

LINEAMIENTOS PARA EL DESARROLLO Y FUNCIONAMIENTO DEL
LABORATORIO CENTRAL DE RAYOS X DE LA DCBI

Exposición de motivos	3
Introducción	3
Capítulo I DE LA COMISIÓN DEL LCRX	4
CAPÍTULO II DE LA COORDINACIÓN DEL LCRX	5
DE LOS RESPONSABLES TÉCNICOS DEL LCRX	7
SOBRE EL FUNCIONAMIENTO DEL LCRX	8
SOBRE LAS NORMAS DE SEGURIDAD	12
ANEXO 1	13
ANEXO 2	14

LINEAMIENTOS PARA EL DESARROLLO Y FUNCIONAMIENTO DEL LABORATORIO CENTRAL DE RAYOS X DE LA DCBI

Exposición de motivos

El Consejo Divisional de Ciencias Básicas e Ingeniería tiene competencia para emitir lineamientos particulares para el desarrollo y funcionamiento de la División, de conformidad con el Reglamento Orgánico, artículo 46, fracción VI.

Derivado de lo anterior, el Consejo Divisional de Ciencias Básicas e Ingeniería aprobó, en su sesión 472, los *Criterios generales para la elaboración de Lineamientos particulares para el funcionamiento académico de los Laboratorios Centrales de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería*.

Los criterios generales para la elaboración de Lineamientos particulares para el funcionamiento académico de los Laboratorios Centrales de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería, expresamente recomiendan que cada Laboratorio Central cuente con sus propios lineamientos en fecha perentoria.

Con base en las consideraciones anteriores, se emiten los Lineamientos particulares para el funcionamiento académico del Laboratorio Central de Rayos X, (LCRX).

INTRODUCCIÓN

Por la naturaleza de las labores de investigación científica y formación de recursos humanos de alto nivel, la División de Ciencias Básicas e Ingeniería (DCBI), de la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa (UAMI), ha fomentado la creación y operación de los denominados laboratorios centrales o divisionales (LC), cuya característica común es que operan infraestructura compleja de costo de adquisición muy elevado. Con esta infraestructura se ofrecen distintos tipos de servicios a la comunidad de la DCBI, de la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM) y a usuarios externos que pueden ser de otras instituciones de investigación y educación superior, o dependencias del sector público y privado.

Además de proveer los servicios específicos de cada laboratorio central, éstos también contribuyen a la capacitación de los egresados en el manejo, utilización e interpretación de resultados derivados de estas tecnologías de punta, mediante el desarrollo de proyectos de investigación ligados principalmente a los posgrados que se ofrecen en la DCBI.

Simultáneamente, estas ventajas se enfrentan a una problemática compleja entre las que se tienen los elevados costos de operación en refacciones y consumibles, costos por mantenimiento y requerimientos de personal altamente especializado para su operación, entre otros. Por ello, es conveniente que los LC operen el mayor tiempo posible y que, además, puedan contribuir a generar recursos para apoyar su operación, ya sea por tener cuotas de recuperación o a través de ofrecer algunos servicios a usuarios externos. Evidentemente todo lo anterior sin menoscabo de la calidad y oportunidad de atender las propias necesidades divisionales.

Se define como Laboratorio Central de rayos X y a su infraestructura respectiva a los siguientes:

- a) Laboratorio de análisis cuantitativo mediante difracción de rayos X (T-128)
- b) Laboratorio de análisis de estructura y morfología SAXS (T-129)
- c) Laboratorio central de difracción de rayos X (R-211)

Los presentes lineamientos tienen por objeto normar el funcionamiento operativo académico, así como establecer los *derechos* y obligaciones de los integrantes de la Comisión del LCRX, de la persona titular de la Coordinación, del personal técnico académico y de los usuarios del LCRX. Además, estos lineamientos establecen el catálogo de servicios o técnicas de medición que se pueden ofrecer.

