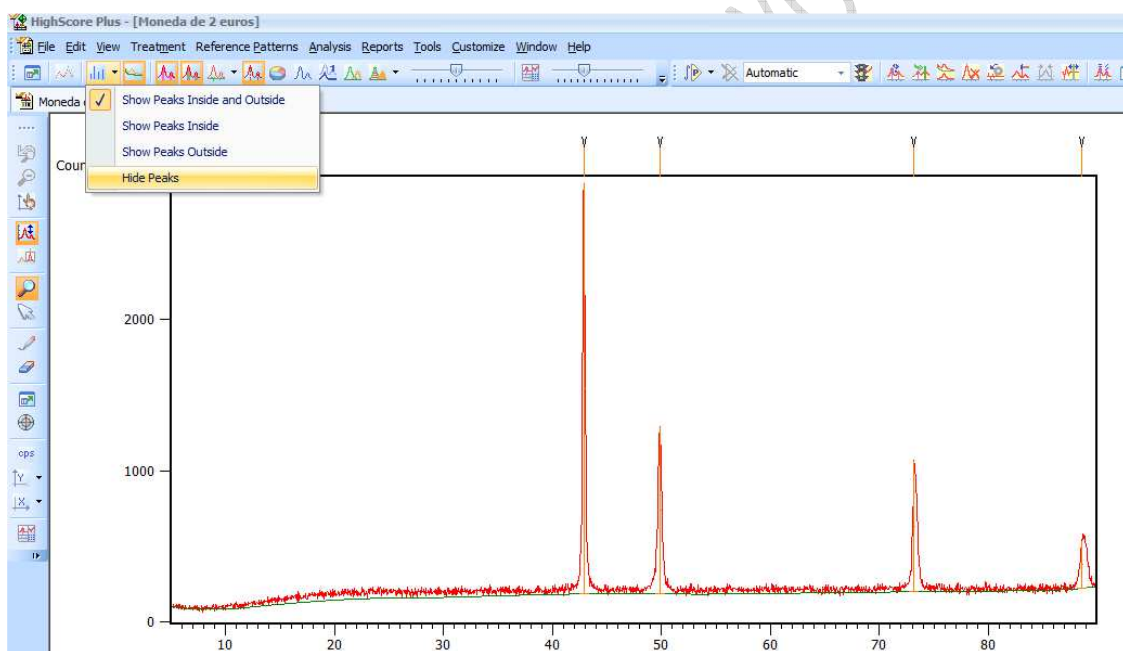


Figura 26-. Control de visualización de los máximos de difracción

El programa *HighScore Plus* puede realizar búsqueda de fases sin restricciones, es decir, sin ninguna indicación de la posible composición de la muestra, con resultados bastante notorios, pero la búsqueda es mucho más efectiva si se aporta algún tipo de información.

Esto se hace mediante la creación de un fichero de restricciones.

c) Creación de un fichero de restricciones

En la pantalla del programa *HighScore Plus*, en la parte inferior, hay un icono verde similar a un embudo. Pinchando sobre él se accede a la creación de un fichero de restricciones (ver Figura 27).

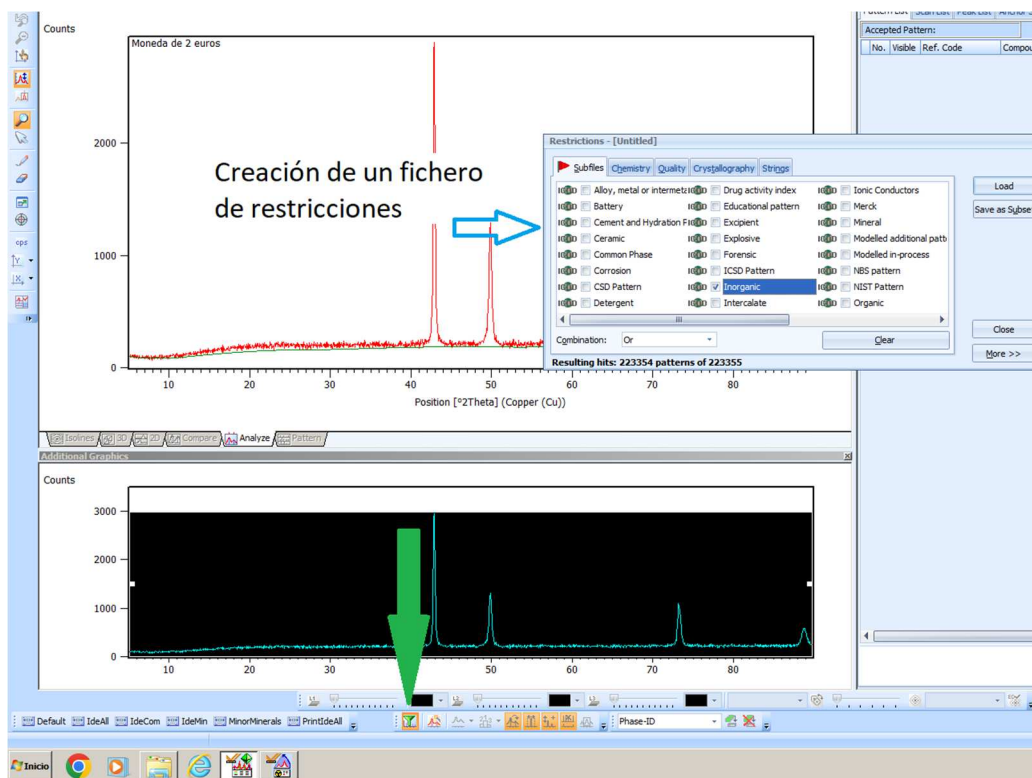


Figura 27-. Creación de un fichero de restricciones

Aparecen varias pestañas según el tipo de restricciones de búsqueda que se quiera imponer:

- i) Tipo de fase: inorgánica, orgánica, mineral, ect
- ii) Composición química: elementos químicos que puedan componer la muestra.
- iii) Calidad de las fichas. No todas las fichas que componen la base de datos ICDD tienen idéntica calidad, bien por ser antiguas, o porque las condiciones experimentales indicadas por los autores de la ficha no están del todo claras. Las fichas marcadas como 'Star' son las de calidad más alta, fases experimentales y bien caracterizadas. La ayuda del programa informa sobre el significado de todas las marcas de calidad.
- iv) Cristalografía. Pueden realizarse búsquedas en rangos de parámetros de red, densidad, o grupo espacial o sistema cristalino.
- v) Varios ('Strings'). Puede buscarse por la formula, por el color, por el nombre del autor, o la revista donde se publicó la referencia.

