Unidad de Difracción de Rayos X - Sección de Polvo
Universidad Complutense de Madrid

Instrucciones para especificar las condiciones de medida deseadas siguiendo este formato.-

El usario deberá completar toda la información relativa a sus datos de contacto, a las muestras y su manipulación, y a las condiciones de medida deseadas.

Una vez completado, el formulario debe ser remitido al técnico que va a realizar a través de la página web de la Unidad de difracción de Rayos X: **https://cai.ucm.es/tecnicas-quimicas/difraccion-rayos-x/servicios.php**

En caso de duda, puede utilizar la dirección de correo electrónico alternativa: caidrxp@quim.ucm.es

Si la información recibida resulta incompleta o insuficiente, se retornará al usuario para que la complete antes de hacer ninguna medida.

Una vez rellenado el formulario de condiciones de medida, se imprimirá la primera página y se adjuntará a las muestras que se entregan en este CAI. Para entregar las muestras y la hoja de petición se emplearán los sobres disponibles en la Unidad de DRX.

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

AVISO IMPORTANTE SOBRE LA CUSTODIA DE MUESTRAS EN EL CAI DE DIFRACCION DE RAYOS X

Por defecto se entenderá que el usuario NO desea recuperar las muestras, por lo que se desecharán una vez finalizadas las medidas, salvo que el usuario especifique lo contrario en este documento.

Si el usuario comunica en este formulario su deseo de recuperar las muestras, éstas se almacenarán en el CAI de DRX solamente durante 2 meses. Al finalizar este periodo, las muestras serán desechadas independientemente de lo que haya especificado el usuario.

Identificación del Usuario:

Los datos del Usuario corresponden a los de la persona que realiza la petición, que será quien reciba la información generada.

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:

Cada muestra incluida en la petición quedará identificada mediante el identificador del trabajo, asigando 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 tiene 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:

TTTTTTTTTMMDD.*

El usuario solo tendrá que especificar sus nombres de muestra en la columna "Nombre" de este apartado. **Los nombres deben coincidir con los indicados sobre los envases de las muestras**.

Junto con los datos, el usuario recibirá la información necesaria para relacionar nuestras **Identificaciones** de muestra con los **Nombres de Muestra** proporcionados. Esta información quedará reflejada en este documento una vez el técnico responsable haya finalizado las medidas.

Además, esta información se incluirá, siempre que se pueda, en los ficheros de los difractogramas.

Los ficheros de difractograma XRDML de Panalytical (www.xrdml.com) son ficheros ascii que pueden leerse también con cualquier editor de textos sencillo (como el Bloc de Notas de Windows). Si edita un fichero de este tipo, las primeras líneas tendrán un aspecto similar a éste:

```
<?xml version="1.0" encoding="UTF-8"?>
<xrdMeasurements xmlns="http://www.xrdml.com/XRDMeasurement/1.3" xmlns:xsi="http://www.w3.org/2001/XMLSchema-
instance" xsi:schemaLocation="http://www.xrdml.com/XRDMeasurement/1.3
http://www.xrdml.com/XRDMeasurement/1.3/XRDMeasurement.xsd" status="Completed">
        <comment>
                <entry>porta circular 16mm</entry>
                <entry>Configuration=Spinner, Owner=User-1, Creation date=19/05/2009 12:19:13</entry>
                <entry>Goniometer=PW3050/60 (Theta/2Theta); Minimum step size 2Theta:0.001</entry>
                <entry>Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60</entry>
                <entry>Diffractometer system=XPERT-PRO</entry>
                <entry>Measurement program=prg, Owner=tecnico, Creation date=13/01/2010 9:11:19</entry>
        </comment>
        <sample type="To be analyzed">
                <id>1031200020101</id>
                <name>nombre de muestra</name>
                <preparedBy>Técnico Responsable</preparedBy>
        </sample>
```

Como se puede ver, en el bloque <sample> se encuentra la información de identificación y nombre (destacadas en rojo).

