

1 SERVICIOS GENERALES DE INVESTIGACIÓN

1.1 SGI LABORATORIO DE RAYOS X

Introducción

El Laboratorio de Rayos X ofrece a sus usuarios análisis de la estructura cristalina y la composición elemental de materiales mediante Difracción y Fluorescencia de Rayos X respectivamente además de la posibilidad de obtener imágenes 2D y reconstrucciones 3D mediante Tomografía Computerizada. Para ello se dispone de un difractor de polvo para análisis rutinario (Unidad D8I-90), dos difractómetros de polvo para el análisis in situ de fases y condiciones no ambientales (Unidad D8C y DISCOVER II) y estudio de Capas y Superficies (Unidad DISCOVER), un equipo de Difracción de Monocristal (Unidad APEX II DUO), dos equipos de microFluorescencia de Rayos X, uno de propósito general (Unidad EAGLE) y otro optimizado para el estudio de espesores (Unidad FISCHER), un equipo de Fluorescencia de Rayos X (Unidad AXIOS), dos equipos de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total (Unidades PICOFOX) y un equipo de Tomografía Computerizada (Unidad COUGAR).

Datos de contacto

Localización: Edificio CITIUS

Email: areaderayosx@us.es

Tfno.: 954559747 / 954559746

Web: <http://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx>

Recursos Humanos:

Director Científico del SGI Laboratorio Rayos X:

Prof. Dr. Joaquín Ramírez Rico

Prof. Contratado Dr. del Departamento de Física de la Materia Condensada

Correo electrónico: directorlrx@us.es

Tfno.: 651 936 836

Joaquín Ramírez Rico es Profesor Contratado Doctor en el Dpto. Física de la Materia Condensada de la Universidad de Sevilla desde 2012, estando en posesión de la acreditación a Profesor Titular. Cuenta dos sexenios de investigación reconocidos (2004-2009 y 2010-2015). Obtuvo el título de Doctor por la Universidad de Sevilla en 2008, y posteriormente realizó una estancia de dos años en el grupo de la Prof. K. T. Faber en Northwestern University gracias a una beca postdoctoral del Ministerio de Educación y Ciencia. Ha utilizado dos grandes instalaciones: la fuente de neutrones pulsada IPNS (durante dos estancias predoctorales en EEUU) y la línea de haz de alta energía 1-ID del sincrotrón Advanced Photon Source (durante su etapa postdoctoral). Colabora con el grupo del Prof. I.C. Noyan en Columbia University en el desarrollo de métodos de análisis de difracción de rayos X con detectores de área.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

Personal laboral y becarios:

D. Santiago Medina Carrasco
Titulado Superior de Apoyo a la Docencia
e Investigación, Grupo I
Dr. en Ciencia de Materiales
sanmedi@us.es
954559747

D. Alberto Ortega Galván
Titulado Superior de Apoyo a la Docencia
y a la Investigación, Grupo I
Licenciado en CC. Físicas e
Ingeniero de Materiales
alortega@us.es
954559747, 630365053

D. Francisco Rodríguez Padiá
Técnico Especialista de Laboratorio, Grupo III
Licenciado en CC. Químicas
padi@us.es
954559746

D. Agustín Cota Reguero
Titulado Superior
Licenciado en CC. Físicas e
Ingeniero de Materiales
acota@us.es
954559747

Dña. Beatriz Sánchez Portillo
Personal Técnico de Apoyo
FPII Grado Superior de Análisis y Control
bsanchez7@us.es
954559747