En las Figuras 28 a 32 pueden verse todas las restricciones

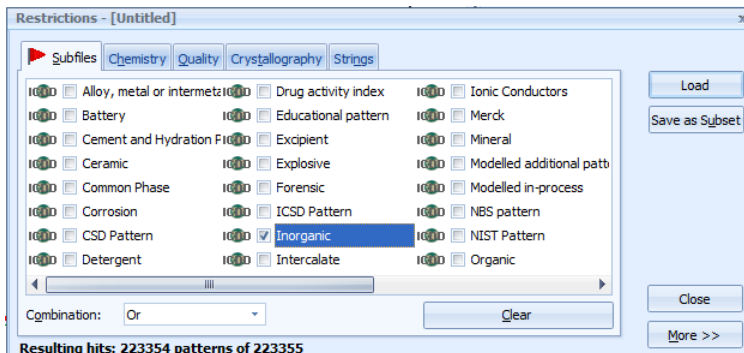


Figura 28.- Restricciones por tipo de fase

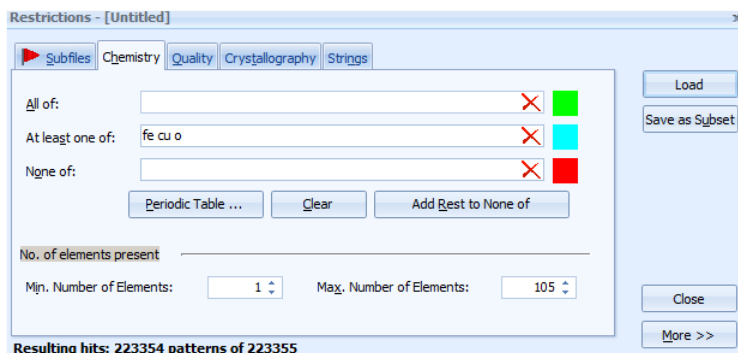


Figura 29.- Restricciones por composición

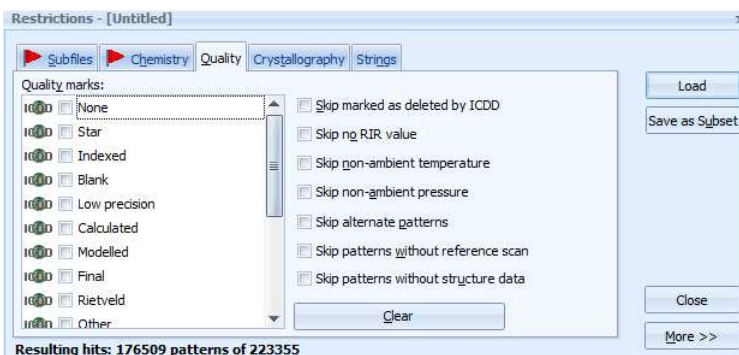


Figura 30.- Restricciones por calidad de las fichas

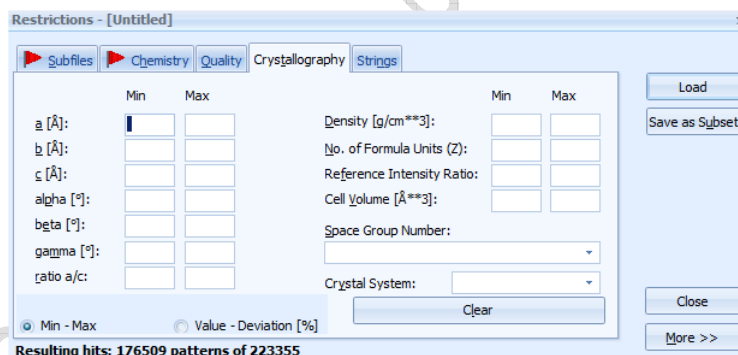


Figura 31.- Restricciones por parámetros cristalográficos

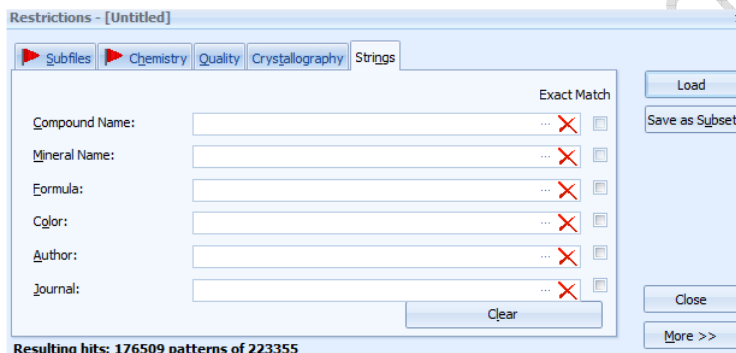


Figura 32.- Restricciones varias

Abbr.	Meaning	Explanation
B	Blank quality	neither S, I or O; no quant. confirmation
C	Calculated quality	calculated from single-crystal structure data with R < 0.10
O	Low precision quality	high precision d-values, intensities may differ from experimental pattern.
H	Hypothetical quality	multi-phase or poor chemical characterization (see comment)
I	Indexed quality	patterns with theoretically calculated structure
P	Prototyping quality	2nd best, indexed, single phase almost certain, very little or no impurities
R	Rietveld quality	LPF entry, where spacegroup and coordinates are not from the primary literature
S	Star quality	d-values are directly from a Rietveld refinement, not often used
D	Deleted by ICDD	high- quality , single phase, indexed, good chemistry, no impurities
UD	Deleted by User	pattern replaced by another, better pattern
UE	User Edited (RIR)	marked deleted by a user (a real deletion is not possible)
Other selectors (shown in the document history):		
Skip non-ambient temperature		RIR value manually edited by a user
Skip non-ambient pressure		patterns measured at non-ambient temperature
Skip alternate patterns		patterns measured at non-ambient pressure
		synthetic patterns when a natural equivalent of the same quality exists

Figura 33.- Significado de las diferentes marcas de calidad de las fichas

El tipo de restricción más habitual es la composicional. En la Figura 29 puede verse la que se ha considerado para la muestra 'Moneda de 2 euros'. Los elementos químicos se han situado en la caja marcada en azul. Esto significa que el programa buscará todas las posibles combinaciones de los elementos indicados pudiendo o no aparecer en la composición. Por el contrario, si un elemento se situara en la caja verde se le fuerza a que aparezca en la composición de la fase candidata.

De igual forma, en las restricciones de la composición química (Figura 29) se pueden seleccionar los elementos directamente sobre la tabla periódica pinchando en la opción correspondiente ('Periodic Table...').

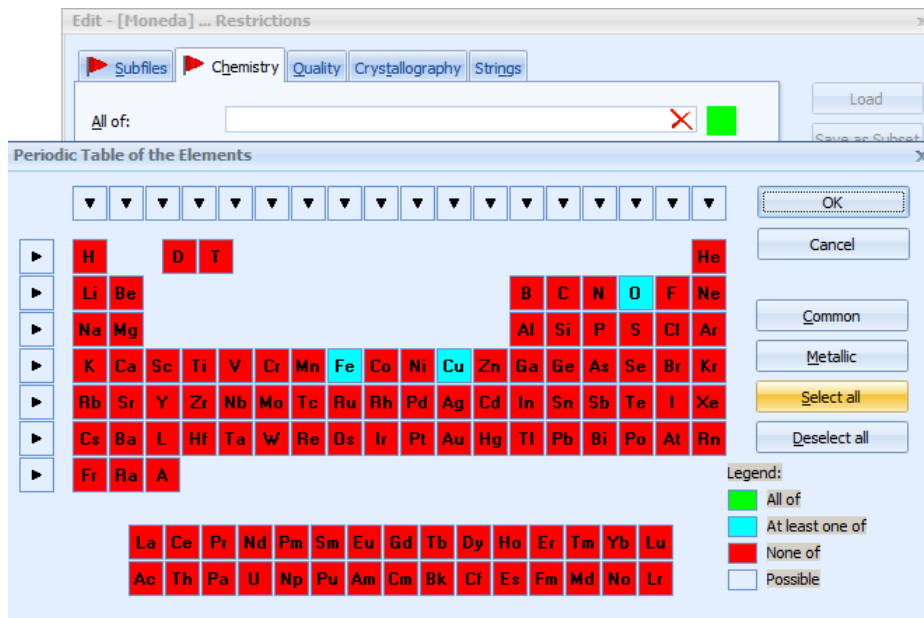


Figura 34-. Selección de elementos en la tabla periódica

Pulsando secuencialmente sobre un elemento podemos alternar el color.

Una vez establecidas las restricciones, se procede a guardar el fichero de restricciones.

Para ello se pulsa en 'More...' y en menú desplegado se pulsa el icono de 'guardar' (ver Figuras 35 y 36). Y se indica el nombre con el que se desea guardar el fichero, en este caso 'Moneda'.

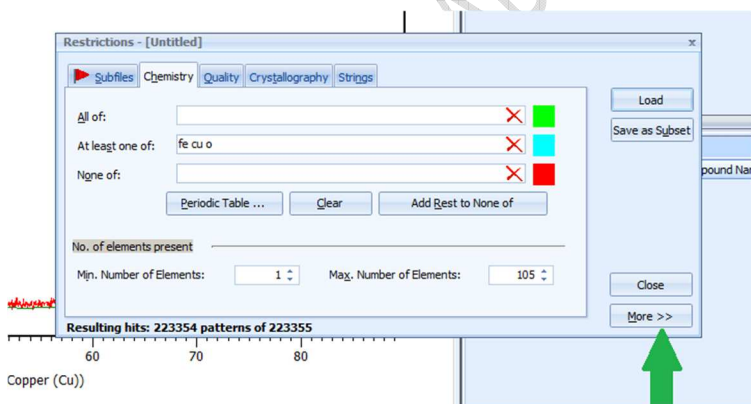


Figura 35-. Guardar el fichero de restricciones (1)

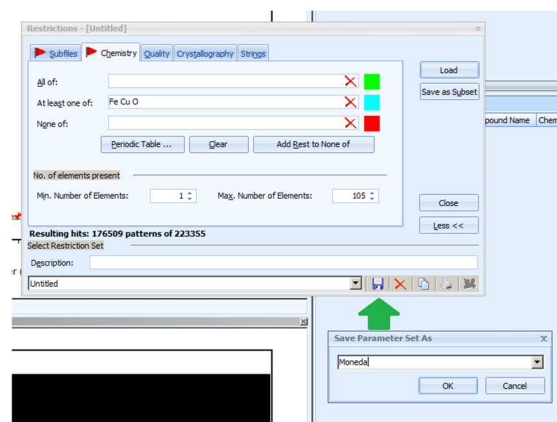


Figura 36-. Guardar el fichero de restricciones (2)

d) Comparación con la base de datos ICDD

Una vez creado el fichero de restricciones se procede a comparar el conjunto de máximos de difracción de la muestra con los de las fases presentes en la base de datos que satisfacen los criterios de restricción que hemos impuesto.

Para ello, en el menú superior se pulsa en 'Analysis', luego en 'Search & Match' y en 'Execute Search & Match' (ver Figura 37)

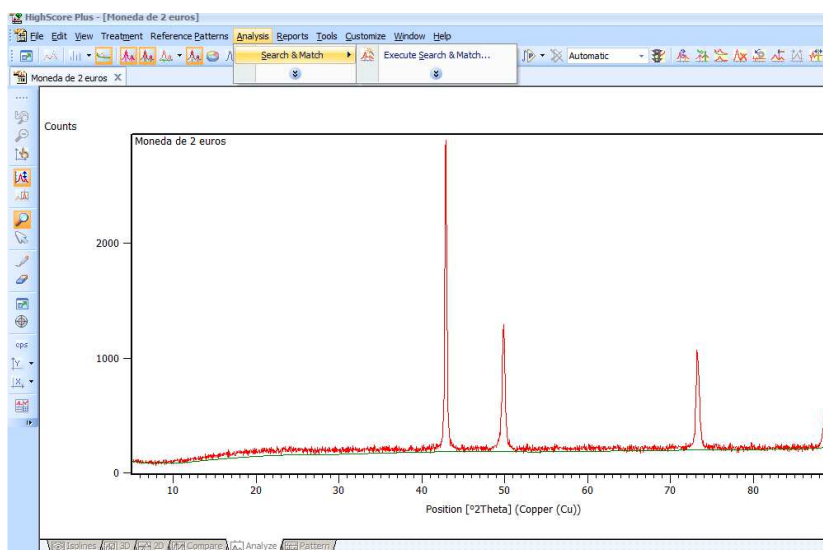


Figura 37-. Inicio del proceso de identificación de fases

Aparecerá un cuadro de diálogo. Si se pulsa la pestaña 'Restriction Set' y pinchamos en el menú desplegable, se puede encontrar el fichero de restricciones creado anteriormente (Figura 38).

