

**Laboratorium Dyfraktometrii Proszkowej
Oddziału Badań Strukturalnych, INTiBS PAN**

1. Informacje ogólne

Dyfrakcja rentgenowska to nieniszcząca technika pozwalająca na jakościową oraz ilościową strukturalną analizę stałych materiałów krystalicznych zarówno proszkowych i litych.

2. Wyposażenie pracowni

Dyfraktometr rentgenowski X'Pert Pro firmy PANalytical jest podstawową platformą dla szerokiej gamy zastosowań z dziedziny analitycznej dyfrakcji rentgenowskiej. Dyfraktometr ten umożliwia wykonywanie analiz fazowych i badań strukturalnych próbek proszkowych w standardowych geometriach pomiarowych: Bragg-Brentano (odbiciowa) oraz Debye'a-Scherrer'a (transmisyjna).

3. Personel

Opiekun naukowy: dr Vasyl Kinzhybalo (v.kinzhybalo@intibs.pl)

Opiekun techniczny: mgr Ewa Bukowska (e.bukowska@intibs.pl)

4. Zasady korzystania z pracowni

4.1 Ogólne zasady dostępu do dyfraktometru

Dyfraktometr jest dostępny dla pomiarów w trybie ciągłym (24 godziny na dobę, 7 dni w tygodniu) z wyjątkiem czasu przeznaczonego na konserwację i serwis.

Obsługa dyfraktometru (operatorzy) dostępna jest od poniedziałku do piątku w godzinach 7:30–15:30, zależnie od potrzeb i bieżących ustaleń.

Czas pomiarowy, poza pomiarami niestandardowymi, rezerwowany jest za pomocą wypełnienia metryczki pomiarowej i dostarczenia jej do pracowni.

4.2 Sposób realizacji pomiarów

Pomiary realizowane są w czterech trybach zależnie od rodzaju wykonywanych eksperymentów:

- Pomiary rutynowe (automatyczne) z wykorzystaniem zmieniacza próbek. Próbkę są kolejgowane przez operatorów.
- Pomiary niestandardowe (pomiary w funkcji temperatury, w kapilarach) wykonywane są przez przeszkolonych pracowników OBS w czasie rezerwowanym.
- Pomiary samodzielne wykonywane przez przeszkolonych pracowników OBS.
- Pomiary komercyjne (patrz p. 4.6).

4.3 Wykorzystanie i zasady rezerwacji czasu pomiarowego

Laboratorium PXRD realizuje pomiary dla dużej grupy użytkowników INTiBS PAN o zróżnicowanych potrzebach, zależnych od specyfiki ich pracy badawczej. Zalecany sposób wykorzystania czasu pomiarowego regulowany jest w sposób zapewniający optymalne wykorzystanie zasobów Laboratorium. Pomiary są wykonywane według kolejności oraz częstotliwości zgłoszeń.

4.4 Pomiary rutynowe

Zamówienia na powyższe pomiary należy składać na formularzu (patrz załącznik nr 1: metryczkaPXRD.pdf). Stażyści/magistranci/doktoranci Instytutu składają zamówienia podpisane przez swoich kierowników/promotorów. Brak podpisu kierownika/promotora wiąże się z odmową wykonania pomiaru.

4.5 Pomiary niestandardowe (w funkcji temperatury, w kapilarze)

Aby uzyskać możliwość zlecenia pomiarów niestandardowych, należy skontaktować się z przeszkolonymi pracownikami OBS (v.kinzhybalo@intibs.pl; a.gagor@intibs.pl; d.kowalska@intibs.pl; t.bednarchuk@intibs.pl).

4.6 Pomiary dla użytkowników spoza Instytutu

Osoby spoza Instytutu mogą wnioskować o pomiary odpłatne. Wysokość stawek za pomiary standardowe reguluje cennik (załącznik nr 2, cennikPXRDspozaINTiBS.pdf), a w przypadku pomiarów niestandardowych koszt usługi ustala opiekun naukowy.