D. John Edward Mejía Morales
Personal Técnico de Apoyo
Licenciado en CC. Biológicas
jmejias2@us.es
954559747

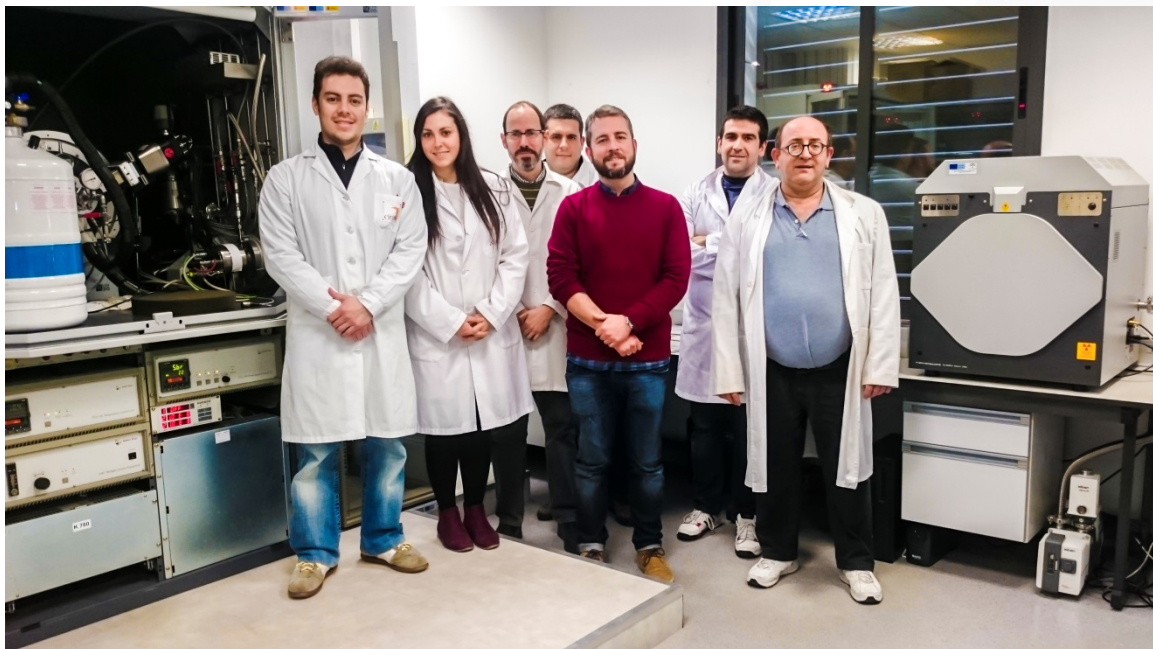


Figura 1: Miembros del SGI Laboratorio de Rayos X.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

Técnicas y/o ensayos analíticos que se pueden realizar en el SGI:

- Determinación rutinaria de fases cristalinas presentes en un material en condiciones ambientales estándar.
- Determinación de fases cristalinas presentes en un material y seguimiento de reacciones en condiciones controladas de presión, atmósfera, temperatura (hasta 2000°C) y humedad relativa.
- Determinación rutinaria de la composición química de elementos mayoritarios y minoritarios en sólidos y líquidos (rango elemental O al U).
- Determinación de la composición química de elementos mayoritarios y minoritarios (rango elemental Na al U), con resolución espacial (100 μm , 300 μm , 600 μm , 3 mm, 1 mm).
- Determinación de la composición química de elementos traza (sub ppm) en muestras líquidas mediante fluorescencia de rayos X por reflexión total (TXRF).
- Cálculo de espesores de capas mediante microfluorescencia de rayos X.
- Obtención de difractogramas de monocristal.
- Resolución de estructuras cristalinas.
- Microdifracción, mapeo del espacio recíproco, estudio de texturas y estrés, reflectometría y alta resolución, incidencia rasante, GI-SAXS y SAXS.
- Evolución con la temperatura (hasta 1100°C) de capa delgada.
- Captura de imágenes 2D y reconstrucciones 3D mediante tomografía computerizada.