CAPÍTULO PRIMERO

De la Comisión del LCRX

1. La Comisión del LCRX será nombrada por el Consejo Divisional de CBI y estará integrada por personal académico de la División. La propuesta de los integrantes de esta Comisión la hará la persona titular de la Dirección de la DCBI, previa consulta con los departamentos académicos. Esta Comisión será coordinada por un integrante de la misma, designado por la persona titular de la Dirección de la División. En su integración se procurará la paridad entre el profesorado de los departamentos de la División que están directamente vinculados con las técnicas de dispersión y difracción de rayos X.

2. La Comisión del LCRX estará conformada por tres integrantes del personal académico de la DCBI y durarán en su cargo dos años y podrán ser prorrogados, por dos años más, las veces que sean necesarias, previa ratificación del Consejo Divisional, a propuesta de la persona titular de la Dirección de la DCBI. Fungirán como invitados los responsables o técnicos académicos.

3. Los requisitos para ser integrante de la Comisión Divisional de rayos X son:

I. Tener un nombramiento de profesora o profesor de tiempo completo de la DCBI de la Unidad Iztapalapa.

II. Realizar investigación en temas relacionados con la dispersión o difracción de rayos X.

4. La sustitución de un integrante de la Comisión del LCRX procederá cuando:

- I. Se cumpla el período para el cual fue nombrado.
- II. Por renuncia expresa.

5. Las principales funciones a realizar por la Comisión del LCRX serán:

- I. Vigilar la operación y aplicación de los lineamientos del LCRX.
- II. Vigilar que se respeten los intereses académicos y la viabilidad financiera del LCRX.
- III. Proponer modificaciones a los lineamientos de acuerdo con las necesidades del LCRX.
- IV. Conocer y emitir una opinión por las instancias correspondientes sobre los cambios a las cuotas por servicios según el tipo de usuario. Proponer a los órganos responsables medidas para su autofinanciamiento.
- V. Proyectar el crecimiento y óptima operación del LCRX.
- VI. Informar a la persona titular de la Dirección de la DCBI oportunamente de cualquier problema o irregularidad que ponga en riesgo la operación o viabilidad financiera del LCRX.
- VII. Informar anualmente al Consejo Divisional sobre el desarrollo de las actividades académicas del LCRX.

CAPÍTULO SEGUNDO

De la Coordinación del LCRX

1. Para regular el funcionamiento y operación cotidiana del LCRX la persona titular de la Dirección de la DCBI nombrará a la persona titular de la Coordinación.

2. La persona titular de la Coordinación del LCRX deberá:

- I. Ser profesora o profesor de tiempo completo de la DCBI de la Unidad Iztapalapa.
- II. Contar con probada experiencia en temas de investigación afines a la dispersión y difracción de rayos X.

3. La persona titular de la Coordinación durará en su cargo dos años y podrá ser

prorrogados, por dos años más, las veces que sean necesarias, previa ratificación de la persona titular de la Dirección de la DCBI.

4. Entre las principales funciones de la persona titular de la Coordinación están:

- I. Realizar actividades de planeación, incluyendo la programación de talleres y programas de capacitación y docencia, actividades de promoción y recaudación de recursos.
- II. Coadyuvar a la organización de actividades académicas, como seminarios, ciclos de conferencias y cursos, que involucren a las técnicas de dispersión y difracción de Rayos X.
- III. Considerar las recomendaciones del personal académico y usuarios del LCRX en relación a la actualización y el mantenimiento de la infraestructura.
- IV. Coadyuvar con el personal responsable en la programación de actividades del LCRX.
- V. Aprobar protocolos de investigación, establecer y vigilar el cumplimiento de las normas de funcionamiento interno.
- VI. Revisar el informe de actividades del LCRX elaborado por los responsables técnicos.
- VII. Proponer a las instancias correspondientes mecanismos de uso y cobro de los servicios del LCRX, así como montos de cuotas de servicio.
- VIII. Planear y coordinar los cursos de capacitación y de seguridad para los responsables técnicos y los usuarios del LCRX.
- IX. Proponer mecanismos idóneos para la operación, uso, mantenimiento y demás aspectos que consideren pertinentes del LCRX.
- X. Coadyuvar con los responsables técnicos del LCRX, en el establecimiento de los criterios de prioridad entre usuarios.
- XI. Resolver las posibles diferencias de criterios académicos entre los responsables técnicos del LCRX y los usuarios.
- XII. Coadyuvar con los responsables técnicos del LCRX en la verificación de normas de operación aplicables.
- XIII. Auxiliar a los responsables técnicos en la adquisición de equipo.