Si quiere recuperar las muestras después de la medida, debe quedar especificado en este apartado. Por defecto consideramos que el usuario **NO DESEA RECUPERAR LAS MUESTRAS**.

>>! LEER EL AVISO SOBRE CUSTODIA DE MUESTRAS

SEGURIDAD Y MANIPULACION:

En este apartado se **debe** especificar toda la información relativa a la manipulación segura de las muestras, indicando si son tóxicas, corrosivas, irritantes, explosivas, etc., y la protección que debería utilizar el técnico al manipularlas.

Además, el usuario debe indicar qué precauciones debe tomar el técnico para no deteriorar las muestras. Para ello debe tener en cuenta que:

* Las muestras en polvo deben entregarse convenientemente molidas, hasta conseguir un polvo fino y homogéneo (si su medida tiene un fin cuantitativo, es 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 mecesario 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 porta.
* En algunas de nuestras cámaras de temperatura controlada, la muestra se fija con acetona, etanol u otro disolvente similar.
* 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 plastelina o con algún adhesivo: podrían ensuciarse o romperse. Para evitarlo, pueden entregarlas fijadas en algún soporte intermedio (portamuestras de vidrio, etc.)

Información requerida

En este apartado el usuario especificará en qué formato necesita los ficheros de difractograma y si necesita algún tipo de análisis.

Los formatos de fichero disponibles son:

RAW	formato raw de Bruker. Es el formato original que genera el difractómetro
XRDML	formato xml de Panalytical (www.xrdml.com). Este es el formato original en el que se obtienen los datos de los difractómetros Panalytical y contiene toda la información del difractograma, sus condiciones de medida y el equipo con el que se midió. **Siempre se incluye en la información enviada al usuario.**
UDF	formato ascii propio de Panalytical
XY, ASC, DAT	formato ascii en doble columna (ángulo, intensidad)
CSV	formato ascii de valores separados por coma reconocido por muchas hojas de cálculo

Si se solicita identificación de fases, debe añadirse en la sección de comentarios información que facilite el análisis como composición química, origen de la muestra, etc.

La identificación de fases tiene un precio adicional a la medida de difracción. Consulte las tarifas vigentes.

Difractómetro y condiciones de medida:

El difractómetro que ha seleccionado para realizar sus medidas es el EQ 0434520 31 15 y corresponde a un difractómetro *Bruker D8 Advanc*e equipado con un goniómetro con óptica Bragg-Brentano y cambiador automático de muestras con 45 posiciones. Dispone de un detector LynxEye SSD160-2.

Los tipos de medida que se pueden realizar en este equipo están orientados, fundamentalmente, a la identificación de fases en muestras de polvo o piezas.

Las condiciones de medida generales deben incluir ángulos inicial y final, tamaño de paso y tiempo por paso.

Si se quieren hacer medidas en diferentes condiciones sobre la misma muestra, se deberán especificar en el área de comentarios.

Los elementos de la óptica como rendijas, etc. serán determinados por el técnico de acuerdo a criterios de preparación de muestra, tipo de medida, etc. Si el usuario necesita unos elementos ópticos específicos, debe indicarlos en el área de comentarios.

El usuario podrá especificar parámetros como: rendijas de divergencia, rendijas soller, preparación de muestra y tipo de portamuestras, etc. Este tipo de información se puede encontrar en los ficheros de condiciones de medida que se adjuntan, a petición, con los datos. Se recomineda consultar con el técnico estos aspectos.

Las medidas se hacen con un detector rápido LynxEye SSD160-2 (1D), lo que condiciona los tamaños de paso y tiempos por paso posibles.
El tamaño de paso se ajustará a alguno de los tamaños posibles según la configuración: 0.002, 0.004, 0.008, 0.017, 0.033, 0.050,… De estos se seleccionará el tamaño de paso más próximo al solicitado.

Comentarios del Técnico:

En este área, el técnico añadirá comentarios sobre incidencias, cambios necesarios, problemas con la preparación de la muestra, …