Zamówienia na powyższe pomiary należy składać na formularzu (patrz załącznik nr 3: zamówienie PXRD spoza INTiBS.pdf)

5. Zasady porządkowe

5.1. Próbk

Przygotowanie próbek

- Próbka powinna być dokładnie utarta.
- Minimalna objętość substancji potrzebna do wykonania pomiaru wynosi: 50 mm³.
- Próbk niestandardowe (np. zawieszone w rozpuszczalnikach, wymieszane ze smarem albo lite) użytkownicy dostarczają w postaci gotowej do pomiaru. Do przygotowania próbek należy używać własnych szkiełek (szkła można zamówić w Warsztacie Szklarskim INTiBS) lub plasteliny.
- Próbki zawierające radioaktywne pierwiastki użytkownicy dostarczają w postaci gotowej do pomiaru (wymieszane ze smarem, umieszczone na szkiełkach oraz szczelnie zapakowane i wyraźnie opisane).
- **Próbki nie mogą zawierać nawet śladowych ilości kwasów lub zasad**, ponieważ prowadzi to do korozji uchwytów i części dyfraktometru.
- Pracownia nie ponosi odpowiedzialności za złą jakość dyfraktogramów spowodowaną jakością próbek.
- Poprawne przygotowanie próbki do pomiarów jest wyłączną odpowiedzialnością użytkownika. Próbk źle przygotowane mogą nie zostać przyjęte do pomiarów.

Dostarczanie próbek

- Użytkownicy dostarczają próbki wraz z wypełnionym formularzem zlecenia (metryczką) do pokoju 107, o dowolnej porze, na specjalnie oznakowany stół.
- Probka powinna być opisana w sposób czytelny i zrozumiały.
- Zamówienia zawierające więcej niż jedną próbkę powinny być umieszczone w jednym woreczku strunowym.
- Nazwa próbki nie może zawierać znaków specjalnych, oprócz dywizu i znaku podkreślenia.

Wypełnianie metryczki

- Metryczka powinna być wypełniona w całości z uwzględnieniem:
liczby, nazwy i składu chemicznego próbek;
SDS (safety data sheet);
zakresu kąтового i czasu pomiarowego;
Nr grantu (jeśli badanie nie jest wykonywane w ramach zadań statutowych);
daty zamówienia;
podpisu kierownika/promotora (dotyczy stażystów, magistrantów i doktorantów Instytutu).
- Próbk z niekompletnie wypełnionymi metryczkami nie będą przyjmowane do pomiarów.

Realizacja pomiarów

- Czas trwania eksperymentu określa samodzielnie użytkownik zlecający pomiar, kierując się swoim dotychczasowym doświadczeniem lub doświadczeniem Kierownika/Promotora.
- W przypadku wątpliwości należy zlecić krótszy pomiar. Jeżeli jakość dyfraktogramu okaże się niezadowalająca można zlecić wykonanie dłuższego pomiaru dla tej samej próbki.
- Operator może według uznania skrócić/wydłużyć czas pomiaru.

Odbiór próbek

- Po otrzymaniu wyników pomiarów próbki należy odebrać z oznaczonych pojemników.
- W wyjątkowych sytuacjach próbki po pomiarze mogą zawierać śladowe ilości domieszek, wynikające z np. reakcji próbki z materiałem uchwytu.

6. Zasoby komputerowe

- Komputer roboczy (DYFR-B5P107) podłączony do dyfraktometru służy wyłącznie do uruchamiania pomiarów przez operatora.
- Na komputerze roboczym nie jest dopuszczalne korzystanie z zewnętrznych nośników pamięci (płyty CD/DVD, dyskietki, pamięci flash). Dostęp do danych zapewniają opiekunowie techniczni.

7. Obowiązki obsługi Pracowni

- Kontrola nad wykorzystaniem czasu pomiarowego.
- Przygotowanie próbek do pomiarów rutynowych zleconych przez użytkowników Instytutu.
- Ustawienie pomiarów w trybie automatycznym z wykorzystaniem zmieniacza próbek.
- Udostępnianie wyników pomiarów na Dysku Sieciowym (u:\DYFR-B5P107\) lub wysyłanie na pocztę elektroniczną (w razie awarii zasobu sieciowego).