De los responsables técnicos del LCRX

1. Los responsables técnicos del LCRX deberán tener una sólida formación para la operación de los instrumentos y el software del LCRX.

2. Los responsables técnicos adscritos al LCRX tendrá las siguientes funciones:

- I. Sugerirán a los usuarios modificaciones a las condiciones experimentales de operación de los instrumentos, para obtener la mayor información posible de los materiales en estudio.
- II. Ofrecerán talleres prácticos al alumnado y al personal académico de los estudios que se realizan en el LCRX, con la finalidad de que los usuarios apliquen correctamente la información que proporcionan los estudios solicitados.
- III. Verificarán el correcto funcionamiento del o los instrumento(s) que opera(n), llevarán un historial de descomposturas y reparaciones de cada instrumento, informarán a la persona titular de la Coordinación del LCRX sobre el inventario existente, las necesidades de consumibles y refacciones para el mantenimiento y la operación de los equipos.
- IV. Vigilarán la correcta calibración de los instrumentos que se realiza trimestralmente.
- V. Recibirán y procesarán las solicitudes de servicio internas y externas. En caso de que no se pueda ofrecer el servicio solicitado, se indicarán los motivos en la solicitud.
- VI. Informarán a los usuarios, en los casos en que los estudios solicitados sean muy elaborados y el tiempo estimado para procesar su solicitud.
- VII. Entregarán a los usuarios los resultados por escrito, en el formato de "Informe de Resultados", con una descripción general del estudio realizado.
- VIII. Asesorarán en la interpretación de resultados a los usuarios que lo soliciten.
- IX. Desarrollarán nuevos métodos de caracterización, de acuerdo con los avances reportados en la bibliografía.

3. Los responsables técnicos deberán informar trimestralmente a la Comisión del LCRX sobre:

- I. La cantidad y tipo de estudios realizados a usuarios internos y externos.
- II. La cantidad y tipo de estudios solicitados y no realizados por fallas en el equipo o carencia de consumibles.

- III. La cantidad y complejidad de los informes elaborados para reportar resultados.
- IV. Los ingresos del laboratorio por conceptos de cobro por los estudios realizados, a usuarios internos y externos.
- V. La cantidad de apoyos, al alumnado o personal académico, en la interpretación de resultados y/o manejo de software.
- VI. Las necesidades de mantenimiento y/o reparación de los equipos de rayos X y sus periféricos.
- VII. Necesidades de reposición de materiales y consumibles.
- VIII. Otras necesidades

Sobre el funcionamiento del LCRX

1. Se entiende por usuario a toda aquella persona que de manera ocasional o frecuente emplea los servicios que se ofrecen en el LCRX. El usuario podrá ser interno o externo de acuerdo con los siguientes criterios:

- I. Usuario interno.- Se considera a aquel integrante del personal académico o del alumnado de UAM (completo).
- II. Usuario externo.- Se considera a aquel integrante de otras instituciones públicas o privadas.

