



Consideração geral: Preferencialmente, o DRX e o *chiller* não devem estar ligados na ausência de um técnico/estagiário responsável. Caso tenha alguma solicitação especial, esta deve ser autorizada pelo coordenador do equipamento.

Como ligar o difratômetro de raios X D8 Focus

1. Ligar o *chiller* (Unidade Móvel de Água Gelada – UMAG – MECALOR) localizado na área externa do Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN 300 – CAIQ).


a. Girar o botão localizado no painel frontal do *chiller* para a posição “Liga”.



b. Aguardar (30s) enquanto o *chiller* realiza automaticamente os testes de verificação. Se houver algum erro, o painel o indicará com luz vermelha. Neste caso, consulte um dos técnicos da CAIQ.

Obs.: Um dos erros mais frequentes é o “nível baixo” da água, que pode ser solucionado adicionando-se água destilada ou deionizada até o nível do furo de escape. Outro erro frequente é a alta pressão de água na linha, indicando uma possível obstrução, que pode ser solucionado pela troca do filtro.

2. Ligar o difratômetro de raios X (D8 Focus) apertando o botão verde  localizado no painel de operação ao lado direito do equipamento (ver Figura 1).

a. Aguardar um som de “clíc” que indica o travamento das portas.

3. Ligar a Alta Voltagem: girar (e segurar durante 5s) a chave *High Voltage* 90° no sentido horário . Esta chave está localizada no painel de operação ao lado direito do equipamento e imediatamente abaixo do botão verde que liga o difratômetro (ver Figura 1).

a. Os LED's na parte superior do difratômetro ( *X-Ray Service On* ) devem acender neste momento. Caso contrário, consulte um dos técnicos da CAIQ.

b. Aguardar 30 minutos para a estabilização do raio X.

4. Ligar o PC.

Como analisar uma amostra

1. Abrir o programa *XRD Commander*. Marcar as caixas de seleção de *Theta* e *2Theta* [localizados no lado esquerdo acima na janela principal do programa]. Na barra de menu, clicar em *Diffraction; Init Drives*.

a. Aguardar o alinhamento do porta-amostra e do detector.

2. Ajustar a voltagem e a corrente inserindo os valores de 40 kV e 30 mA, respectivamente, nas caixas de texto [localizadas no lado esquerdo abaixo na janela principal do programa *XRD Commander*]. Clicar no botão *Set*.

3. Preencher os parâmetros de análise de acordo com os dados fornecidos no Formulário de Solicitação de cada usuário interessado:

a. Faixa 2θ define os ângulos inicial e final (*Start* e *Stop* no *XRD Commander*), e deve ser limitada de 2 a 120 graus.

b. O passo (*Increment*) deve ser limitado entre 0.01 e 2 graus.

c. A velocidade de varredura (*Scanspeed*) deve ser limitada entre 0.1 e 2 graus/min.

d. Verificar se o parâmetro *Scanspeed* está definido como *deg/min*. Verificar se o parâmetro *Scantype* está definido com *Locked Coupled* e *Step Scan*.

4. Abrir as portas do difratômetro: (I) apertar o botão *Open Door* no painel de operação ao lado direito do equipamento; (II) puxar as maçanetas levemente para trás para liberar as portas e para os lados para abri-las.

a. O LED vermelho “*Alarm*” do painel de indicação ao lado direito do equipamento deve piscar enquanto as portas estiverem destravadas.

5. Posicionar o porta-amostra no equipamento: prender e centralizar o porta-amostra corretamente.

6. Fechar as portas do difratômetro: (I) puxar levemente as maçanetas no sentido de uni-las; (II) empurrar as maçanetas para dentro para travar as portas com um som de “clíc”.

a. O LED vermelho “*Alarm*” do painel de indicação deve apagar com o travamento das portas.

7. No programa *XRD Commander*, clicar no botão *Start* para iniciar a análise.

a. O tempo de análise (em minutos) pode ser calculado como:

Tempo de análise = $(\theta_{Start} - \theta_{Stop}) / (Scanspeed)$

Obs.: Alguns minutos após o término da análise, a voltagem e a corrente se ajustam automaticamente para valores definidos de *standby*: 20 kV e 5 mA.

Como salvar os dados

1. Na barra de menu, clicar em *File; Save As...*

2. Localizar o diretório *Difratogramas-usuários (Desktop)*. Localizar (ou criar) a pasta de destino com o nome do usuário interessado.

3. Na caixa *Save As Type*, escolher o formato do arquivo *.raw.

4. Clicar em *Save*.

5. Repetir os procedimentos de 1 a 4, mas salvar o arquivo no formato *.txt.

Como desligar o DRX D8 Focus

1. No programa *XRD Commander*, clicar no menu *Diffraction; Init Drives*.


a. Aguardar o realinhamento do porta-amostra e do detector.

2. Reajustar os valores de voltagem e corrente para o estado de *standby*: inserir os valores de 20 kV e 5 mA, respectivamente, nas caixas de texto. Clicar no botão *Set*.