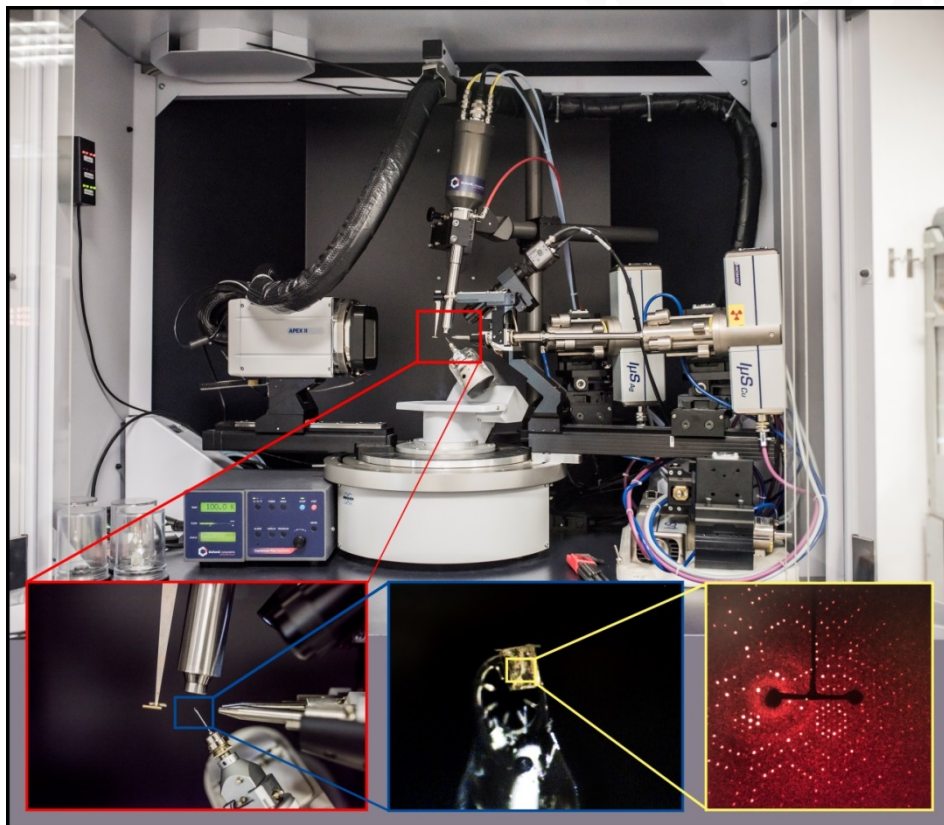


Figura 2: Ejemplo de montaje de muestra y resultado de medida en equipo APEX II de Bruker.

Descripción de los equipos e instrumentos del SGI

- Difractómetro de Rayos X D8 DISCOVER de la marca BRUKER que permite, a través de distintas técnicas, el estudio de fases cuantitativo y cualitativo, análisis de estructura de cristal, alta resolución, reflectometría, mapeo de espacio recíproco, difracción de Rayos X a incidencia rasante en plano (IP-GID), dispersión de Rayos X a bajo ángulo e incidencia rasante (GI-SAXS), tensión residual y estrés, análisis de textura, análisis mediante capilares y micro-difracción.
- Difractómetro de Rayos X de monocristal (APEX II). Sistema completo de difracción de Rayos x de monocristal con tres fuentes de radiación modelo APEX II de BRUKER con geometría Kappa. Dispone de un detector CCD de alta sensibilidad. El equipo tiene la opción de usar radiación incidente procedente de tres microfuentes diferentes: cobre, molibdeno o plata. El sistema incluye un goniómetro de cuatro círculos con geometría Kappa y un videomicroscopio CCD integrado. El equipo permite el enfriamiento de la muestra mediante una unidad de refrigeración por nitrógeno modelo Cryostream 700 Plus de Oxford, que posibilita realizar experimentos entre 80 y 500 K.
- Difractómetro de Rayos X para análisis in-situ de fases Bruker D8C. Cuenta con cámaras de temperatura: TTK450 de AntonPaar de baja temperatura y cámara de reacción y alta temperatura XRK900 de AntonPaar.
- Difractómetro de Rayos X para análisis in-situ de fases Bruker DISCOVER II. Cuenta con cámaras de temperatura: MTC-HIGHTEMP+, MTC-HIGHTEMP y MTC-FURNACE que permiten realizar medidas hasta 2000°C en condiciones no ambientales y una cámara CHC plus de Anton Paar para el control de humedad relativa.
- Difractómetro de Rayos X D8 ADVANCE A25 de la marca Bruker. Difractómetro de polvo $\theta:\theta$ de anticátodo de Cu, juego de rendijas incidentes variable o fija, rendijas soller, filtro de Ni en el haz difractado, detector lineal, opción de giro de la muestras durante el análisis e intercambiador de muestras automático de 90 posiciones.
- Equipo de Fluorescencia de Rayos X marca Panalytical (modelo AXIOS) de tubo de Rh para el análisis elemental de muestras sólidas y líquidas. Dotado de sistema robotizado para el cambio de muestras, lo que permite programar un gran número de análisis. Este equipo permite el análisis químico cualitativo y cuantitativo desde el O al U en un amplio rango de concentraciones desde componentes mayoritarios a trazas.
- Equipo de microFluorescencia de Rayos X EAGLE III de EDAX. Análisis no destructivo que permite la caracterización química (rango elemental del Na al U) de objetos de diverso tamaño, en forma sólida o pulverulenta. El anticátodo del tubo de Rayos X es de Rh, y el detector es de energías dispersivas de Rayos X.
- Equipo de microfluorescencia de Rayos X modelo FISCHER Scope XRAY XUV773. Análisis no destructivo que permite la caracterización química (rango elemental Na al U) de objetos de diverso tamaño, en forma sólida o pulverulenta. El anticátodo del tubo de Rayos X es de Mo y el detector es de energías dispersivas de Rayos X. Este equipo está optimizado para el cálculo de espesores de capas.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