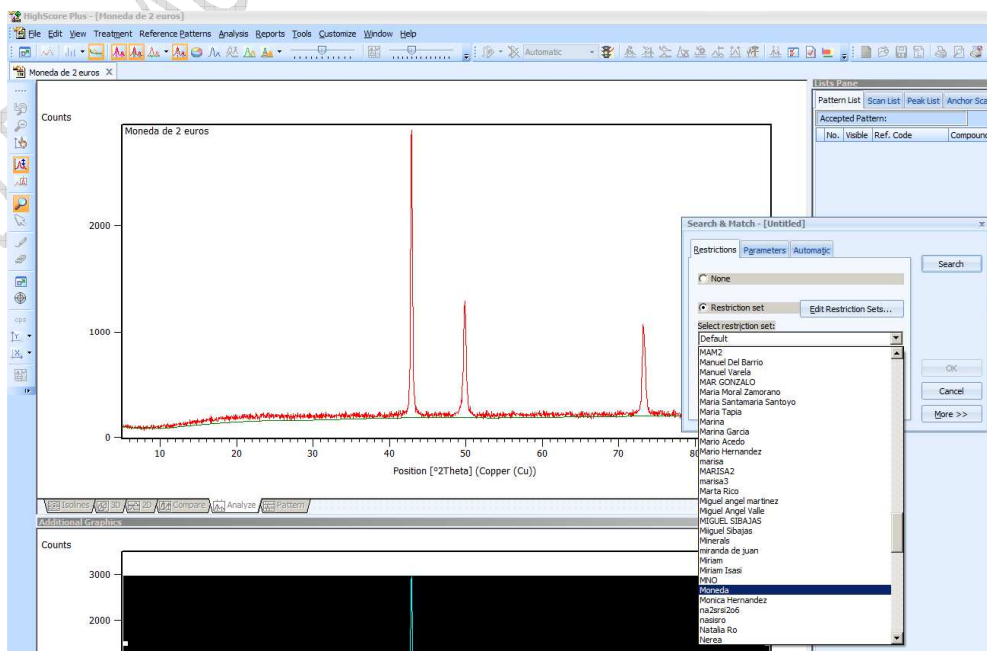


Figura 38-. Selección del fichero de restricciones

Pinchando sobre el fichero deseado éste queda cargado. Se puede pinchar sobre la pestaña 'Edit Restriction Set..' si se desea efectuar alguna modificación sobre el fichero de restricciones (Figura 39)

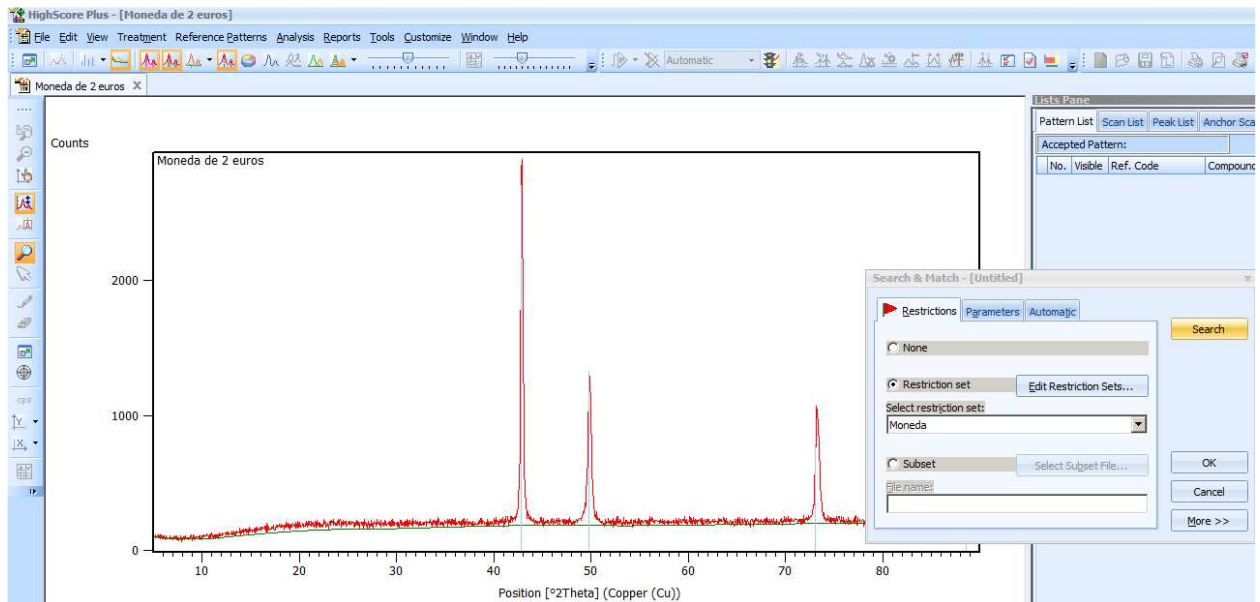


Figura 39-. Opciones del fichero de restricciones

Si se pincha en la pestaña 'Parameters' (Figura 40), se puede seleccionar el tipo de búsqueda que se desea efectuar: si buscar mezcla de fases o fase única, si tener en cuenta únicamente las posiciones angulares de los máximos de difracción, o sólo las intensidades relativas, o ambas.

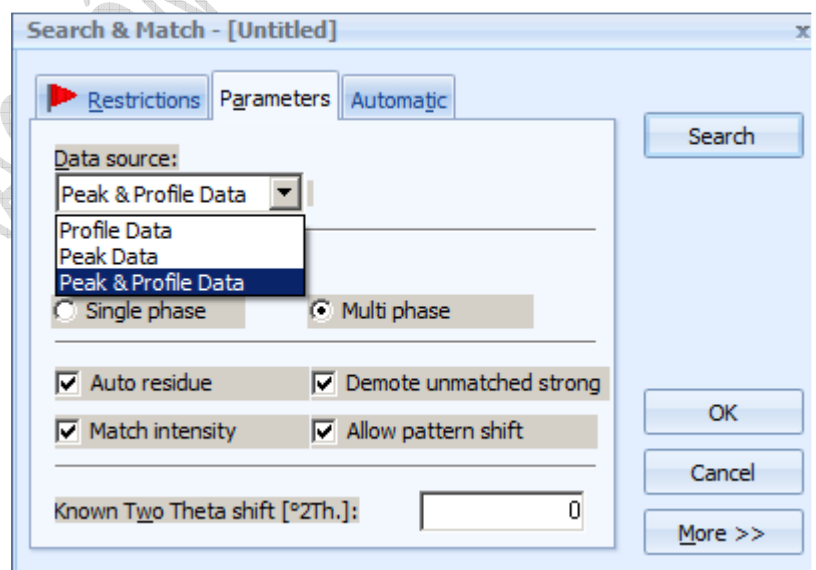


Figura 40-. Selección del tipo de búsqueda

Una vez establecidas todas las modificaciones y características de la búsqueda se salvan convenientemente pulsando en *More >>* y después pulsando en el icono de guardar. Luego se pulsa en el botón 'Search' (en amarillo en la Figura 39) y se obtiene el siguiente resultado:

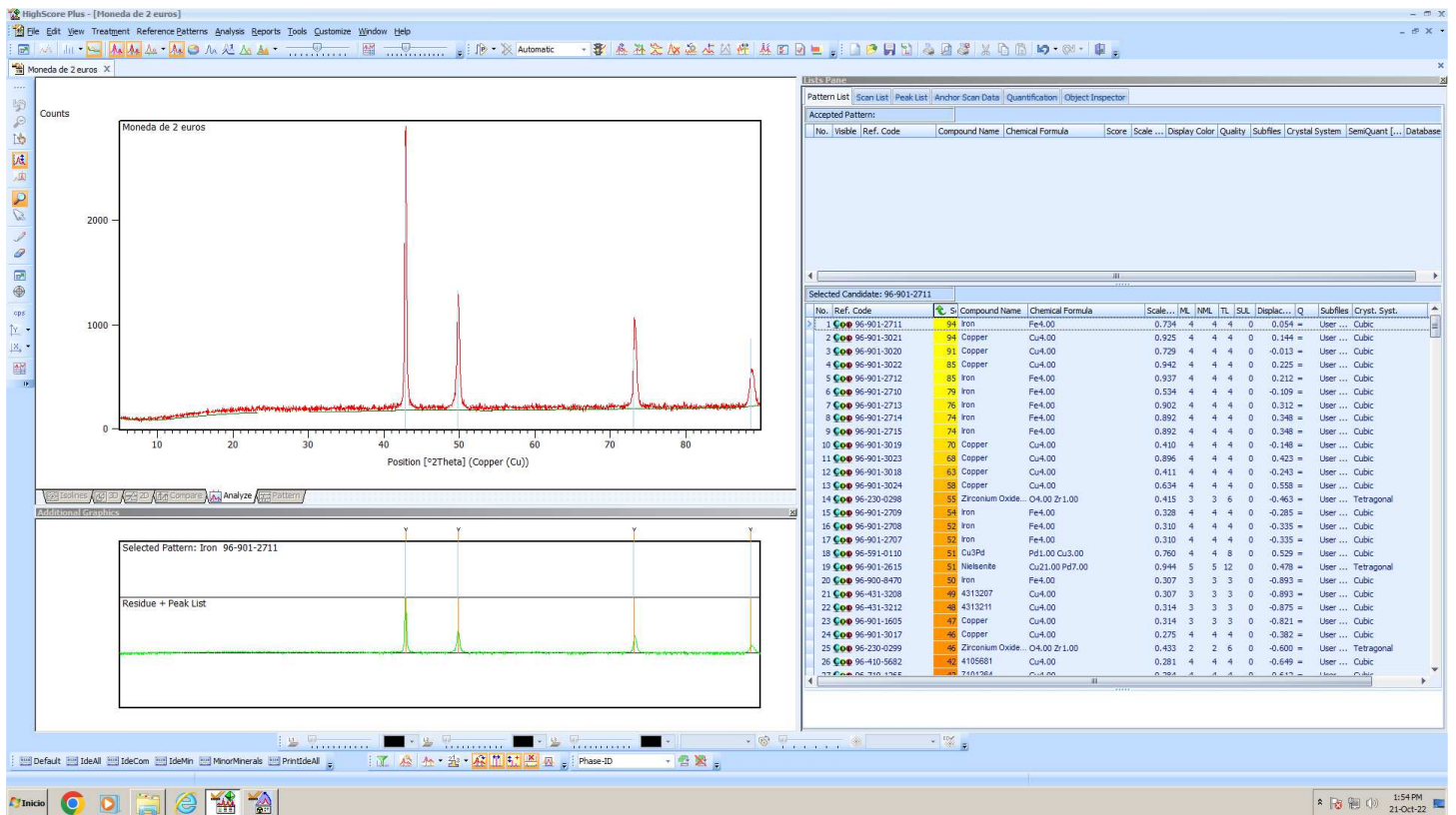


Figura 41-. Resultado de la búsqueda de fases

En el listado de la derecha aparecen las fases candidatas ordenadas según el grado de coincidencia de sus máximos de difracción con los de la muestra.

Selected Candidate: 96-901-2711

No.	Ref. Code	Si	Compound Name	Chemical Formula	Scale...	ML	NML	TL	SUL	Displac...	Q	Subfiles	Cryst. Syst.
1	96-901-2711		Iron	Fe4.00	0.734	4	4	4	0	0.054	=	User ...	Cubic
2	96-901-3021	94	Copper	Cu4.00	0.925	4	4	4	0	0.144	=	User ...	Cubic
3	96-901-3020	91	Copper	Cu4.00	0.729	4	4	4	0	-0.013	=	User ...	Cubic
4	96-901-3022	85	Copper	Cu4.00	0.942	4	4	4	0	0.225	=	User ...	Cubic
5	96-901-2712	85	Iron	Fe4.00	0.937	4	4	4	0	0.212	=	User ...	Cubic
6	96-901-2710	79	Iron	Fe4.00	0.534	4	4	4	0	-0.109	=	User ...	Cubic
7	96-901-2713	76	Iron	Fe4.00	0.902	4	4	4	0	0.312	=	User ...	Cubic
8	96-901-2714	74	Iron	Fe4.00	0.892	4	4	4	0	0.348	=	User ...	Cubic
9	96-901-2715	74	Iron	Fe4.00	0.892	4	4	4	0	0.348	=	User ...	Cubic
10	96-901-3019	70	Copper	Cu4.00	0.410	4	4	4	0	-0.148	=	User ...	Cubic
11	96-901-3023	68	Copper	Cu4.00	0.896	4	4	4	0	0.423	=	User ...	Cubic
12	96-901-3018	63	Copper	Cu4.00	0.411	4	4	4	0	-0.243	=	User ...	Cubic
13	96-901-3024	58	Copper	Cu4.00	0.634	4	4	4	0	0.558	=	User ...	Cubic
14	96-230-0298	55	Zirconium Oxide	O4.00 Zr 1.00	0.415	3	3	6	0	-0.463	=	User ...	Tetragonal
15	96-901-2709	54	Iron	Fe4.00	0.328	4	4	4	0	-0.285	=	User ...	Cubic
16	96-901-2708	52	Iron	Fe4.00	0.310	4	4	4	0	-0.335	=	User ...	Cubic
17	96-901-2707	52	Iron	Fe4.00	0.310	4	4	4	0	-0.335	=	User ...	Cubic
18	96-591-0150	52	Cu3Pd	Pd1.00 Cu3.00	0.760	4	4	8	0	0.529	=	User ...	Cubic
19	96-901-2615	51	Nielsenite	Cu21.00 Pd7.00	0.944	5	5	12	0	0.478	=	User ...	Tetragonal
20	96-900-8470	50	Iron	Fe4.00	0.307	3	3	3	0	-0.893	=	User ...	Cubic
21	96-431-3208	49	4313207	Cu4.00	0.307	3	3	3	0	-0.893	=	User ...	Cubic
22	96-431-3212	48	4313211	Cu4.00	0.314	3	3	3	0	-0.875	=	User ...	Cubic
23	96-901-1605	47	Copper	Cu4.00	0.314	3	3	3	0	-0.821	=	User ...	Cubic
24	96-901-3017	46	Copper	Cu4.00	0.275	4	4	4	0	-0.382	=	User ...	Cubic
25	96-230-0299	46	Zirconium Oxide	O4.00 Zr 1.00	0.433	2	2	6	0	-0.600	=	User ...	Tetragonal
26	96-410-5682	42	4105681	Cu4.00	0.281	4	4	4	0	-0.649	=	User ...	Cubic
27	96-710-1265	42	7101264	Cu4.00	0.284	4	4	4	0	-0.612	=	User ...	Cubic

Figura 42-. Listado de fases candidatas

Este grado de coincidencia viene determinado por el parámetro 'Score' (ver la ayuda del programa para más detalles). También puede ordenarse la lista de fases candidatas por el nombre del compuesto, por la formula, ect. Ver Figura 42.

En el caso de la Figura 42, pinchando sobre la fase con score más alto y arrastrándola hacia la caja superior se obtiene lo siguiente:

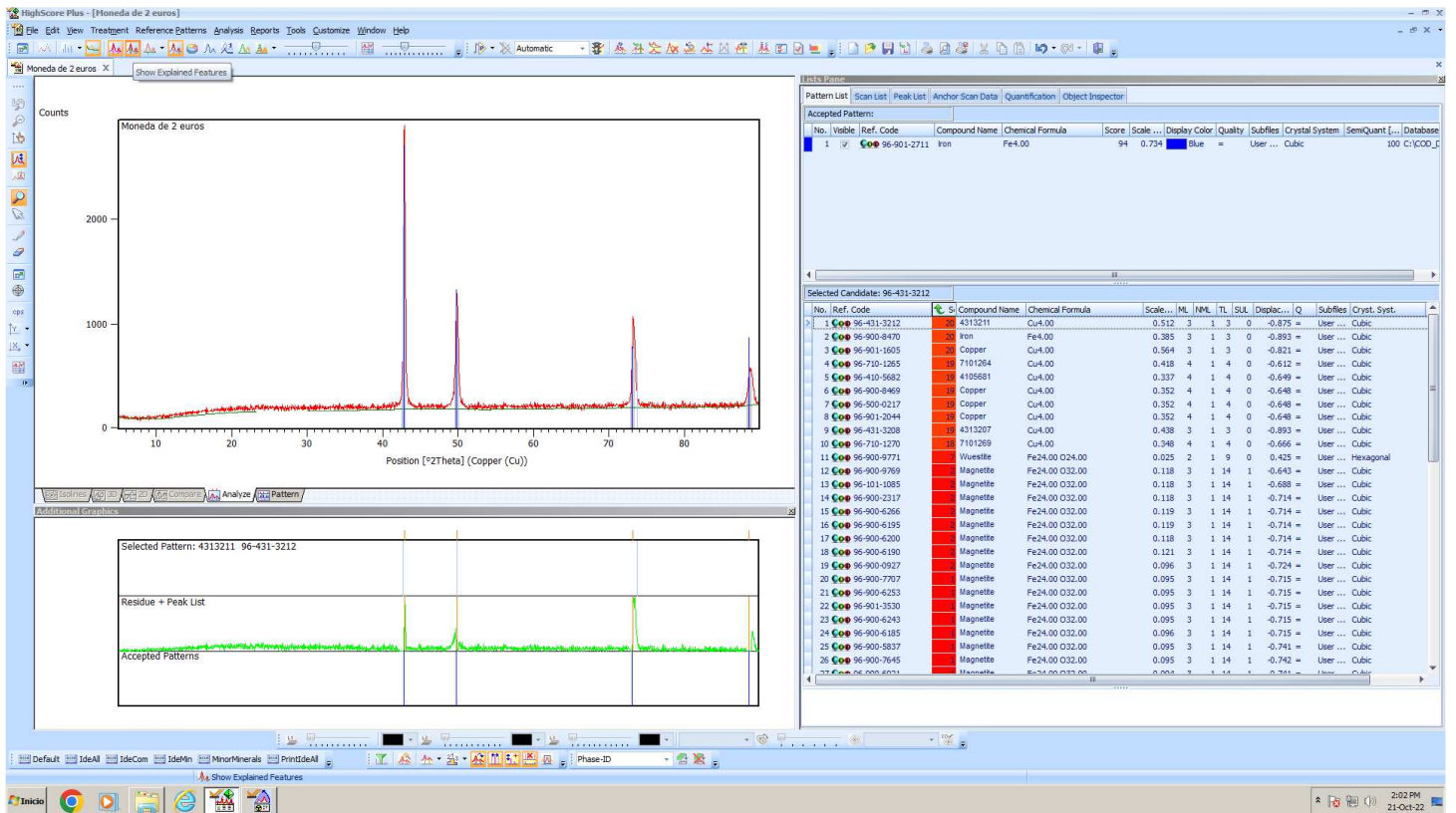


Figura 43-. Selección de una fase candidata

La fase seleccionada queda fijada y la lista de candidatos se reordena, recalculándole el score de cada una de ellas sin tener en cuenta los máximos de difracción de la fase ya fijada. Este proceso se repetiría hasta justificar todos los máximos de difracción de la muestra.