3. Fechar o programa *XRD Commander*.

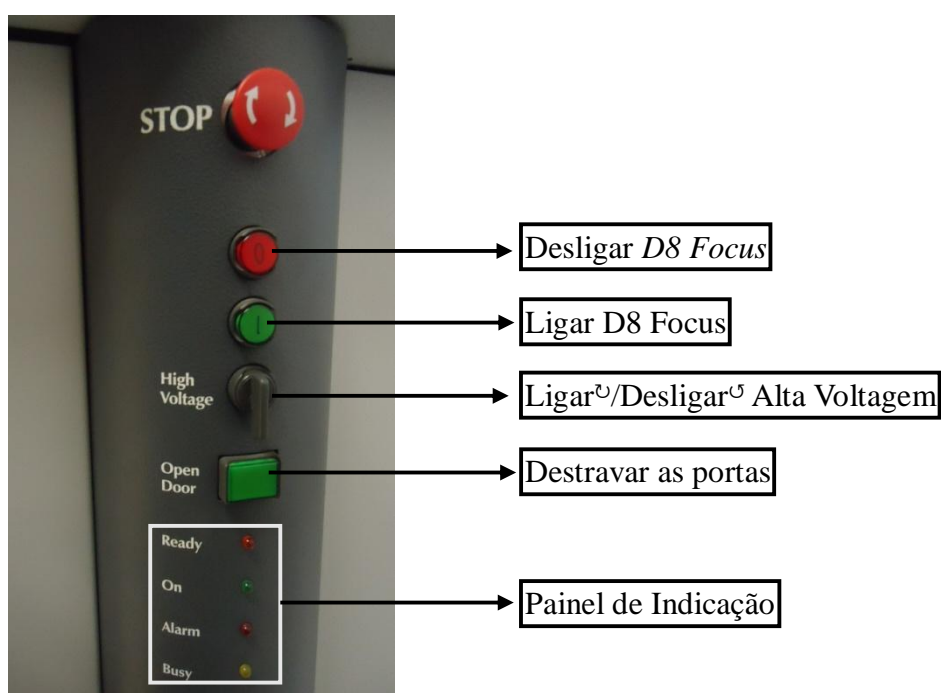
4. Desligar o PC.

5. No difratômetro, desligar a Alta Voltagem girando a chave *High Voltage* 90° no **sentido anti-horário** ⤴.

6. Desligar o difratômetro apertando o botão vermelho  localizado no painel de operação do equipamento.

7. Desligar o *chiller* (Unidade Móvel de Água Gelada – UMAG – MECALOR) girando o botão localizado no painel frontal do *chiller* para a posição “Desliga”.

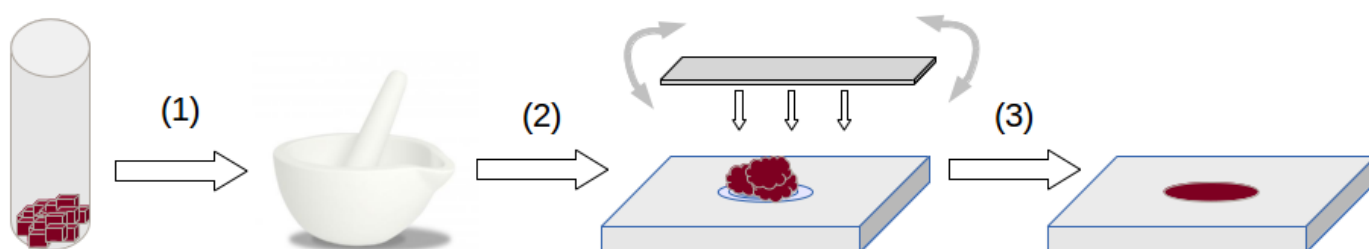
FIG. 1: PAINEL DE OPERAÇÃO/INDICAÇÃO DO DIFRATÔMETRO D8 FOCUS



APÊNDICE I

EMPACOTAMENTO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE DE DRX DE PÓ

1. Transferir a amostra para um almofariz e macerá-la.
2. Colocar a amostra pulverizada no porta-amostra.
3. Utilizando uma lâmina de vidro ou de acrílico, pressionar a amostra em pó sobre o porta-amostra. Preencher o espaço do porta-amostra fazendo movimentos circulares com a lâmina.



APÊNDICE II

REINICIALIZAÇÃO DO TUBO DE RAIOS X EM CASO DE DESLIGAMENTO AUTOMÁTICO POR SEGURANÇA

1. Abrir o programa D8tools. Na janela inicial, clicar em Online Status.
2. Na barra de funções ao lado esquerdo e acima, clicar no botão Online Refresh ON/OFF.
3. Na janela principal do D8tools, na caixa de funções ao lado esquerdo, clicar em X-RAY Generator. Clicar em X-RAY Software Safety Circuit Capture Register.
4. Na barra de menu, clicar em (I) Utilities... (II) X-RAY...(III) Reset X-RAY Software Safety Circuit Capture Register.
 - a. Quando solicitada, inserir a senha: password
5. Na barra de menu, clicar em (I) Utilities... (II) X-RAY...(III) Reset X-RAY Hardware Capture Register (Hard-CFF).
6. Na barra de menu, clicar em (I) Utilities... (II) X-RAY...(III) X-RAY Switch-off circuit ON.
7. Fechar o programa D8tools.

APÊNDICE III

EVENTOS DE MANUTENÇÃO

Coordenadores DRX D8 Focus: Prof. Dr. José Alves Dias (jdias@unb.br)
Prof. Dr. Julio Lemos de Macedo (julio@unb.br)

Químico Técnico responsável: Dr. Cleber Lopes Filomeno (cleber@unb.br)

Assistência técnica difratômetro BRUKER: (11) 2119-1759; service@bruker.com.br
Modelo: D8 Focus
Número de série: 203362

Assistência técnica chiller MECALOR: (11) 2188-1700; atecnica@mecalor.com.br
Número de série: 913/07
Modelo: MSA-9-RI-220/C
CME/UnB (Refrigeração): (61) 3107-0117
Patrimônio do chiller: FUB/FINATEC 267632