



## ÍNDICE

1.-INTRODUCCIÓN .....	2
2.-ACCESO AL SERVICIO .....	2
3.-CONDICIONES DE LAS MUESTRAS .....	2
4.-CONSERVACIÓN Y MANIPULACIÓN DE LAS MUESTRAS .....	3
5.-IDENTIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS .....	3
6.-ENVÍO DE LAS MUESTRAS .....	3
7.-HORARIO DE RECOGIDA DE LAS MUESTRAS .....	3
8.-HOJA DE SOLICITUD DE ANÁLISIS .....	3
9.-CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO DE LAS MUESTRAS .....	4
10.-NORMAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SERVICIO .....	5
11.-RESULTADOS DE ANÁLISIS .....	5
12.-ALMACENAMIENTO Y ELIMINACIÓN DE LAS MUESTRAS .....	5
13.-TARIFAS .....	5
14.-DATOS DE CONTACTO .....	5

## 1.-INTRODUCCIÓN

El Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica pone a disposición del personal científico las técnicas **XPS** (X-Ray Photoelectron Spectroscopy) y **UPS** (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy) para el **análisis de superficies de sólidos**, así como el servicio de pretratamiento de muestras a presión y temperatura **HPC+análisis** (High Pressure Chamber + análisis).

Se dispone de un sistema de espectroscopía de fotoelectrones **SPECS GmbH** con sistema UHV (presión aproximada de  $10^{-10}$  mbar), con fuentes de rayos X monocromática (con ánodo doble Al/Ag) y no monocromática (con ánodo doble Al/Mg), fuente de fotones ultravioleta, fuente de iones, fuente de electrones para compensación de cargas, cámara de alta temperatura y presión, y analizador de energía PHOIBOS 150 9MCD. Para una descripción más detallada de las características técnicas del equipo, por favor, consulte la página web [www.icp.csic.es/](http://www.icp.csic.es/).

## 2.-ACCESO AL SERVICIO

Para solicitar la realización de análisis al Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica, se ha de cumplimentar la “*Solicitud de Análisis*” correspondiente al servicio demandado (XPS, UPS y/o HPC+análisis) que se encuentra disponible en la página web [www.icp.csic.es/](http://www.icp.csic.es/).

La Hoja de Solicitud se ha de entregar necesariamente junto con las muestras al Director Técnico del Servicio para la aceptación y comienzo de los trabajos analíticos, salvo acuerdo con el usuario en el momento de recepción de la Hoja de Solicitud.

## 3.-CONDICIONES DE LAS MUESTRAS

La muestra es un factor clave en la realización de los análisis y, en este sentido, el usuario forma parte importante de la calidad de los resultados obtenidos.

A continuación, se consideran los tipos de muestras que son enviadas con mayor frecuencia al Servicio:

- Si la muestra es una lámina, ésta **no debe exceder** de las dimensiones: **10 mm x 15 mm** y una **altura de 5 mm**.
- En caso de que la muestra sea sólido pulverulento, ésta ha de ir **prensada**, perfectamente desgasificada, y sus dimensiones no deben exceder las arriba indicadas.

En el caso de que el servicio demandado sea **HPC+análisis**, las dimensiones de la lámina o pastilla han de ser **9 mm x 10 mm** y una **altura de 0.5 mm**.

Las muestras han de ser **estables bajo las condiciones de análisis**.

Aquellas muestras con cualquier tipo de contaminación por **sustancias clasificadas como tóxicas o peligrosas**, deben obligatoriamente ser declaradas como tales, y sólo se aceptarán para análisis si se acompaña de prueba fehaciente de descontaminación. En todo caso, previamente al envío de este tipo de muestras, será preciso contactar con el Servicio para tratar y acordar los aspectos relevantes referidos a la aceptación y análisis de este tipo de materiales.

#### 4.-CONSERVACIÓN Y MANIPULACIÓN DE LAS MUESTRAS

Cada muestra vendrá en su propio **recipiente individual**.