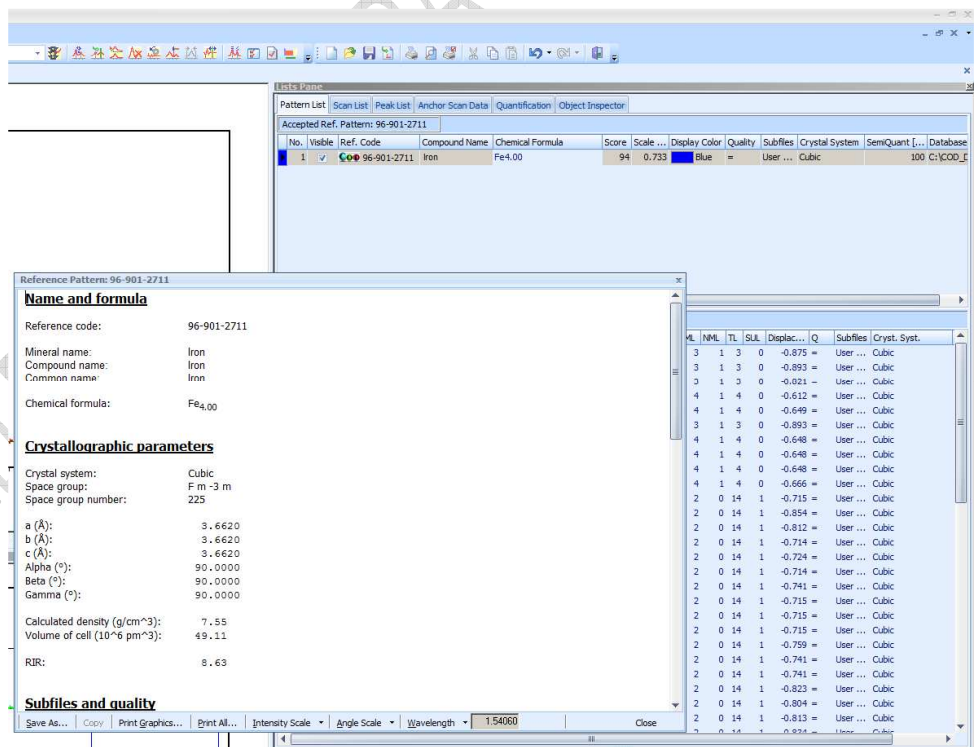


Figura 44-. Visualización de la ficha ICDD

Pulsando sobre cualquier fase del listado se puede visualizar la ficha ICDD correspondiente. La ficha puede imprimirse en formato pdf.

e) Informe con los resultados obtenidos

Una vez realizada la identificación de fases se puede generar un informe de los resultados obtenidos. Para ello, en el menú superior se pulsa *Reports* ⇒ *Create RTF Report* y luego se selecciona un formato, en el caso de la Figura 45 el formato por defecto (*Default*)

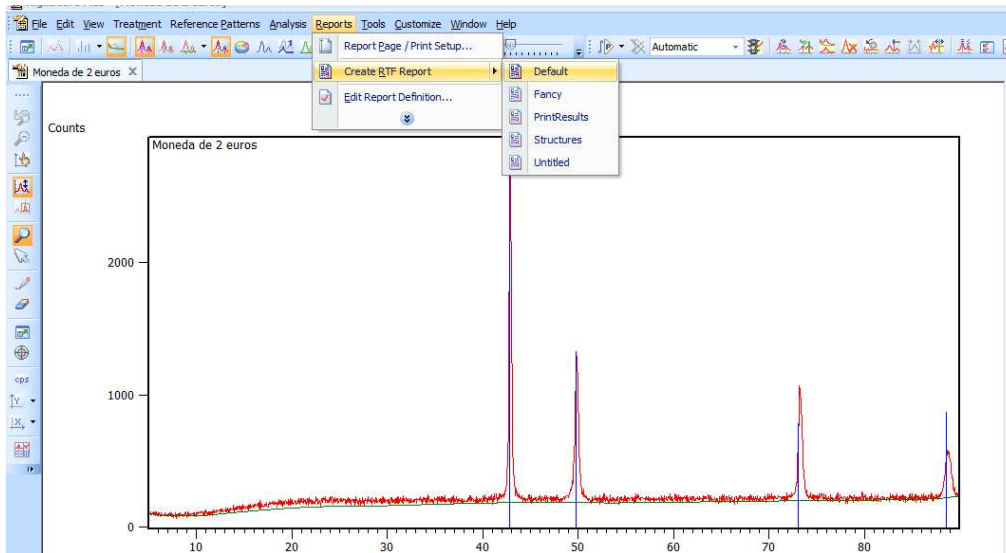


Figura 45-. Creación de un informe de los resultados de la identificación

En el informe puede verse un listado de picos, el resultado de la identificación de fases y las características del difractómetro y de la medida realizada (ver Figuras 46 y 47)

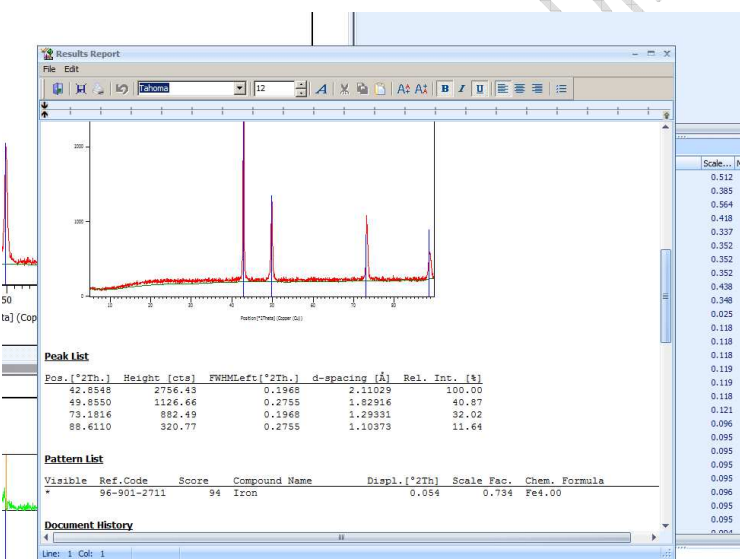


Figura 46-. Informe de los resultados (1)

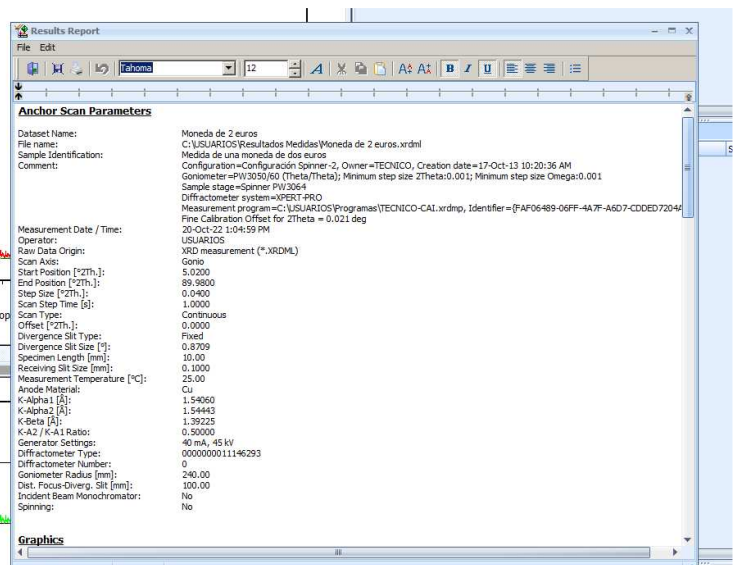


Figura 47-. Informe de los resultados (2)

El fichero RTF que se genera queda grabado por defecto en la carpeta 'Resultados Medidas' (Ver Figura 48).

