



investiamo nel vostro futuro



Dipartimento di Chimica

Via Orabona, 4
70125 Bari
Tel 080-5442062-2132-2012
Fax 080-5442529

FORNITURA DI UNA STRUMENTAZIONE:

“Diffrattometro Theta-Theta per polveri, film sottili e analisi PDF”

REFERENTE TECNICO DELLA FORNITURA: PROF. FERNANDO SCORDARI

IMPORTO COMPLESSIVO DELL'APPALTO: € 252.892,56 OLTRE IVA

Firma 

e-mail: fernando.scordari@uniba.it

Data:

Scheda tecnica per nuovo diffrattometro Theta-Theta per polveri, film sottili e analisi PDF

Il diffrattometro oggetto della fornitura deve garantire, nella configurazione offerta, numerose e differenti possibilità di upgrade, sia hardware che software, affinché possa svolgere, opportunamente equipaggiato, altre applicazioni differenti dalla classica diffrazione di polveri o su film sottili, quali esperimenti di SAXS (Small Angle XRay Scattering) e PDF (Pair Distribution Function).

Il diffrattometro deve presentare le seguenti caratteristiche minime:

1. Generatore di alta tensione ad elevata stabilità:

- Massima potenza erogata non inferiore a 4kW;
- tensione max non inferiore a 60 kV e corrente 60 mA , variabili via software in step da 1 kV ed 1 mA;
- Stabilità migliore di 0,01% per variazioni di rete del 10%.

- Tubi a raggi X:
- N. 1 tubo a raggi X per diffrazione ad alta risoluzione (HR) con filamento stabilizzato, di tipo ceramico, con anticatodo in Cu, compatto, a due finestre, 1 uscita con fuoco puntuale ed 1 uscita con fuoco lineare;
- N. 1 tubo a raggi X di tipo ceramico, con anticatodo in Ag, compatto, a due finestre, 1 uscita con fuoco puntuale ed 1 uscita con fuoco lineare;
- I tubi devono poter commutare da fuoco lineare a fuoco puntiforme in maniera semplice ed affidabile, senza richiedere ulteriori operazioni di allineamento. L'operazione di commutazione deve essere eseguibile anche da operatori inesperti, tramite la rotazione del tubo di 90°, senza alcuna movimentazione della cuffia di alloggiamento. La cuffia di alloggiamento non deve contenere porzioni del circuito di raffreddamento del tubo. Per evitare sollecitazioni meccaniche su O-ring, la commutazione di fuoco non deve richiedere rotazione relativa fra testa e corpo del tubo a raggi X;
- Filtro di Ni per soppressione Kb della radiazione del Cu;
- Filtro di Rh per soppressione Kb della radiazione dell'Ag;
- Il sistema deve poter montare anche sorgenti con materiale anodico differente, quali ad esempio W, Mo, Fe, Mn, Cr.

2. Rivelatori:

Il sistema deve essere dotato di due rivelatori, di cui uno deve essere di tipo area detector, multi rivelatore allo stato solido, capace di garantire acquisizioni ultra rapide, elevata statistica di conteggio e risoluzione pari o migliore ad un detector puntuale proporzionale.

- Il multi rivelatore non deve prevedere utilizzo di gas, né richiedere periodiche ricariche, né sistemi di raffreddamento ausiliari quali acqua o azoto liquido;
- Non deve richiedere ricalibrizioni, né manutenzioni. Deve poter lavorare sia in modalità lineare (1D) che in modalità puntuale o “receiving slit” (0D). Deve inoltre poter lavorare in modalità 2D (ad esempio per la visualizzazione diretta degli anelli di Debye o la topografia ai raggi X) e, dotato degli opportuni accessori, in modalità 3D, consentendo la tomografia computerizzata su piccoli oggetti;
- Deve consentire ogni eventuale operazione di calibrazione ed allineamento del goniometro, del sistema e dei suoi componenti ottici senza richiedere la presenza o l’ausilio di alcun detector aggiuntivo;
- L’area detector deve essere costituito da almeno 250 x 250 pixel, le dimensioni di ogni pixel non devono essere superiori a 60 micron x 60 micron;
- L’area detector allo stato solido deve poter acquisire pattern di diffrazione al massimo della sua efficienza a partire da valori angolari pari a 0.5° 2θ o inferiori, senza richiedere l’impiego di altri detector (per poter eseguire esperimenti di Low-angle XRD, GIXA, SAXS);
- Il multi rivelatore offerto deve anche poter essere accoppiato ad un monocromatore secondario per radiazione al Cu. Tale monocromatore deve essere specifico per l’utilizzo con detector allo stato solido, con caratteristiche tali da permettere di sfruttarne l’intera lunghezza e consentire l’acquisizione di pattern di diffrazione privi degli effetti dovuti al fenomeno di fluorescenza (in caso di campioni contenenti Fe, Mn, etc) e con un migliore rapporto picco/fondo, comunque in maniera molto rapida;
- Il secondo rivelatore deve essere a scintillazione NaI con accessori, per consentire, associato al tubo in Ag e alle schermature ottiche per l’Ag (shielding kit), di eseguire analisi PDF.