2. El LCRX cuenta con las siguientes técnicas de análisis y ofrecen los siguientes servicios:

Laboratorio de análisis cuantitativo mediante difracción de rayos X (LACMRX T-128), cuenta con las siguientes técnicas de análisis:

- I. Difracción en polvos y películas gruesas en geometría Bragg-Brentano (GBB) en configuración theta-theta.
- II. Difracción en polvos a bajo ángulo (a partir de 0.5° en 2θ), muestras sólidas con rugosidad moderada y películas delgadas en geometría de haces paralelos (GHP) en configuración theta-theta.
- III. Películas delgadas en geometría de haces paralelos en configuración de haz rasante asimétrico (ángulo muy bajo del haz primario) (GHP-HRA) con la posibilidad de mover el detector hasta un ángulo de 60° en 2θ .

El Laboratorio de análisis cuantitativo mediante difracción de rayos X (LACMRX T-128) cuenta con los siguientes servicios:

Medición de difractogramas en el intervalo 2 a 70° en 2θ en GBB por un tiempo de hasta 20 min.

Medición de difractogramas en el intervalo 0,55 a 7° en 2θ en GHP por un tiempo de hasta 10 min.

Medición de difractogramas en el intervalo 2 a 60° en 2θ en GHP-HRA por un tiempo de hasta 20 min.

Identificación de fases mediante la base de datos de patrones de rayos X.

Cálculo de los parámetros de red mediante el software para el análisis de los datos medidos.

Cálculo del tamaño de cristal a través de la ecuación de Scherrer, para hasta tres máximos de difracción, mediante el software para el análisis de los datos medidos.

Estudio estructural mediante el método de refinamiento de Rietveld para la estimación de parámetro de red; ángulos de celda, tamaño de cristal y cuantificación de fases.

Laboratorio de dispersión de rayos X (T-125), cuenta con un instrumento SAXW/WAXS Xeuss (Xenocs) equipado con una fuente de rayos X GeniX 3D Cu ULD (Xenocs) y detector 2-D de pixeles híbridos Pilatus 300K (Dectris). El tamaño estándar del haz es 0.8 mm y es modificable. Con este instrumento se pueden implementar las siguientes técnicas:

Dispersión de rayos X a ángulos pequeños (SAXS) con distancia muestra-detector de 1.28 m y q en el rango de 0.087 a 2.44 nm⁻¹.

Dispersión de rayos X a ángulos grandes (WAXS) con distancia muestra-detector de 0.10m y q en el rango de 1.02 a 22.16 nm⁻¹.

Dispersión de rayos X por ángulo rasante (GISAXS/GIWAXS) para caracterización de la morfología de superficies con ángulos de incidencia estándar de 0.2° modificable.

Laboratorio central de difracción de rayos X (R-211), cuenta con las siguientes técnicas de análisis:

1. Identificación de fases cristalinas por Difracción de Rayos X.
2. Obtención de difractogramas a diferentes temperaturas.
3. Cuantificación de mezclas de sustancias cristalinas.
4. Estudios estructurales a partir de la función de distribución radial: Investigación

sobre el orden a corto y largo alcance en materiales amorfos o microcristalinos, vidrios, óxidos cristalinos, etc.

5. Grado de cristalinidad.

6. Cálculo del diámetro promedio de cristalito y la distribución de tamaños de cristal a partir de la ley de Debye Scherrer.

7. Cálculos de los parámetros de red para los 7 sistemas cristalográficos o las 14 redes de Bravais.

8. Cálculo del patrón teórico de difracción de rayos X a partir de las posiciones x, y, z de las tablas internacionales y cálculo de las distancias interplanares exactas usando un estándar interno.

9. Cálculo de los parámetros (a, b, c alfa, beta y gama) según el sistema cristalográfico usando el método de Rietveld.

10. Estudios texturales de 80 Å a 600 Å (SAXS).

11. Estudios a partir de las densidades electrónicas de los sólidos.

11.1. Cálculos del radio de giro (para sólidos y soluciones, por eje en un sólido poroso o en los asfáltenos disueltos) a partir de la ley de Guinier.

11.2. Cálculos de la distribución de tamaño de heterogeneidades en partículas metálicas en un catalizador, porosidad interna en un ánodo de grafito, etc.