- Equipos de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total S2 PICOFOX de Bruker con ánodos de Mo y W. Espectrómetro de fluorescencia de Rayos X capaz de realizar microanálisis multielemento cuantitativos y semicuantitativos rápidos de líquidos, suspensiones, sólidos y contaminantes.
- Equipo de Tomografía Computerizada Y COUGAR de YXLON con ánodo de W que permite obtener imágenes 2D y 3D de muestras con alta resolución y que dispone de características multifoco (nanofoco, microfoco y alta potencia).

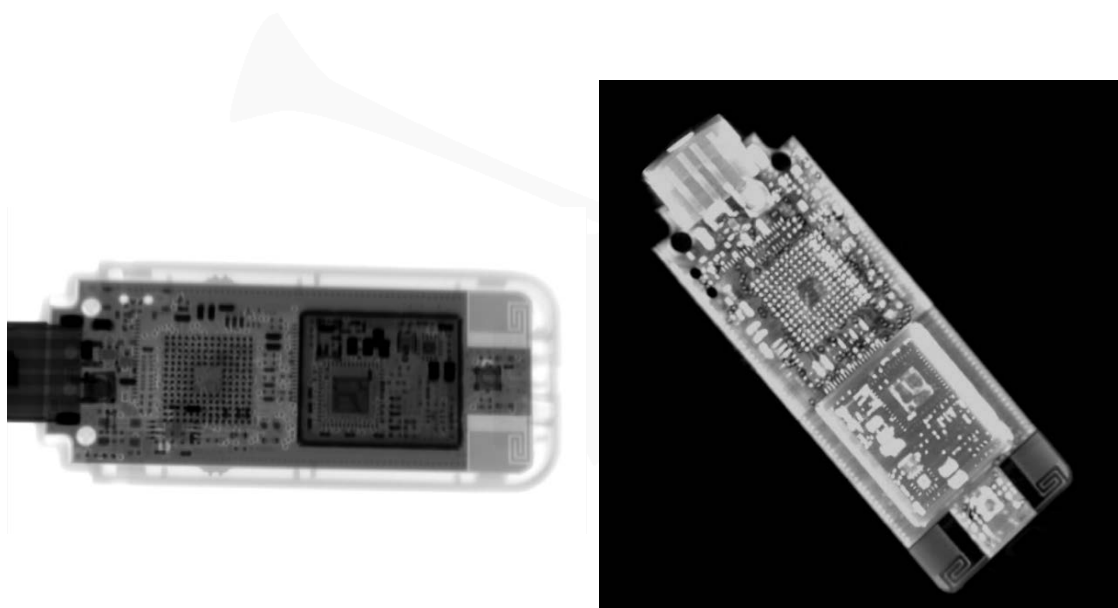


Figura 3: Ejemplos de análisis de un conector WIFI por Tomografía Computerizada en el equipo Y COUGAR de YXLON.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

Colaboraciones Formativas de Enseñanzas Regladas

Grado en Arqueología. Asignatura: Análisis de Artefactos. Responsable: Domingo Martín García, Dpto. de Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola, Facultad de Química, día 8 de Febrero de 2017.

Máster en Química Avanzada. Asignatura: Seminarios Rayos X. Responsable: Domingo Martín García, Dpto. de Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola, Facultad de Química, días 31 de Mayo y 1 de Junio de 2017.