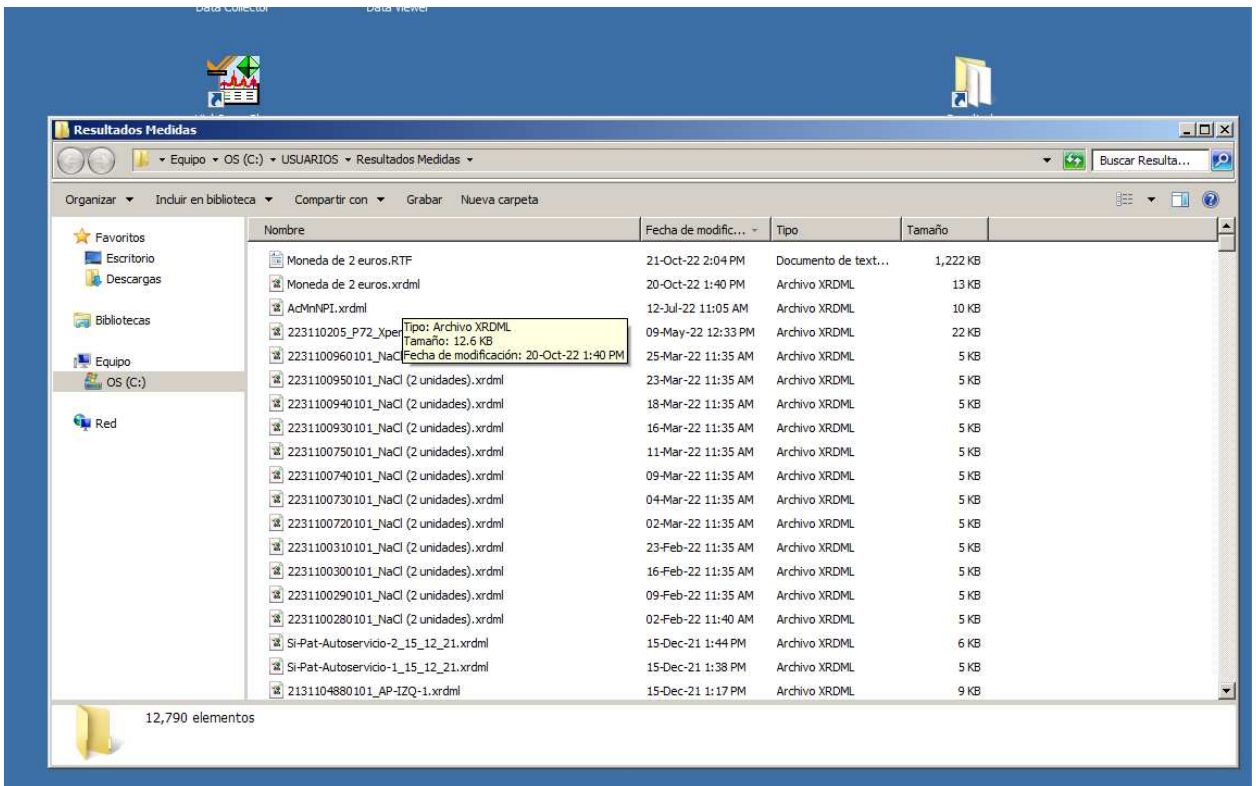


Figura 48-. Fichero del informe en la carpeta de Resultados Medidas

Como cualquier otro fichero diferente al xrdml , el usuario copiará el fichero RTF en un pendrive o se lo enviará por internet y lo borrará (¡ **extremando las precauciones para no borrar ningún fichero xrdml !**)

f) Algunas operaciones sobre un difractograma

Sobre un difractograma pueden realizarse algunas operaciones, como son:

- a) Eliminación del fondo
- b) Eliminación del ensanchamiento de pico debido a la longitud de onda K-alfa2
- c) Ajuste de perfil

Eliminación del fondo

Un difractograma puede mostrar un fondo, que puede ser debido a las características de la muestra y a la óptica usada en el difractómetro. Este fondo puede eliminarse.

En el menú superior se pulsa *Treatment* \Rightarrow *Determine Background*. Aparece el siguiente cuadro de diálogo (Figura 49):

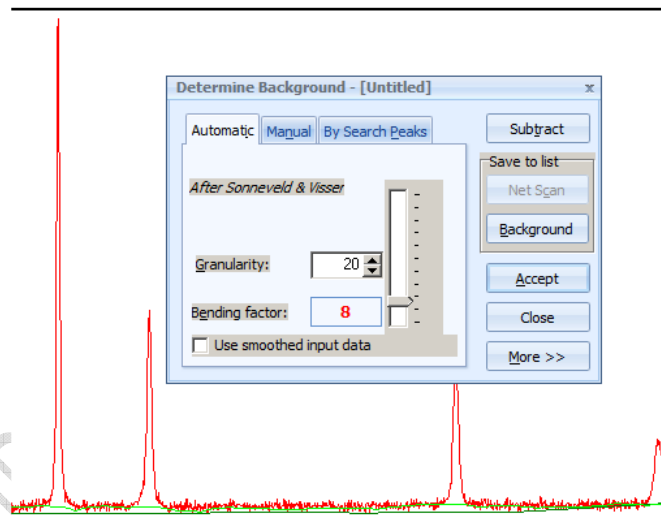


Figura 49-. Estimación del fondo en modo automático

Por defecto se estima el fondo de forma automática (aparece como una línea de color verde en la base difractograma). En este modo se puede modificar el número de puntos de la estimación del fondo (*granularity*) y el factor de doblado (*bending factor*), es decir si el fondo es recto o el grado de seguimiento de las ondulaciones de las bases de los máximos de difracción.

También se puede determinar el fondo de forma manual, pulsando la pestaña 'Manual' (ver Figura 49). Aparece un fondo con un número determinado de puntos (Figura 50).

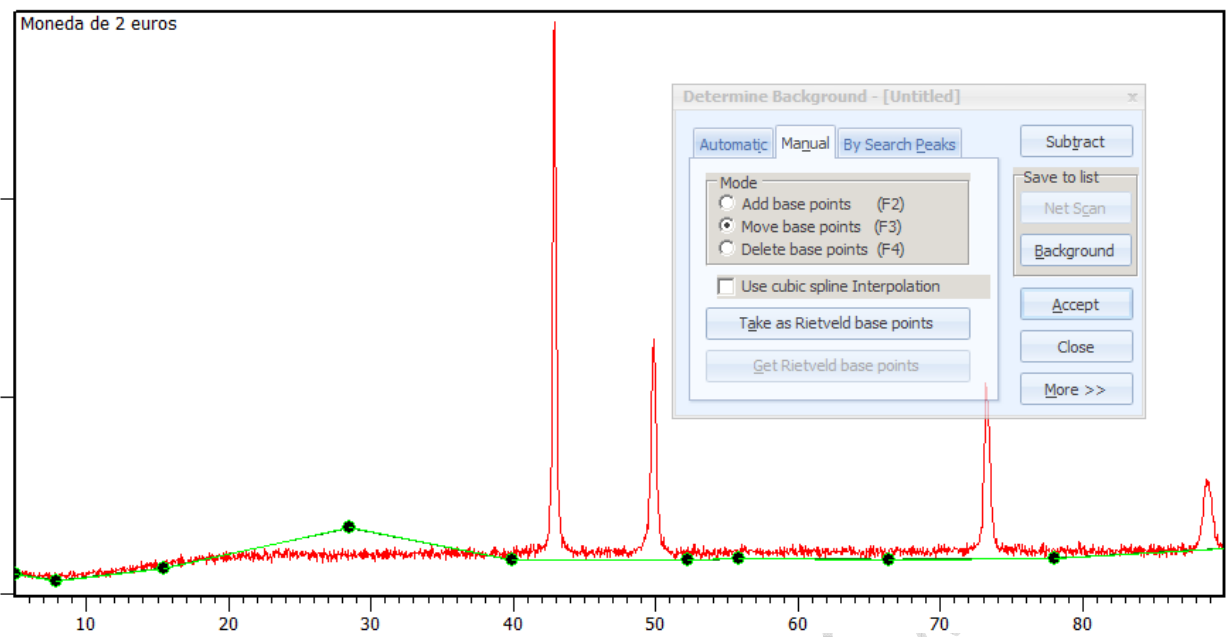


Figura 50-. Estimación del fondo en modo manual

Seleccionando la opción correspondiente se puede mover un punto, crear puntos adicionales, o eliminar puntos. Una vez ajustado el fondo, bien de forma automática o manual se pulsa el botón 'Subtract' (ver Figura 51).

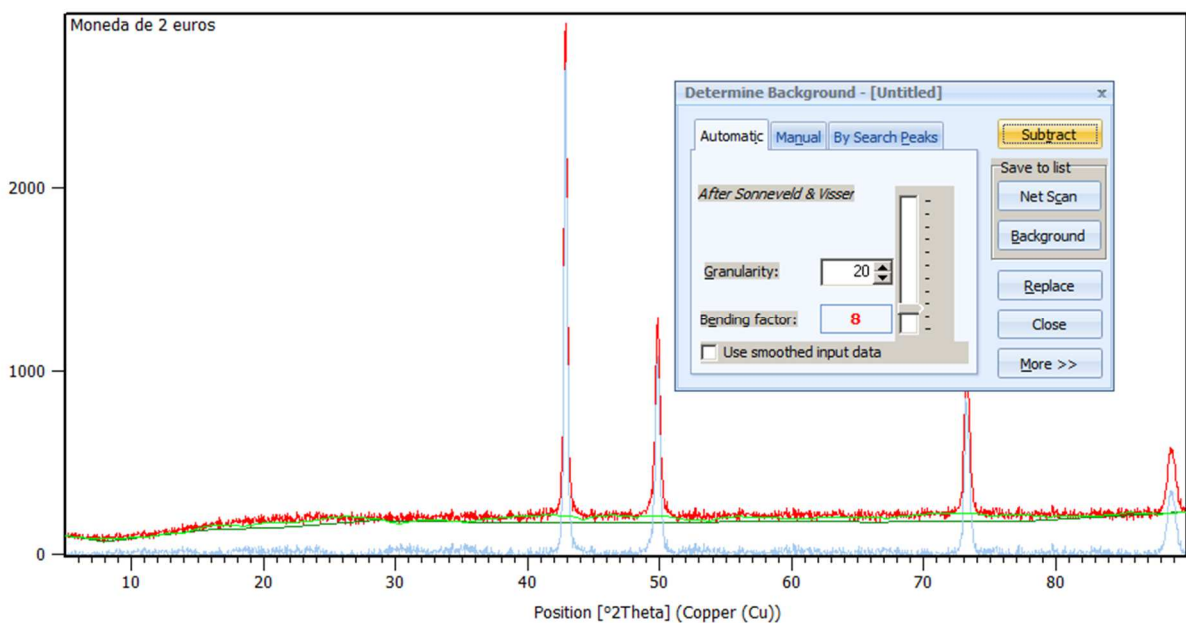


Figura 51-. Estimación del difractograma sin fondo

En gris aparece el difractograma sin fondo. Si se quiere modificar algún parámetro puede hacerse. Pulsando en 'Replace' este difractograma sustituirá al original. Y

puede guardarse pulsando se pulsa *File* \Rightarrow *Save As...* y seleccionando el formato de fichero deseado en el menú desplegable que aparece.