11.3. Cálculo de la dimensión fractal.

11.4. Cálculo de la superficie específica a partir de la ley de Porod.

11.5. Cálculo de la forma de la partícula a partir de la gráfica Kratky (esferas, rodillos y láminas).

3. El compromiso de la persona titular de la Coordinación y de los responsables técnicos del LCRX es que las mediciones y el análisis de datos solicitados se realicen de una manera profesional y con alto nivel técnico, con la finalidad de dar un apoyo real a la investigación y a la docencia, buscando la mayor eficacia en la asesoría y el apoyo proporcionado a los usuarios.

4. El servicio que ofrece el LCRX, comprende el horario de 09:00 a 17:00 horas de lunes a viernes. El servicio se suspende los fines de semana, los días festivos y durante los periodos de vacaciones.

5. Todos los usuarios se obligan a conocer y a acatar los presentes lineamientos del LCRX.

6. El orden de prioridad en los servicios de análisis o caracterización de muestras que brinda el laboratorio de Rayos X se establece como sigue.

- I. Servicio interno a la UAM.
- II. Servicio externo a la UAM: universidades, institutos de investigación, empresas públicas, empresas privadas, etc.

7. El personal académico que haga uso de los servicios, debe registrarse y actualizarse, como usuario de los servicios del LCRX con cargo a su proyecto, del alumnado y personal de apoyo, autorizados por él.

8. Los usuarios deben anotar en el formato de solicitud de servicio, y acordar con el responsable del laboratorio si su muestra requiere de condiciones u operaciones especiales.

9. El personal académico que solicite apoyo para sus cursos al responsable del LCRX, deberá entregarle a éste, una constancia por escrito que mencione las horas de apoyo de laboratorio.

10. Los usuarios recibirán un informe escrito, por cada orden de trabajo procesada del LCRX. Los resultados se entregarán junto con la muestra remanente.

11. Se establecerá un horario de entrega y, en su caso, discusión de resultados para los usuarios, con el fin de evitar interrupciones a los responsables técnicos durante el trabajo diario.

12. Los usuarios internos deberán realizar una transferencia presupuestal para cubrir las cuotas de recuperación establecidas en el Anexo 2. En su caso, se podrá pactar que los usuarios aporten consumibles para del LCRX previa autorización de la persona titular de la Coordinación a condición de que guarden la adecuada equivalencia respecto a las cuotas indicadas en el Anexo 2.

13. En el Anexo 2 se presentan las cuotas de recuperación por servicios para usuarios externos, quienes deberán observar las normas que la Universidad establece para este tipo de servicios.

14. Todo usuario deberá dar los créditos correspondientes al LCRX.

Sobre las normas de seguridad

1. Las normas de seguridad tienen como objetivo que las labores en el LCRX, desde los puntos de vista de higiene, preservación de la seguridad y salud de toda persona que se encuentre en el LCRX, estén plenamente garantizadas; así como el adecuado funcionamiento de los equipos y aparatos del LCRX.

2.- Los instrumentos de rayos X deberán ser manejados por los responsables técnicos o usuarios debidamente entrenados, aplicando las medidas de seguridad recomendadas por el fabricante para evitar accidentes por la exposición a los rayos X. Asimismo, deberán observarse todas las normas de seguridad aplicables que hayan sido emitidas por la autoridad competente en referencia al uso y manejo de equipos que empleen rayos X.

3.- Cada equipo debe contar con un instructivo técnico y un manual de operación con guías didácticas e indicaciones para proceder en situaciones de emergencia específicas.

4.- Los instructivos y los manuales estarán disponibles dentro del laboratorio en la zona destinada para ello.

5.- La operación de los equipos será de acuerdo con las indicaciones contenidas en los instructivos y manuales. Se evitará, en todos los casos, la modificación de los instrumentos y los parámetros de operación no considerados.