Grado en Ingeniería de Materiales. Asignatura: Microscopía y Espectroscopia de Materiales. Responsable: Joaquín Ramírez Rico, Dpto. de Física de la Materia Condensada, Facultad de Física, días 19 y 26 de Octubre, 23 de Noviembre y 13 de Diciembre de 2017.

Grado en Ingeniería de Materiales, Doble Grado en Física e Ingeniería de Materiales y Doble Grado en Química e Ingeniería de Materiales. Asignatura: Materiales Cerámicos. Responsable: Domingo Martín García, Dpto. de Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola, Facultad de Química, días 27, 28 y 30 de Noviembre de 2017 y 1 de Diciembre de 2017.

Asistencia a Congresos, Jornadas y Seminarios

XXII SALÓN DE ESTUDIANTES Y FERISPORT 2017. Área de Orientación y Atención a Estudiantes del Vicerrectorado de Estudiantes de la Universidad de Sevilla. Técnico asistente: Santiago Medina Carrasco. 27 de Abril 2017.

Segunda Reunión de Técnicos y Responsables de Servicios de Difracción. Universidad Complutense de Madrid. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco y Beatriz Sánchez portillo. 5 de Junio de 2017.

Removal of emerging pollutants from aqueous media by adsorption onto synthetic clays. Comunicación en congreso. Universidad de Santiago de Compostela. 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies. Santiago de Compostela. 27 a 30 de Junio de 2017. Julia Martín Bueno, María del Mar Orta Cuevas, Santiago Medina Carrasco, Juan Luis Santos Morcillo, Irene Aparicio Gómez y Esteban Alonso Álvarez.

Use of organo-functionalised expandible micas of high load as drug carriers. Póster en Congreso. Sociedad Española de Arcillas – SEA. XVI International Clay Conference. Granada. 17 a 21 de Julio de 2017. Santiago Medina Carrasco, Olga Rocío Lobato Gómez y María del Mar Orta Cuevas.

Grupo de Física No Lineal. Excitaciones localizadas: breathers, solitones, kinks y polarobreaters. Facultad de Física de la Universidad de Sevilla. Jornadas de presentación de las líneas de investigación a los alumnos de cuarto curso. Sevilla. 24 y 25 de octubre de 2017. Juan Francisco Rodríguez Archilla, Santiago Medina Carrasco y Francisco Romero Romero.

Cesium immobilization by designed micaceous adsorbents under subcritical conditions. Póster. The 7th International Conference on Clays in natural and engineering barriers for radioactive

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

waste confinement. Davos, Suiza. 24 a 28 de Septiembre de 2017. M.D. Alba, A. Cota, F.J. Osuna, E. Pavón and M. Pazos.

Chemical processes of designed clays for anionic radioactive waste management. Póster. The 7th International Conference on Clays in natural and engineering barriers for radioactive waste confinement. Davos, Suiza. 24 a 28 de Septiembre de 2017. A. Cota, F.J. Osuna, E. Pavón and M.D. Alba.

New method of synthesis of aluminium-pillared mica from synthetic Na-2-Mica. Póster. Materials and Environment Symposium at the XXVI International Materials. Cancún, Méjico. 20 a 25 de Agosto de 2017. L.D. Ruíz-Bravo, J.R. Chaparro, M.D. Alba, A. Cota; F.J. Osuna and E. Pavón.

Organoclay nanocomposite for sustainable management of toxic waste compounds. Ponencia oral. EMN Soft Materials Meeting 2017. Viena, Austria. 18 a 22 de Junio de 2017. E. Pavón, M. Escudey, F. Albornoz, A. Cota, F.J. Osuna and M.D. Alba.

STOE Users Meeting. Darmstadt, Alemania. 7 y 8 de septiembre de 2017. Asistente: Joaquín Ramírez Rico.

Annual Meeting of the Swiss Crystallographic Society. Ginebra, Suiza. 12 de septiembre de 2017. Asistente: Joaquín Ramírez Rico.

Estancia en el 'Center for X-Ray analytics' del EMPA- ETH. Dübendorf, Suiza. Julio a septiembre de 2017. Asistente: Joaquín Ramírez Rico.