Eliminación del ensanchamiento de pico debido a la longitud de onda K-alfa2

El tubo de rayos X del difractómetro *X'Pert Powder* dispone de un ánodo de cobre que emite una longitud de onda principal llamada K-alfa1 cuya longitud de onda es 1,540598 Å. También emite otra longitud de onda, de menor intensidad, llamada K-alfa2 y con longitud de onda 1,544426 Å. Al tener longitudes de onda tan próximas, los máximos de difracción que producen se solapan, mostrando éstos un ancho mayor al que deberían tener con una longitud de onda perfectamente monocromática. A ángulos altos, y debido a la forma matemática de la ley de Bragg, las contribuciones de ambas longitudes de onda se separan pudiéndose apreciar máximos de difracción intensos a la derecha de los cuales aparece un hombro a la mitad de intensidad. Este hombro corresponde a la contribución de la longitud de onda K-alfa2. Si se pulsa en el menú superior *Tools* \Rightarrow *Spectral Lines* aparece la herramienta que permite determinar las posiciones relativas de las longitudes K-alfa1 y K-alfa2.

En ensanchamiento debido a la longitud de onda K-alfa 2 puede determinarse y eliminarse del difractograma original. En el menú superior se pulsa *Treatment* \Rightarrow *Strip K-Alpha2*. Aparecerá el siguiente cuadro de diálogo (Figura 52):

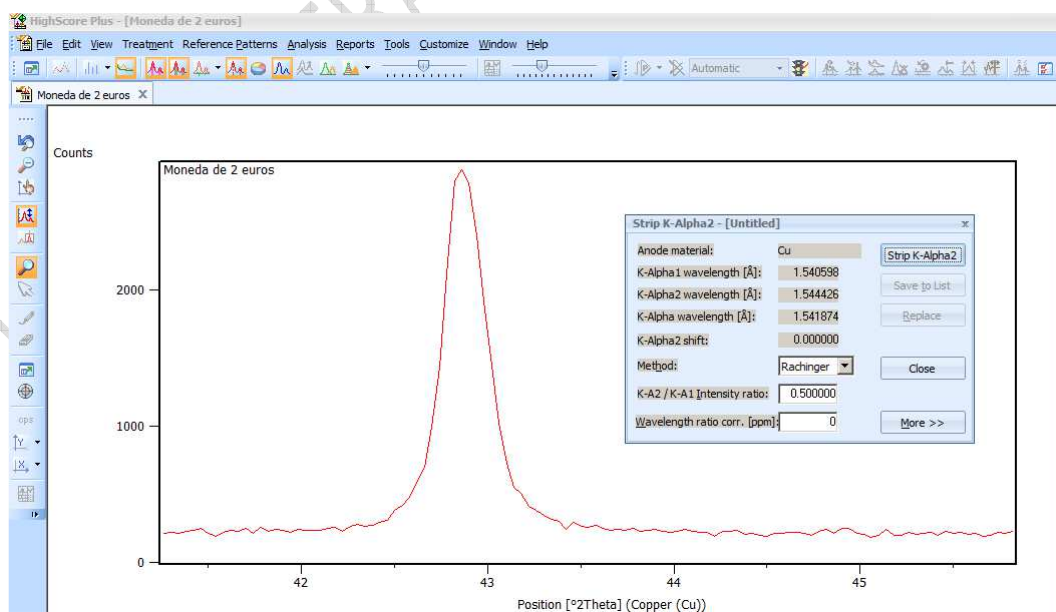


Figura 52.- Parámetros para eliminar la contribución K-alfa2

En el cuadro de diálogo pueden modificarse el método de eliminación (ver la ayuda del programa) y la relación precisa de intensidades que puede determinarse sobre el difractograma en los máximos de difracción de ángulos altos en donde las contribuciones de K-alfa1 y K-alfa2 se hayan separado.

Pulsando en el botón 'Strip K-Alpha2' del cuadro de diálogo aparece lo siguiente:

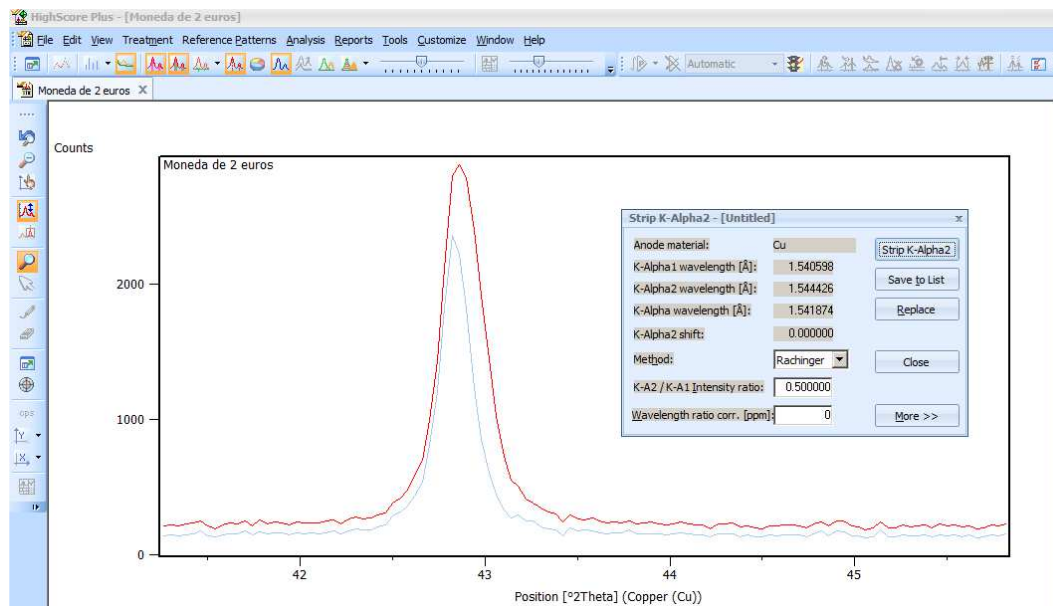


Figura 53-. Eliminación de la contribución K-alfa2

Al igual que en el caso de la eliminación del fondo en gris aparece el difractograma sin la contribución K-alfa2. Si se quiere modificar algún parámetro puede hacerse de ajuste puede hacerse. Pulsando en 'Replace' este difractograma sustituirá al original. Y puede guardarse pulsando se pulsa *File* ⇒ *Save As...* y seleccionando el formato de fichero deseado en el menú desplegable que aparece

Ajuste de perfil

El difractograma que se mide no es continuo, está formado por un conjunto de puntos más o menos próximos según el tamaño de paso que se haya usado en la medida (ver Figura 23).

Para medir características geométricas de un máximo de difracción, como la anchura a mitad de altura, parámetro útil para estimar el tamaño de cristalito usando la fórmula de Scherrer, es adecuado usar una función matemática, con infinitos puntos, en lugar de un conjunto de puntos finito. Para ello se realiza el ajuste de perfil.

Cuando se realiza una búsqueda de los máximos de difracción el programa *HighScore* muestra un ajuste inicial de esos puntos del difractograma con una función matemática, una función *Pseudo-Voigt*, que es una media ponderada entre una función gaussiana y una función lorentziana (ver ayuda).

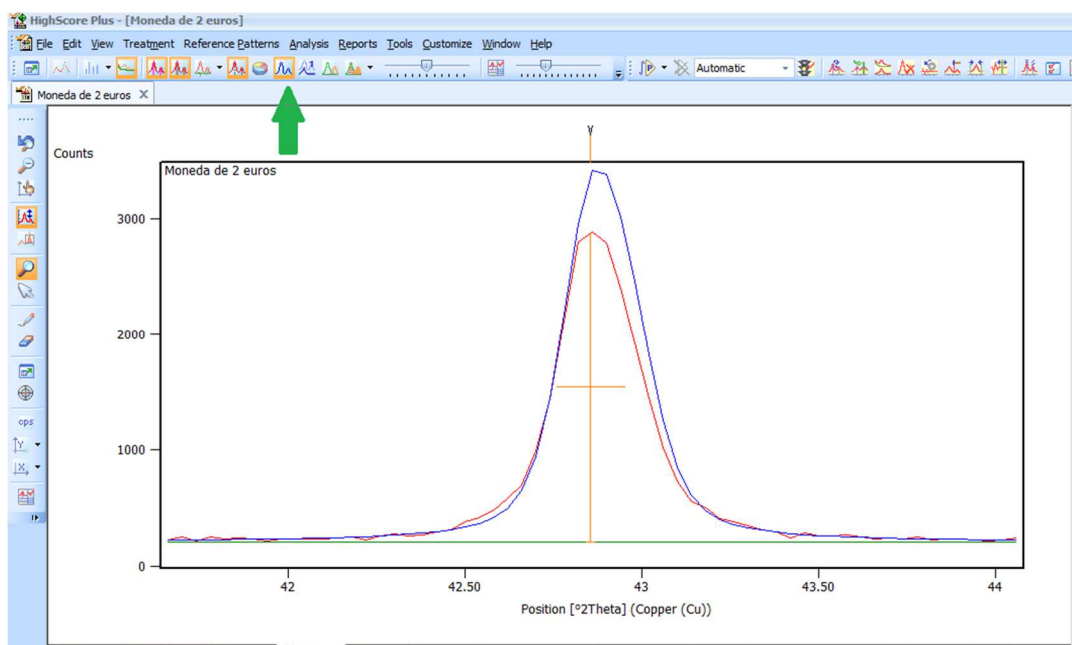


Figura 54-. Ajuste inicial del perfil de un máximo de difracción

En la Figura 54 se muestra el ajuste inicial como una curva de color azul cuya visualización sobre el difractograma puede controlarse mediante el icono señalado en la Figura.