6.- Se deberá vigilar el óptimo funcionamiento de todos los interruptores de seguridad, así como las señales luminosas que indican que el instrumento está generando radiación X.

7.- La descripción de las muestras deberá incluir, si se necesita, un cuidado especial para su manejo (toxicidad, fragilidad, etc.).

Los casos no previstos en los presentes lineamientos, serán resueltos por la Comisión del LCRX.

ANEXO 1

a) Laboratorio de análisis cuantitativo mediante difracción de rayos X (T-128)

- a.1. Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance-Da Vinci.
- a.2. Sistema de enfriamiento a base de agua recirculada.
- a.3. Sistema de potencia ininterrumpida.
- a.4. Software Diffrac. Measurment Center versión 7.5.2.0 (32 bit) para control del equipo.
- a.5. Software para el análisis de las mediciones EVA versión 2.1
- a.6. Software para refinamiento de estructuras cristalinas TOPAS V4.2.
- a.7. Base de patrones de la ICDD PDF 4+ 2021.

b) Laboratorio de análisis de estructura y morfología SAXS (T-125)

- b.1. Sistema Xeuss SAXS/WAXS de Xenocs.
- b.2. Sistema de potencia ininterrumpida.

c) Laboratorio central de difracción de rayos X (R-211)

- c.1. Difractómetro de rayos X D 500 Siemens para polvos.
- c.2. Difractómetro de rayos X D8 Advance para polvos con cámara de alta temperatura programable de temperatura ambiente (24 °C) a 1400 °C.
- c.3. Cama de dispersión de rayos X a bajo ángulo [SAXS] con portamuestras para temperatura de temperatura ambiente (24 °C) a 300 °C.
- c.4. Software Diffrac/AT.
- c.5. Software Diffrac/AT Plus.
- c.6. Software Profile.
- c.7. Software JCPDS (2005).

ANEXO 2

Costo por Servicio (Usuarios externos)

El costo del servicio interno (comunidad UAM) será 10% del externo y se cargará al presupuesto de cada usuario. Al valor indicado hay que agregar el IVA.

Estudio	Costo
Medición de difractogramas en el intervalo 2 a 70° en 2θ en GBA por un tiempo de hasta 20 min en el caso del LACMRX T-128.	\$1,200.00 por muestra
Medición de difractogramas en el intervalo 0,55 a 7° en 2θ en GHP por un tiempo de hasta 10 min en el caso del LACMRX T-128.	\$1,800.00 por muestra
Medición de difractogramas en el intervalo 2 a 60° en 2θ en GHP-HRA por un tiempo de hasta 20 min en el caso del LACMRX T-128.	\$1,200.00 por muestra
Identificación de fases	\$1,200.00 por muestra
Parámetro de red	Sistema cúbico. \$1,000.00 por muestra Sistema hexagonal. \$1,400.00 por muestra Sistema monoclinico. \$1,800.00 por muestra
Tamaño de cristal (con estándar)	\$1,000.00 por muestra
Cálculo de la FDR (incluye cálculo de posiciones interatómicas)	\$3,000.00 por muestra
Obtención de termodifractogramas.	\$1,200.00 por muestra y por temperatura solicitada

<p>Estudio estructural mediante el método de refinamiento de Rietveld. (Parámetro de celda; alfa, beta, gamma; tamaño de partícula; distancias interatómicas; cuantificación de fases; etc.)</p>	<p>(Archivo de la corrida obtenida a una hora) \$5,000.00 por muestra</p>
<p>El costo de los estudios por SAXS incluye:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Cálculo del radio de giro a partir de la ley de Guinier. • Cálculo de la distribución de tamaño de heterogeneidades de partículas en materiales de dos fases • Cálculo de la dimensión fractal. • Cálculo de la superficie específica a partir de la Ley de Porod • Cálculo de la forma (Plot de Kratky) 	<p>\$7,000.00 por muestra</p>

Los precios pueden variar de acuerdo al índice de inflación.