

## **PLAN DE MANTENIMIENTO PREVENTIVO, CALIBRACIÓN Y VERIFICACIÓN DE EQUIPOS DEL LABORATORIO DE RAYOS X.**

### **Plan de Mantenimiento Preventivo**

Por parte del Personal Técnico del Laboratorio de Rayos X o mediante la ayuda de proveedores autorizados se llevarán a cabo tareas de mantenimiento preventivo, con el objeto principal de evitar averías en los diferentes equipos del Laboratorio o sus accesorios.

En el Plan de Mantenimiento Preventivo del Laboratorio de Rayos X los técnicos realizarán revisiones preventivas del estado de los filtros de agua del sistema de refrigeración de los equipos y de las enfriadoras externas, de los medidores de flujo de agua de dichos sistemas de refrigeración y de la botella de gas PR (90% Argón-10% Metano) del equipo de fluorescencia de Rayos X, así como un volcado de seguridad de los datos obtenidos de las medidas realizadas en cada equipo. Las mediciones realizadas por los técnicos se realizarán en torno al día 10 de cada mes y se colgarán directamente en la web del Laboratorio; <http://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx> en el apartado *Mantenimiento*, estando accesibles a todos los usuarios a través de Internet. En dicho documento se especificará que técnicos realizan la revisión, en que fechas y el estado en que se encontró el filtro, medidor de flujo o botella de gas. Hay tres posibles estados: OK o en buen estado si pasa correctamente la revisión, OK- cuando pasa la revisión pero se debe mantener una observación periódica y KO cuando no pasa la revisión y hay que sustituir o limpiar la pieza. Por otro lado se realizará un rellenado cada vez que sea necesario del nitrógeno líquido del equipo de microfluorescencia, anotándose en su *Libro de Registro de Averías y Mantenimiento* y un rellenado del dewar del equipo de difracción con cámaras de temperatura siempre que sea necesario. Aproximadamente una vez cada dos semanas, o siempre que sea necesario se realizará un rellenado del nitrógeno líquido del dewar de almacenaje del Laboratorio grande de Rayos X y el del equipo de Monocristal se rellenará semanalmente el día indicado por la dirección para rellenado de nitrógeno líquido dentro del edificio. En el equipo de Monocristal en general los viernes se revisará el centrado de la cámara, ajustándola en caso necesario, y se revisará a su vez las líneas de gases. Una vez al semestre se revisará el nivel y estado del agua de los circuitos internos de refrigeración de los equipos DISCOVER y D8I-90. En el equipo de tomografía computerizada se realizará al menos una vez al semestre un mantenimiento del target. Las actuaciones realizadas se anotarán en su *Libro de Registro de Averías y Mantenimiento* correspondiente.

En el Plan de Mantenimiento Preventivo realizado por los proveedores autorizados se llevará a cabo mantenimiento preventivo anual de los difractómetros, del equipo de microfluorescencia para estudio de capas, del equipo de fluorescencia de Rayos X, de los equipos de TXRF, del equipo de tomografía computerizada y de todas sus enfriadoras. A su vez se realizará al menos una medición anual de la dosis de radiación emitida por los difractómetros, por las microfluorescencias, por el equipo de fluorescencia de Rayos X, por los equipos de TXRF y por el equipo de tomografía axial computerizada. Las fechas de la revisión e incidencias detectadas se anotarán en el *Libro de Registro de Averías y Mantenimiento* de cada equipo, guardándose los albaranes e informes entregados por el proveedor en los archivadores asignados a cada equipo.

### Plan de Calibración y Verificación

Por parte del Personal Técnico del Laboratorio de Rayos X se realizarán calibraciones y verificaciones periódicas de todos los equipos. Se hará al menos un ajuste anual para el difractómetro convencional, para los equipos D8C y DISCOVER II, y tantos ajustes como sea necesario (ya que cada vez que se cambie de cámara o configuración se calibrarán) para los anteriores. En ellos tras el ajuste se medirán patrones trazables para verificar que las condiciones del equipo tras la calibración son óptimas. Tras medir los patrones en las mismas condiciones del método estándar designado por el laboratorio (rango de 3 a 70° en 2θ en el difractómetro convencional y de 10 a 70° en el de cámaras, con paso de al menos 0,02° en 2θ y 0,1s por paso), se realizará un ajuste de las posiciones de los picos mediante el método de Le Bail usando el Software Topas de BRUKER de manera que se establecen los valores de tolerancia para las diferentes configuraciones (es importante señalar que no se ajusta la posición del 0) expresados en la Tabla 1.