Los recipientes donde vayan a contenerse las muestras deberán estar perfectamente limpios y secos, y deberán estar constituidos por materiales que no provoquen alteración alguna de las características de las muestras, de forma que se evite cualquier tipo de posible contaminación.

El tipo de recipiente a elegir depende del tipo de muestra.

Los recipientes que contienen las muestras deberán protegerse y sellarse, de tal manera que no se deterioren y pierdan parte de su contenido durante el transporte. Deben embalarse y protegerse de cualquier posible contaminación externa o rotura, sobre todo cuando vayan a abrirse. Dicho embalaje no debe ser fuente de contaminación.

#### 5.-IDENTIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS

Todas las muestras deberán estar **identificadas de forma única**, con un nombre específico para cada una de ellas.

El marcado se realizará de forma indeleble sobre el recipiente de la muestra, siempre que esto sea posible, del modo que se considere más apropiado (etiquetado, rotulación, etc.), en función del tipo de recipiente empleado.

#### 6.-ENVÍO DE LAS MUESTRAS

El envío de las muestras al Servicio de Espectroscopía Foelectrónica será a cargo del usuario, que podrá realizarlo a través de compañías de transporte fiables o entregándolo personalmente en el propio laboratorio. El laboratorio no se responsabilizará de las posibles pérdidas, retrasos o alteraciones de la integridad de las muestras.

Se recomienda avisar al Servicio del momento de la llegada de las muestras, lo que asegurará su perfecta recogida.

Cuando las muestras lleguen al Servicio mediante compañía de transporte, el Director Técnico del Servicio se lo comunicará al usuario.

#### 7.-HORARIO DE RECOGIDA DE LAS MUESTRAS

En el Servicio las muestras serán recibidas de lunes a viernes en el horario de 9 a 14 h.

Fuera de este horario podrán ser recogidas con previo aviso y sujeto a la disponibilidad del personal del Servicio.

#### 8.-HOJA DE SOLICITUD DE ANÁLISIS

Como ya se ha indicado, las muestras deberán acompañarse de la **Hoja de Solicitud de Análisis** correspondiente según el servicio demandado (XPS, UPS y/o HPC+análisis), debidamente cumplimentada, ya que recoge toda la información necesaria para que el Analista del Servicio realice correctamente los análisis.

Sólo se admitirán:

- un máximo de **4 muestras** por Hoja de Solicitud para **análisis XPS y UPS**,

- un máximo de **3 muestras** por Hoja de Solicitud para **perfil de profundidad**,
- un máximo de **1 muestra** por Hoja de Solicitud para **HPC + análisis**.

En todos los casos es necesario especificar:

- 1.- Los datos del usuario, firma autorizada y datos de contacto (teléfono y correo electrónico).
- 2.- Datos necesarios para la correcta facturación del Servicio.

Aunque no son obligatorios, se recomienda dar todos los datos posibles sobre las muestras enviadas, ya que ellos facilitarán la óptima realización del análisis.

Las muestras que contengan sustancias tóxicas o peligrosas, deberán estar claramente identificadas como tales.

Como ya se ha indicado, el usuario ha de asegurar la **estabilidad de las muestras** bajo las condiciones de análisis. En el caso de que una descripción errónea de la muestra u omisión de algún aspecto relevante de la misma por parte del solicitante conlleven repetición de análisis, el investigador principal se hará responsable y asumirá los costes derivados. En cualquier caso, el **investigador principal es el responsable** y asumirá los costes derivados de cualquier tipo de contaminación o degradación de los materiales y piezas del equipo de análisis por reacción, volatilización, etc. de sus muestras en las condiciones de análisis. El desconocimiento no exime de la responsabilidad.

Cuando algún requisito de la solicitud no estuviese claro, el Director Técnico del Servicio contactará con el usuario (personalmente, vía telefónica o por correo electrónico) para intentar su resolución, decidiendo el Director Técnico del Servicio la acción a adoptar respecto a la aceptación o no de los trabajos.

