



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

Instrucciones para el uso de los formularios de Solicitud de Ensayo de la Unidad de Difracción de Rayos X – Sección Policristal

Actualizado el 01/03/2022

Descargue el formulario de Solicitud de Ensayo desde la página correspondiente al servicio deseado en la web de la Unidad de Difracción de Rayos X (UDRX):

<https://cai.ucm.es/tecnicas-quimicas/difraccion-rayos-x/servicios.php>

Complételo de acuerdo con estas instrucciones.

Tabla de contenido

<i>Instrucciones para el uso del formulario de Solicitud de Ensayo del Servicio:</i>	<i>1</i>
Identificación del Usuario:	2
Descripción de las muestras	2
Instrucciones de Seguridad	3
Preparación de las muestras	3
Información que se desea recibir.....	5
Condiciones de Medida.....	5
Envío de la Solicitud.....	6
Entrega de Resultados y recuperación de las muestras	6
Software y bases de datos a disposición de los usuarios UCM	6
X'Pert Data Viewer	6
Match!	7
Bases de datos cristalográficos on-line disponibles para usuarios UCM	7



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

Identificación del Usuario:

En el formulario, el usuario deberá completar toda la información relativa a sus datos profesionales de contacto, incluido el Investigador responsable.

Los datos del Usuario corresponden a los de la persona que realiza la petición, que será quien reciba la información generada. Si se desea que la información del trabajo llegue a más usuarios, deberán incluir en el apartado "Email" los correos electrónicos del resto de personas separados por comas.

Todo Usuario UCM deberá estar autorizado por un Investigador Responsable, que será quien finalmente reciba y autorice el gasto. Es obligatorio indicar el nombre del Investigador Responsable de cada petición, incluso cuando coincida con el usuario.

Descripción de las muestras

El Usuario incluirá en las casillas designadas el nombre de las muestras. El técnico adjudicará un número de trabajo interno a las muestras que quedará asociado a los nombres empleados.

Cada muestra incluida en la petición quedará identificada mediante el número de trabajo asignado por el técnico responsable de la medida y un número de orden.

Además, cada difractograma realizado a una muestra, recibirá un código numérico que estará formado por el código de muestra más dos dígitos adicionales que especificarán el número de orden del difractograma.

Estos códigos tienen la forma:

Código de trabajo:	TT TT T TTTT
Código de muestra:	TT TT T TTTT MM
Código de difractograma:	TT TT T TTTT MM DD

El código del difractograma será el nombre de los ficheros asociados a la medida:

TTTTTTTTMMDD.*



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

AVISO IMPORTANTE SOBRE LA CUSTODIA DE MUESTRAS EN LA UDRX

El Usuario debe especificar qué desea hacer con las muestras tras recibir los datos.

Si su opción es NO recuperar las muestras, estas se desecharán tras enviar los datos.

Si su opción es SÍ recuperarlas, se concertará una cita con el usuario para su recogida después de enviar los datos. Si no se produce la recogida, las muestras se conservarán durante 2 MESES. Pasado ese plazo se desecharán.

Por otra parte, la UDRX no dispone de instalaciones especiales para conservación de muestras (en frío, en atmósferas secas, etc.). Si lo considera necesario, contacte con el técnico para buscar la mejor solución.

Instrucciones de Seguridad

Se deben incluir **obligatoriamente** los datos relativos a las muestras que permitan trabajar de forma segura a los técnicos.

Preparación de las muestras

Indique en los comentarios asociados a las muestras cualquier instrucción sobre la manipulación de las muestras. Por ejemplo, si no se pueden utilizar disolventes para fijarlas (a menudo podemos utilizar etanol o acetona para este fin), si no se puede tocar la superficie, si no se puede moler, ...

Si tiene alguna duda o necesita más información sobre la preparación de sus muestras, consulte con el técnico responsable de la medida.

El usuario debe tener en cuenta la forma en que manipulamos sus muestras para preparar las medidas:

- Las muestras en polvo deben entregarse convenientemente molidas, hasta conseguir un polvo fino y homogéneo (si su medida tiene un fin cuantitativo, es



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

posible que tenga que asegurarse de que el tamaño de partícula es menor que un cierto diámetro). No obstante, y de forma extraordinaria, puede ser necesario que el técnico que realiza la medida tenga que moler de nuevo la muestra en este servicio (en mortero de ágata o vidrio de forma manual).

- Si la cantidad de muestra no es suficiente para utilizar un portamuestras de polvo convencional, se montará en un portamuestras de "fondo cero", utilizando acetona u otro disolvente para fijar la muestra al portamuestras seleccionado.
- Disponemos de portamuestras especiales para muestras sensibles al aire. Consulte con el técnico.
- En general, para alinear correctamente muestras que consisten en piezas, obleas, fragmentos irregulares, etc., es necesario "tocar" la superficie de la muestra con la herramienta de alineación.
- Las muestras en forma de piezas se fijan a los portamuestras con plastilina o con algún adhesivo: podrían ensuciarse o romperse. Para evitarlo, pueden entregarlas fijadas en algún soporte intermedio (portamuestras de vidrio, etc.)
- Según las dimensiones de las piezas, puede haber dificultades para realizar la medida deseada. El técnico le puede proponer alternativas.
- Para medidas por transmisión en capilar, las muestras se introducen en capilares con el menor diámetro posible compatible con las características de la muestra, de manera que se permita su manipulación.
- Los capilares se rellenan hasta una longitud de 50 mm o más. Una vez llenos se sellan a la llama o, si no es posible, se cortan y cierran con grasa o plastilina.
- Normalmente, los capilares utilizados son de vidrio borosilicato con diámetros que pueden ir desde 0.1 mm hasta 1.0 mm.
- Para medidas por transmisión en láminas, la muestra se monta entre dos láminas de plástico (mylar o kapton) en portamuestras circulares que pueden rotar durante la medida.
- En ocasiones, si la cantidad de polvo no es suficiente, puede haber dificultades para montar este tipo de muestras. El técnico le propondrá soluciones.
- Las muestras en forma de piezas se fijan del mismo modo, situándolas entre dos láminas de plástico. Igualmente, si resulta difícil situarla en la posición de



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

medida, el técnico le puede proponer otras soluciones para presentar este tipo de muestras. Según las dimensiones de las piezas, puede haber dificultades para realizar la medida deseada. El técnico le puede proponer alternativas.