Configuración	Equipo	Patrón	Tolerancia (Å) del parámetro reticular a	Tolerancia (Å) del parámetro reticular c
Bragg-Brentano	D8I, D8C y DISCOVER II	Corindón SRM 1976a	± 0,003	± 0,006
Espejos Göbel con Sollers paralelos	D8C y DISCOVER II	Corindón SRM 1976a	± 0,005	± 0,015
Cámaras de Temperatura	D8C y DISCOVER II	Silicio SRM 640c	± 0,008	

Tabla 1

Para el caso del equipo de Microdifracción (DISCOVER), se hará un ajuste del detector Vantec-500 y del sistema al menos una vez al año (ya que cada vez que se cambie de configuración se calibrará), y se medirá el patrón de Corindón (rango de  $20$  a  $60^\circ 2\theta$  para ánodo de Cu y de  $30$  a  $70^\circ 2\theta$  para ánodo de Cr, con paso de  $20^\circ 2\theta$  y  $60$  s por paso). Se realizará un cálculo de las posiciones de los picos mediante el Software EVA de BRUKER de manera que se establecen los siguientes valores de tolerancia para el pico principal: para Cu de  $(35,181 \pm 0,100)^\circ 2\theta$  y para Cr de  $(53,368 \pm 0,100)^\circ 2\theta$ , en ambos casos para el “gravity” del pico.

Para el equipo de Monocristal (APEX), se realizará un ajuste del sistema siempre que se haga un cambio de fuente, o cuando el técnico lo considere oportuno. Siempre después de cambiar de fuente, y al menos una vez al año se realizará una medida del patrón YLID a temperatura ambiente, mediante el software APEX2 de BRUKER para todas las fuentes montadas. Los rangos de tolerancia se muestran en la Tabla 2. En caso de que los valores obtenidos estén fuera de los valores de tolerancia se repetirá el ajuste.

Parámetro reticular	Valores del patrón Ylid (Å)	Tolerancia (Å) del parámetro
a	5,961	$\pm 0,030$
b	9,038	$\pm 0,030$
c	18,390	$\pm 0,040$

Parámetro	Tolerancia
GOF	$\leq 1,2$
R1	$\leq 5$
wR2	$\leq 15$

Tabla 2

Para el equipo de Microfluorescencia EAGLE se hará al menos un ajuste anual y para ambos equipos de Microfluorescencia se medirá un patrón para verificar el ajuste al menos una vez al año. El método general de medida se considera semicuantitativo, estableciéndose los rangos de tolerancia mostrados en la Tabla 3.

% en peso del elemento	Valor $< 1\%$	$1\% < \text{Valor} < 10\%$	$10\% < \text{Valor} < 100\%$
Tolerancia de la medida	$\pm 1\%$	$\pm 2\%$	$\pm 5\%$

Tabla 3

Es posible implementar métodos cuantitativos para los cuales se establecerán rangos de tolerancia según la naturaleza de las muestras.

Para el equipo de Fluorescencia (AXIOS) se realizarán calibraciones para todos los métodos de medida cuantitativos y semicuantitativos al menos una vez cada tres años, intentándose siempre que se realice en periodo estival. Para los métodos cuantitativos se verificarán las condiciones del equipo tras la calibración mediante la medida de patrones y se realizará un informe que incluya los límites de detección, de cuantificación y la incertidumbre expandida para los diferentes métodos especificando la forma de calcularlas. El rango de tolerancia para los métodos cuantitativos para cada elemento se obtendrá de sumar el valor obtenido en la medida de los patrones  $\pm$  la incertidumbre expandida, comprobando que al menos el 60% de los elementos cumple lo anterior para los métodos de trazas y el 80% para los métodos de mayoritarios, en caso contrario se repite la calibración. Para los métodos con poca cantidad de muestra sólo se comprobará la tolerancia con los elementos mayoritarios debiendo cumplir la condición el 60% de los elementos. Para los métodos semicuantitativos, se medirá un patrón certificado debiendo cumplir la condición de que al menos el 80% de los elementos medidos presenten una desviación del valor certificado de un 10% del porcentaje en peso. Si tras una verificación rutinaria (por ejemplo, después de un mantenimiento del equipo), en la que se midan algunos patrones, se observa que los resultados obtenidos no cumplen las condiciones anteriormente descritas, se procederá a la calibración del método.

Para las micropipetas se realizará una calibración al menos una vez al semestre de acuerdo al PNT07LRX0305. Para las TXRF se realizará una validación al menos una vez al año, donde se medirá un patrón multielemental verificando que los elementos: Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se y Sr se encuentran en una concentración de 1 mg/l con un error máximo del 10% para el 90 % de los elementos.

Para las balanzas se realizará una calibración anual, al igual que para las estufas y el horno. El rango de tolerancia de las estufas será de  $\pm 10$  °C y del horno será de  $\pm 25$  °C, mientras que para las balanzas será de un valor de  $|\text{corrección/tolerancia}|$  de 25 en tanto por ciento.

Las fechas de las diferentes calibraciones se podrán consultar en la web del Laboratorio; <http://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx> en el apartado Mantenimiento. En el apartado *Cálculo de incertidumbre, límites de detección y de cuantificación y medida de patrones*, se podrán consultar también las fechas así como los informes de calibraciones y de verificación de los difractómetros en las diferentes configuraciones y las fechas de publicación y el informe del Cálculo de Incertidumbre, de límites de detección y cuantificación por fluorescencia de Rayos X de los métodos cuantitativos.