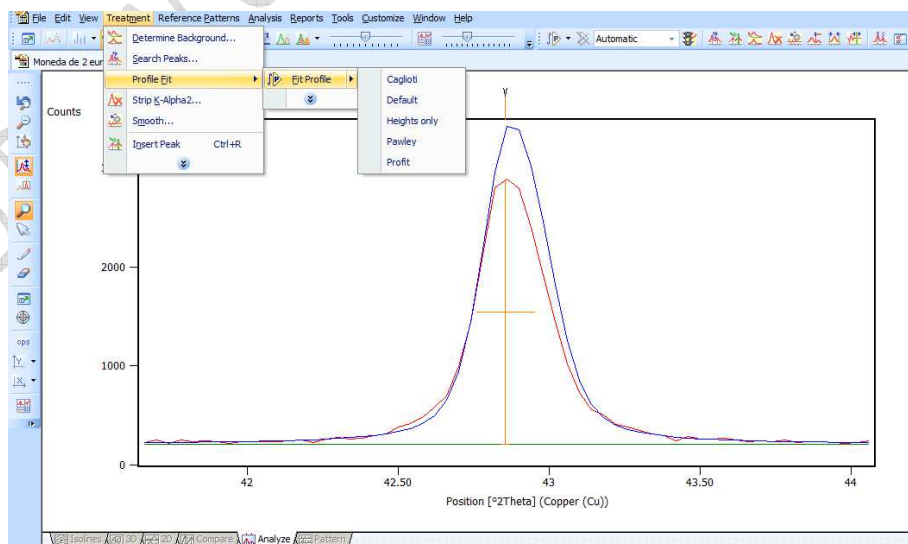


Figura 55-. Selección del ajuste de perfil

Para realizar el ajuste preciso del perfil (Figura 55), en el menú superior se pulsa *Treatment* ⇒ *Profile Fit* ⇒ *Fit Profile* y luego se selecciona un método de ajuste (ver ayuda para su descripción).

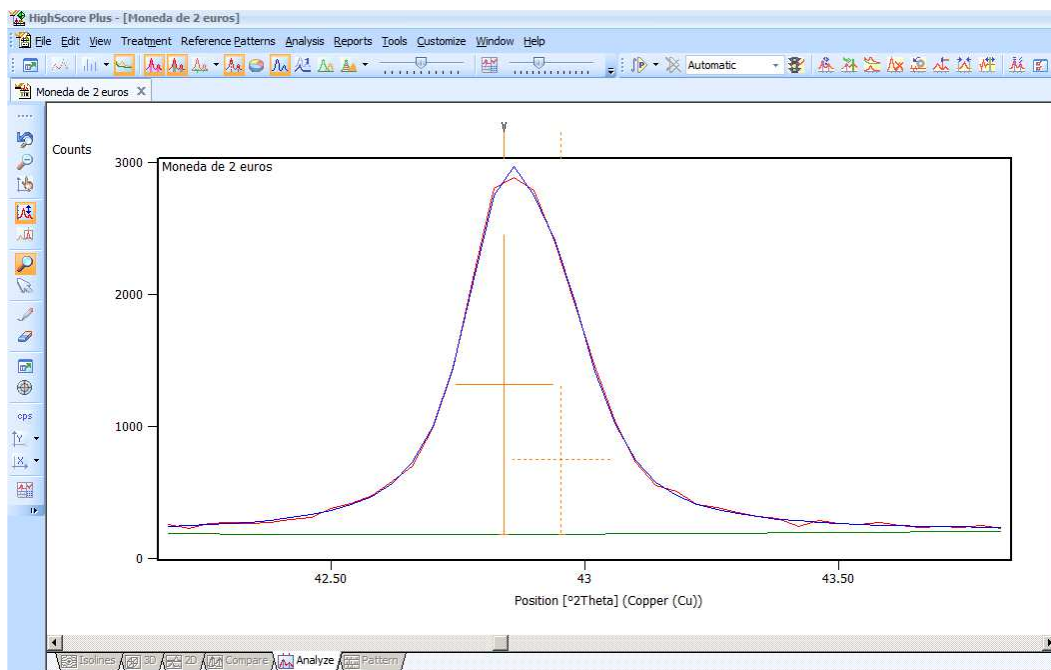


Figura 56-. Resultado del ajuste de perfil

En la Figura 56 se muestra el resultado del ajuste de perfil.

Los parámetros de cada máximo de difracción (posición angular, anchura a la mitad de la altura, ect) se actualizan en listado de máximos de difracción (ver Figura 22) con el ajuste realizado.

A diferencia del ajuste inicial que se realiza sobre todo el difractograma, el ajuste final solo se realiza en la ventana sobre la que se hace zoom.

g) Uso de la ayuda

En el menú superior de *HighScore*, pulsando en 'Help' se accede a la ayuda del programa

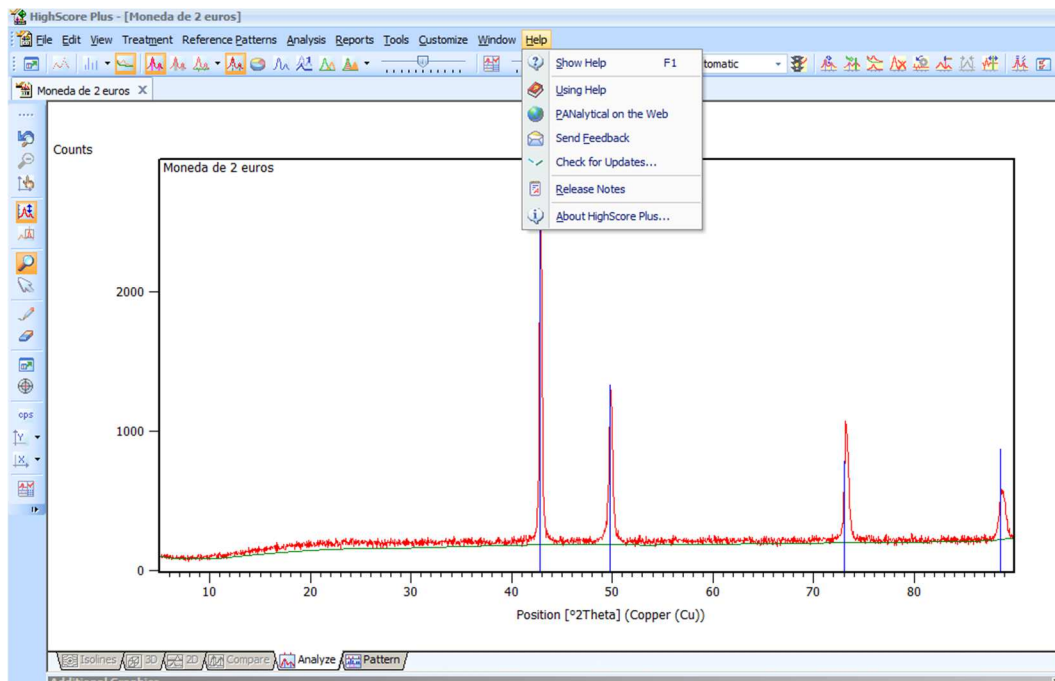


Figura 57-. Ayuda del programa

Pulsando en 'Using Help', se encuentran instrucciones para usar la ayuda

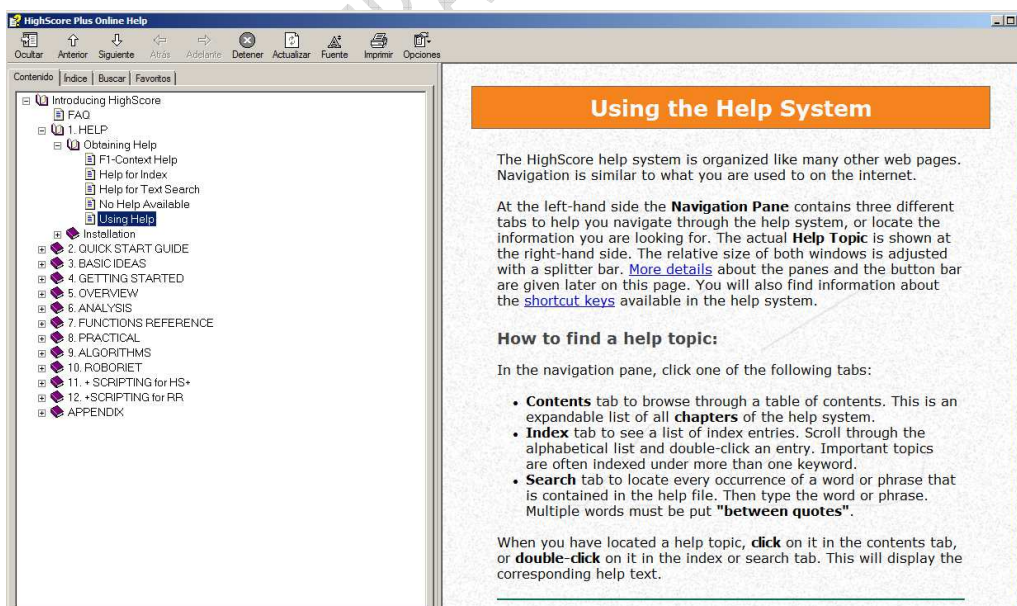


Figura 58-. Uso de la ayuda del programa