Actividades Formativas organizadas por los SGI/Unidades

Taller: "Caracterización de diferentes sales inorgánicas mediante difracción de Rayos X". Duración: 3 horas. Fecha: 20-10-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Profesorado: Francisco Rodríguez Padial y Agustín Cota Reguero.

Taller: "Utilización de la técnica de microfluorescencia de Rayos X para la determinación de algunos elementos mayoritarios en diferentes sustancias alimentarias". Duración: 3 horas. Fecha: 20-10-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Profesorado: Francisco Rodríguez Padial y Agustín Cota Reguero.

El SGI Laboratorio de Rayos X participa en la Semana de la Ciencia de Andalucía con la Organización de 2 talleres:

"Comiendo metales. Averigua cuáles son". Fecha: 8-11-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Profesorado: Beatriz Sánchez Portillo, John Edward Mejía Morales, Francisco Rodríguez Padial y Agustín Cota Reguero.

"Descubriendo la estructura de lo cotidiano" Fecha: 15-11-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Profesorado: Beatriz Sánchez Portillo, John Edward Mejía Morales, Francisco Rodríguez Padial y Agustín Cota Reguero.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

Actividades Formativas a las que asiste el personal de los SGI/Unidades como alumno

Curso: Amira-Avizo Software Training. Duración: 2,5 horas. Fecha: 3 de Octubre de 2017. Lugar de impartición: CITIUS. Organiza: Thermo Fisher Scientific. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo, Santiago Medina Carrasco, Agustín Cota Reguero y Francisco Rodríguez Padial.

Curso: AVIZO Training Course. Duración: 12 horas. Fecha: 4 y 5 de Octubre de 2017. Lugar de impartición: CITIUS. Organiza: Thermo Fisher Scientific. Asistentes: Alberto Ortega Galván y Agustín Cota Reguero.

Taller: “Caracterización de diferentes sales inorgánicas mediante difracción de Rayos X”. Duración: 3 horas. Fecha: 20-10-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Taller: “Utilización de la técnica de microfluorescencia de Rayos X para la determinación de algunos elementos mayoritarios en diferentes sustancias alimentarias”. Duración: 3 horas. Fecha: 20-10-2017. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X (CITIUS). Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Curso: Primeros auxilios (nivel I) modalidad presencial. Duración: 2,5 horas. Fecha: 10 de Noviembre de 2017. Lugar de impartición: Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Organiza: Instituto de Ciencias de la Educación. Asistentes: John Edward Mejía Morales.

Curso: Primeros auxilios (nivel I) modalidad online. Duración: 15 horas. Fecha: 18 de Septiembre a 6 de Octubre de 2017. Organiza: Instituto de Ciencias de la Educación. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Curso: Selección y uso de equipos de protección individual en el laboratorio. Duración: 4 horas. Fecha: 19 de Septiembre de 2017. Lugar de impartición: Facultad de Enfermería, Fisioterapia y Podología de la Universidad de Sevilla. Organiza: Instituto de Ciencias de la Educación. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Curso: Actuaciones ante derrames en el laboratorio. Duración: 2,5 horas. Fecha: 21 de Septiembre de 2017. Lugar de impartición: Facultad de Enfermería, Fisioterapia y Podología de la Universidad de Sevilla. Organiza: Instituto de Ciencias de la Educación. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Curso: Calibración y estimación de la incertidumbre de medida. Aplicaciones prácticas en equipos de laboratorio. Duración: 15 horas. Fecha: A) 13 a 15 de Marzo y B) 24 a 26 de Octubre de 2017. Lugar de impartición: A) CITIUS y B) Facultad de Enfermería, Fisioterapia y Podología de la Universidad de Sevilla. Organiza: Instituto de Ciencias de la Educación. Asistentes: A) Beatriz Sánchez Portillo y B) John Edward Mejía Morales.

Curso: Caracterización de materiales mediante técnicas de análisis térmico. Duración: 8 horas. Fecha: 26 de Septiembre de 2017. Organiza: TA. Lugar de impartición: CITIUS. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y Agustín Cota Reguero.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

Taller: Prevención de riesgos laborales para el CITIUS. Duración: 4 horas. Fecha: 27 de Junio de 2017. Organiza: Universidad de Sevilla. Lugar de impartición: CITIUS. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y John Edward Mejía Morales.