3. Cabinet, Goniometro verticale Theta-Theta:

Il cabinet del diffrattometro deve essere ampio, ad elevata accessibilità e con spazio sufficiente ai movimenti dell’operatore durante l’installazione degli accessori e dei componenti ottici sul goniometro.

- Il goniometro, ad alta risoluzione, deve essere di tipo verticale theta-theta (con posizionamento del campione orizzontale e fermo rispetto alla movimentazione della sorgente e del braccio diffratto), caratterizzato da due assi Theta/ 2θ disaccoppiati e con motori indipendenti, operanti sia in modalità “*continuous scan*” che “*stepping scan*”;
- Deve possedere un sistema di posizionamento e di controllo angolare estremamente accurato e riproducibile, anche nel lungo periodo, nonché affidabile. Tale sistema deve essere dotato di encoder ottici posizionati direttamente sui cerchi goniometrici e non sui motori o sugli organi di trasmissione. Il sistema deve inoltre essere dotato di controeazione attiva e riposizionamento angolare dei bracci nel caso in cui sollecitazioni esterne intervengano sui bracci goniometrici;
- Il goniometro deve inoltre poter alloggiare diversi componenti ottici e stage preallineati per il posizionamento dei campioni, intercambiabili in maniera semplice e veloce anche per un operatore inesperto, senza richiedere alcuna operazione di allineamento e garantendo comunque la massima accuratezza e riproducibilità del sistema. Tale sistema preallineato per la sostituzione dei vari componenti deve essere garantito per tutti gli accessori presenti sul percorso ottico e fissati al goniometro, quali la sorgente, l’ottica

primaria (slitte, Soller, filtri, antiscatter, monocapillari, mirror, monocromatori, etc.), i vari stage portacampioni forniti ed eventualmente installati in futuro (spinner, camere calde, stage per campioni massivi, per microcampioni, etc.), l'ottica secondaria (slitte, Soller, filtri, collimatori, monocromatori, mirror, etc.) ed i detector (lineare, puntuali, area detector, etc.).

- Deve essere dotato di uno stage per alloggiare portacampioni piani per polveri;
- Deve essere predisposto per poter analizzare sia in riflessione che in trasmissione;
- Deve inoltre presentare le seguenti caratteristiche minime:
 - Raggio goniometrico variabile tra 130 mm e 240 mm
 - Riproducibilità assi: $\pm 0,0001^\circ$
 - Velocità minima di scansione: $0,001^\circ/\text{s}$
 - Step minimo: $0,0001^\circ$
 - Range angolare: $-111^\circ \div 167^\circ 2\text{Theta}$.

4. Ottiche:

- Il sistema deve essere dotato almeno dei seguenti componenti ottici:
 - Ottica divergente primaria fissa per fuoco lineare (fascio incidente).
 - Ottica antiscatter per fascio primario (fascio incidente).
 - Ottica divergente primaria per misure a basso angolo (fascio incidente).
 - Fenditure Soller da $0,02$ rad (fascio incidente).
 - Beam mask per definire la larghezza del fascio e l'area irradiata del campione (set di maschere richiesto: 5, 10, 15, 20 mm o misure similari).
 - Alloggiamento per filtro di Nichel sia su fascio incidente che fascio diffratto.
 - Ottica secondaria antiscatter (fascio diffratto).
 - Fenditure Soller da $0,02$ rad (fascio diffratto).
 - Set di slitte di varia apertura da poter inserire ed utilizzare nei componenti ottici sopra citati.
 - Ottica secondaria per la determinazione di strati sottili e campioni non piani.