- Las muestras que se van a medir en las cámaras de alta o baja temperatura se manipulan de una forma similar a la descrita. Según el modelo de cámara utilizado, puede haber dificultades en la preparación de algunos tipos de muestras. Consulte con el técnico.

Información que se desea recibir

Siempre se envían los difractogramas en el formato que genera el difractómetro (.*xrdml*, para equipos PANalytical; .*raw*, para equipos Bruker).

En el caso de las medidas hechas en los difractómetros Panalytical (.*xrdml*), los usuarios UCM solo recibirán los difractogramas en ese formato, ya que les proporcionamos acceso a herramientas de software que les permiten acceder a la información de las medidas y convertir los ficheros a otros formatos. (Ver la descripción de los recursos disponibles para usuarios UCM más adelante).

Para las medidas realizadas en el difractómetro Bruker, el técnico realizará las conversiones seleccionadas.

Los usuarios externos a la UCM pueden especificar la información que quieren recibir dentro de las posibilidades ofrecidas.

Para cada medida solamente se contemplan la información y los formatos incluidos en el formulario de la solicitud de ensayo correspondiente.

Condiciones de Medida

Las condiciones de medida se deben completar en su totalidad.

Si no está seguro de cuáles son las mejores condiciones de medida para sus muestras y aplicaciones, consulte al técnico antes de enviar la solicitud de ensayo.



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

Envío de la Solicitud

Una vez completado, el formulario debe ser remitido a la Unidad de Difracción de Rayos X desde la página web de solicitud de servicios:

<https://cai.ucm.es/tecnicas-quimicas/difraccion-rayos-x/servicios.php>

Entre en el servicio deseado, donde descargó el formulario correspondiente, y adjunte el fichero con su solicitud.

Si lo considera necesario incluya otros documentos que desee compartir con el técnico para facilitar la realización de las medidas.

Si la información recibida resulta incompleta o insuficiente, se retornará al usuario para que la complete antes de hacer ninguna medida. Si fuera necesario, el técnico solicitará más información sobre las muestras, medidas a realizar, etc.

Tras la recepción de la solicitud, el técnico contactará con el usuario para proponer una cita para la entrega de muestras en la Sede correspondiente de la UDRX.

La petición no será efectiva hasta que no se reciban en este servicio tanto las muestras, como el fichero de condiciones de medida.

Entrega de Resultados y recuperación de las muestras

Tras finalizar las medidas, el técnico responsable enviará los resultados vía correo electrónico a las direcciones designadas en la solicitud. Junto con los difractogramas, el técnico enviará un resumen con los trabajos realizados y otra información de utilidad.

Además, propondrá una cita para la retirada de las muestras si se solicitó su recuperación.

Software y bases de datos a disposición de los usuarios UCM

X'Pert Data Viewer

Para convertir los ficheros o visualizar los difractogramas en formato xrdml de Panalytical, así como para ver las condiciones completas de medida, los usuarios UCM pueden descargar e instalar el software de Panalytical X'Pert Data Viewer.



Unidad de Difracción de Rayos X
Sección de Policristal
Sede Facultad de CC. Químicas
C.A.I. de Técnicas Químicas
Universidad Complutense de Madrid

Consulte con un técnico de la Unidad de Difracción de Rayos X.

Match!

La Unidad de DRX de la UCM ha adquirido una licencia de campus de este software de análisis de difractogramas e identificación de fases por DRXP. Puede consultar más información en la página web de Crystal Impact:

<https://www.crystalimpact.com/match/>

Este programa permite abrir y analizar ficheros de difracción de rayos x de polvo tanto en formato Panalytical (.*xrdml*) como Bruker (.*raw*). Para la identificación de fases permite utilizar bases de datos gratuitas como la Crystallography Open Database (COD, en <http://www.crystallography.net/cod/>). Más información en la página web del programa Match!.

Esta licencia permite al personal de la UCM (PDI y PAS) la instalación del programa en sus ordenadores. Si está interesado, contacte con el personal de la Unidad de Difracción de Rayos X.

Bases de datos cristalográficos on-line disponibles para usuarios UCM

Los usuarios UCM pueden acceder a las bases de datos cristalográficos para su consulta desde ordenadores conectados a la red UCM, directamente o a través de la VPN.

ICSD

Base de datos de estructuras de compuestos inorgánicos. Disponible en el enlace:

<https://icsd.fiz-karlsruhe.de/search/basic.xhtml>

CSD

Base de datos de estructuras de compuestos orgánicos y organometálicos. Disponible en el enlace:

<https://www.ccdc.cam.ac.uk/structures/>

Además, esta base de datos permite instalar, al personal UCM, una serie de programas de análisis y visualización de estructuras. Para más información, contacte con el personal de la Unidad de Difracción de Rayos X.

Fin del documento