Se ha de tener en cuenta que las **técnicas XPS y UPS son independientes**. Así, si las muestras han de analizarse por ambas técnicas, se han de rellenar ambas Hojas de Solicitud. Para facilitar la labor del Servicio de Espectroscopía Foelectrónica, si se prevé analizar las mismas muestras por ambas técnicas, por favor, entregue las dos Hojas de Solicitud, correspondientes a cada técnica, al mismo tiempo.

Por favor, tenga en cuenta que las condiciones establecidas para la recepción de muestras **son necesarias** para la realización del ensayo. El resultado puede verse afectado si se incumplen.

Para cualquier aclaración sobre la entrega de muestras, se ha de contactar con el Director Técnico del Servicio.

## 9.-CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO DE LAS MUESTRAS

Las muestras serán inspeccionadas a su llegada para comprobar su adecuación a los requisitos especificados en este documento.

Las muestras serán rechazadas cuando no se haya conservado la integridad de las mismas hasta el laboratorio, o cuando se dé cualquier posible circunstancia que imposibilite la correcta realización de los análisis y/o la entrega de resultados.

En otros casos, y de manera general, ante la falta de cumplimiento de los requisitos establecidos en este documento, o los particularmente acordados de manera previa a cada ensayo, el Director Técnico del Servicio entrará en contacto con el usuario (personalmente, vía telefónica o por correo electrónico) para corregir la deficiencia o, en su caso, descartar la muestra y solicitar una nueva.

Los plazos de entrega de resultados se encuentran a disposición de los usuarios en la página web del Servicio <http://www.icp.csic.es/xps.php>

## 10.-NORMAS DE FUNCIONAMIENTO DEL SERVICIO

El **Analista del Servicio** será el encargado de la **realización de los análisis**.

Las condiciones de análisis serán elegidas por el Director Técnico del Servicio, teniendo en cuenta en todo momento la petición del usuario, así como las particularidades que éste determine.

Salvo que se acuerde con el usuario, el Servicio de Espectroscopía Foelectrónica no realiza interpretación de los espectros.

Cualquier aspecto importante surgido durante la recepción, análisis y entrega de resultados, el Director Técnico del Servicio contactará con el usuario personalmente, vía telefónica o por correo electrónico.

El Servicio de Espectroscopía Foelectrónica pone a disposición de los usuarios un formulario para que puedan presentar las quejas relativas a los servicios analíticos prestados. Dichas quejas se podrán presentar también a través de la sede electrónica del CSIC (<https://sede.csic.gob.es/quejas-y-sugerencias>).

## 11.-RESULTADOS DE ANÁLISIS

Los resultados de análisis se enviarán al usuario por **correo electrónico**, y comprenderán:

- **Informe** de análisis con los datos de adquisición de los espectros.
- Carpeta con los **ficheros de espectros adquiridos**.

## 12.-ALMACENAMIENTO Y ELIMINACIÓN DE LAS MUESTRAS

Salvo que se hayan acordado otras condiciones con el usuario, no se conservarán las muestras utilizadas durante el análisis. Solamente se conservarán aquellas muestras no utilizadas, por un período máximo de 1 mes desde la entrega de resultados.

## 13.-TARIFAS

Las “*Tarifas*” de los servicios ofrecidos se encuentran a disposición de los usuarios en la página web <http://www.icp.csic.es/xps.php>

## 14.-DATOS DE CONTACTO

Director Técnico y Analista del Servicio de Espectroscopía Foelectrónica:

Cristina García Diego

Servicio de Espectroscopía Foelectrónica (Laboratorio: S-11)

Instituto de Catálisis y Petroleoquímica

C/ Marie Curie 2, 28049 Cantoblanco, Madrid

Teléfono: +34915854634

e-mail: [cristinagd@icp.csic.es](mailto:cristinagd@icp.csic.es)

web: <http://www.icp.csic.es/xps.php>