- Il sistema deve essere dotato di uno stage portacampioni polivalente per campioni con forme irregolari e/o pesi fuori standard. Lo stage deve possedere una piastra ampia a sufficienza per appoggiare e fissare comodamente i campioni. Lo stage deve garantire, inoltre, la possibilità di ruotare, tiltare, traslare il campione in maniera accurata e precisa, per sottoporre in piano ed in analisi l'area desiderata.

- Il sistema deve essere dotato di un mirror primario che consenta di ottenere un fascio monocromatico focalizzato sul rivelatore e l'eliminazione della componente Cu Kbeta. Tale mirror deve poter essere utilizzato per misure in trasmissione, con capillari o campioni planari.

- Collimatore secondario a piani paralleli, con angolo di accettazione non superiore ai $0,20^\circ$.
- Doppio asse diffratto per poter installare, due detector contemporaneamente ed eseguire eventuali batch di analisi sullo stesso campione con ottiche differenti senza intervento dell'operatore per il cambio di ottica (ad es. analisi film sottili con Soller lunga e classica analisi con slitte riceventi).

Tutti i componenti ottici forniti, e quelli eventualmente offerti o disponibili come optional anche in futuro, devono essere preallineati e devono poter essere intercambiati in maniera semplice, veloce ed affidabile, anche da parte di un operatore inesperto, garantendo sempre la massima accuratezza e riproducibilità del sistema.

In seguito alla sostituzione di uno o più componenti ottici non deve essere richiesto alcun riallineamento del sistema, né automatico, né manuale, al fine di evitare tempi morti.

5. Stage porta campioni

- Il sistema deve essere dotato di uno stage per poter alloggiare campioni in polvere su portacampioni piani (vetrini, basi in Al, etc.).
- Il sistema deve essere dotato, inoltre, di uno spinner per la rotazione del campione in analisi, gestito via software, con velocità variabile e controllabile, oppure per posizionare ed analizzare il campione ad angoli discreti. Il suddetto spinner deve poter lavorare sia in modalità riflessione che trasmissione, senza apportare alcuna modifica al medesimo *stage* e senza la necessità di alcun accessorio aggiuntivo. Deve essere possibile muovere lo spinner a posizioni angolari definite, per valutare eventuali orientazioni preferenziali del campione e/o tessiture nel piano.
- Nel caso in cui lo spinner fornito per misure in riflessione non potesse essere utilizzato anche per misure in trasmissione, l'azienda potrà includere nella fornitura un secondo spinner per la rotazione del campione in analisi, gestito via software, con velocità variabile e controllabile, oppure per posizionare ed analizzare il campione ad angoli discreti, che possa lavorare in trasmissione. In alternativa potrà fornire tutti gli accessori necessari affinché il suddetto spinner (in riflessione) possa lavorare anche in trasmissione.
- Devono inoltre essere forniti 2 supporti piani per analisi di bassissime quantità di materiale che non diano alcun contributo al pattern di diffrazione (preferibilmente supporti monocristallini con un taglio tale da non contribuire al diffrattogramma).
- Il sistema deve essere dotato di uno stage che consenta montaggio di una testina goniometrica per capillari e il mantenimento della stessa in rotazione.
- Devono inoltre essere disponibili, diversi stage per diverse tipologie di campioni, tutti preallineati ed intercambiabili con le stesse modalità specificate nei paragrafi precedenti per goniometro ed ottiche. La sostituzione degli stage deve richiedere tempi ridottissimi (dell'ordine di pochi secondi o minuti) e non necessitare di alcuna ricalibrazione o allineamento, nemmeno automatico.

6. Altri Accessori

- Il sistema deve essere dotato dei seguenti accessori ausiliari per facilitarne l'utilizzo quotidiano:
 - Disco fluorescente per l'allineamento del fascio;
 - Campione standard di Si per la ricalibrazione;

- display esterno per la visualizzazione dei movimenti del goniometro e dei conteggi durante l'analisi;
- Il sistema deve essere dotato di camera riscaldante per studi di diffrazione X in situ per temperature fino ad almeno 1200°C in condizioni di atmosfera controllata. Questo al fine di permettere studi di trasformazione di fase, determinazioni strutturali e studi di reazioni chimiche. Il sistema deve avere le seguenti caratteristiche: deve poter accomodare vari tipi di campioni (campioni ordinari, polveri, pasticche, campioni massivi, film sottili); permettere una facile intercambiabilità dei portacampioni; deve permettere misure di diffrazione partire da 0° di 2 theta; deve essere dotata di accessorio per l'alto vuoto (10^{-4} mbar).

7. Software:

Il sistema deve essere dotato di software per la gestione del diffrattometro ed acquisizione dati avente le seguenti caratteristiche minime:

- Opera in ambiente Windows XP o Windows 7, con generazione di file in formato .xrdml;
- permette la piena accessibilità al contenuto dei *file* acquisiti e si interfaccia con altri sw applicativi (Excel, Word, etc.);
- consente la gestione di tutti i parametri del diffrattometro ;
- consente l'esecuzione delle operazioni di riscaldamento del tubo in caso di montaggio di un nuovo tubo o riaccensione dopo lunghi periodi;
- permette il controllo delle condizioni del diffrattometro e la comunicazione di eventuali errori o malfunzionamenti;
- consente l'assemblaggio di programmi di misura singoli o in batch;
- permette la gestione degli accessori presenti sul diffrattometro, ma anche di quelli citati tra gli optional;
- consente la visualizzazione dei pattern acquisiti e l'elaborazione grafica degli stessi;
- Il sistema deve essere inoltre dotato di un software per l'elaborazione dei pattern acquisiti, completati dalla ricerca e dall'identificazione delle fasi, avente le seguenti caratteristiche minime:
 - principali funzioni di elaborazione del diffrattogramma, alfa2 stripping, sottrazione fondo, elaborazione del profilo, etc;
- ricerca ed identificazione delle fasi, con interfacciamento ad uno o più database contemporaneamente. Deve includere un database da interfacciare con il software per l'elaborazione dei diffrattogrammi e consentire così il completamento dell'analisi qualitativa mediante la ricerca ed identificazione delle fasi. Tale database deve essere fornito in numero di licenze adeguato al numero di PC sui quali sarà reso disponibile il software per l'analisi qualitativa delle fasi, inoltre la licenza d'uso deve essere valida per un periodo superiore ai 10 anni.
 - analisi quantitativa col metodo RIR;
 - licenza/e per l'installazione e l'utilizzo contemporaneo su almeno 4 PC differenti all'interno dello stesso Istituto/laboratorio.
- Il pacchetto software fornito deve essere completato dalle seguenti caratteristiche/optional:

- funzionalità per eseguire cluster analysis (ovvero analisi chemiometrica di un ampio numero di pattern XRD o di altra provenienza).
8. Il diffrattometro deve essere dotato di un cabinet schermato con radioprotezione integrale, con vetri al piombo di spessore equivalente ad 1 mm Pb e dose misurabile inferiore ad $1\mu\text{Sv/h}$ a 10 cm dalla parete della console (anche a massima potenza e con sorgenti con anticatodo in Ag e, in generale, ad alta energia, ad esempio fascio diretto della radiazione di Ag a 60 kV). Gli sportelli di accesso alla zona controllata del diffrattometro devono essere bloccati durante la misura (durante l'irraggiamento del campione) e non consentire alcuna apertura accidentale. L'apertura deve essere possibile solo con lo *shutter* (otturatore sulla cuffia) chiuso, a fine misura e a tubo spento.
 9. Il sistema deve essere dotato di centralina di raffreddamento acqua-acqua per interni.
 10. Il sistema deve essere fornito di una pedana di dimensioni 1620 x 2000 mm e portata 1200 Kg, costituita da telaio in acciaio e piano calpestio in legno.
 11. Il fornitore dovrà includere nell'offerta una presentazione dettagliata della propria struttura a livello nazionale, dalla quale si evinca il numero, la dislocazione sul territorio e le competenze del personale dedicato all'assistenza tecnica ed applicativa su diffrattometri a raggi X.
 12. Il fornitore dovrà indicare le modalità per usufruire della suddetta assistenza, sia nel periodo di garanzia che successivamente allo stesso.
 13. Il sistema dovrà essere coperto da 12 mesi di garanzia.
 14. Training di formazione di almeno 5gg on site.
 15. Il fornitore dovrà allegare un piano di lavoro dettagliato che illustri in maniera sintetica le modalità ed i tempi di esecuzione della fornitura. Dovranno pertanto essere indicati, come minimo:
 - Tempi di consegna del materiale dalla data di definizione del contratto;
 - Tempi e modalità di esecuzione della visita di pre-installazione;
 - Tempi previsti per l'installazione, il collaudo e l'avviamento dello strumento;
 - Tempi e modalità di esecuzione della formazione, sia di base che avanzata.Per tutte le fasi di lavoro citate, indicare i nominativi del personale che presumibilmente eseguirà il lavoro.