Curso: Equipos de intervención y centro de control interno CITIUS I. Duración: 1 hora. Fecha: 24 de Enero de 2017. Organiza: Universidad de Sevilla. Lugar de impartición: CITIUS. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo y Agustín Cota Reguero.

Curso: Camino de la excelencia: las nuevas normas ISO 9001:2015 y 14001:2015. Fecha: 13 de Enero de 2017. Organiza: Universidad de Sevilla. Lugar de impartición: CITIUS. Asistentes: Agustín Cota Reguero.

Curso: Almacenamiento de productos químicos. Fecha: 14 de Septiembre de 2017. Organiza: Universidad de Sevilla. Lugar de impartición: Facultad de Farmacia. Asistentes: Beatriz Sánchez Portillo.

Relación de Artículos, Tesis, Trabajos Fin de Máster y Trabajos Fin de Grado, realizados por personal de los SGI

- José Manuel Valverde and Santiago Medina. Limestone calcination under calcium-looping conditions for CO₂ capture and thermochemical energy storage in the presence of H₂O: an in situ XRD analysis. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 2017, 19, 7587-7596.
- Santiago Medina Carrasco, Olga Rocío Lobato Gómez y María del Mar Orta Cuevas. Estudio de la adsorción del ácido acetilsalicílico en micas expansibles de alta carga organo-funcionalizadas. *Ars Pharmaceutica*. 2017, 58 (suppl. 1), 15-17.
- F. Michael Russell, Juan F. R. Archilla, Fabian Frutos and Santiago Medina-Carrasco. Infinite Charge mobility in muscovite at 300 K. *Europhysics Letters*. 2017, 120, 46001.
- Francisco J. Osuna, Agustín Cota, Esperanza Pavón, M. Carolina Pazos and María D. Alba. Cs⁺ immobilization by designed micaceous adsorbent under subcritical Conditions. *Applied Clay Science*, 2017, 143, 293-299.
- María D. Alba, Agustín Cota, Francisco J. Osuna y Esperanza Pavón. Las Arcillas en la Historia de la Civilización: de la Artesanía a la Tecnología Nuclear. *Estratos*, 2017, Vol. 117, 12-17
- Esperanza Pavón, María D. Alba, Miguel Á. Castro, A. Cota, Francisco J. Osuna and M. Carolina Pazos. Effect of the crystal chemistry on the hydration mechanism of swelling micas. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2017, 217, 231-239.
- M. Carolina Pazos, Miguel Á. Castro, Agustín Cota, Francisco J. Osuna, Esperanza Pavón, María D. Alba. New insights into surface-functionalized swelling high charged micas: Their adsorption performance for non-ionic organic pollutants. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2017, 52, 179-186.
- Lee, S., Ling, J., Wang, S. and Ramírez-Rico, J. Precision and accuracy of stress measurement with a portable X-ray machine using an area detector. *Journal of Applied Crystallography*, 2017, 50(1), 131-144.

Informe Anual 2017

del SGI Laboratorio de Rayos X

- Orihuela, M.P., Gómez-Martín, A., Becerra, J.A., Chacartegui, R. and Ramírez-Rico, J. Performance of biomorphic silicon carbide as particulate filter in diesel boilers. *Journal of Environmental Management*, 2017, 203, 907-919.
- Popov, V.V., Orlova, T.S., Gutierrez-Pardo, A. and Ramirez-Rico, J. Features of electrical properties of BE-C(fe) biocarbons carbonized in the presence of an fe-containing catalyst. *Physics of the Solid State*, 2017, 59(4), 703-709.
- Ramírez-Rico, J., Martínez-Fernandez, J. and Singh, M. Biomorphic ceramics from wood-derived precursors. *International Materials Reviews*, 2017, 62(8), 465-485.
- Ramírez-Rico, J., Singh, M., Zhu, D. and Martínez-Fernández, J. High-temperature thermal conductivity of biomorphic SiC/Si ceramics. *Journal of Materials Science*, 2017, 52(17), 10038-10046.
- Vera, M.C., Martínez-Fernandez, J., Singh, M. and Ramírez-Rico, J. High temperature compressive strength and creep behavior of Si-Ti-C-O fiber-bonded ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, 37(15), 4442-4448.

Otras actividades

Durante 2017 el SGI LRX ha participado en la edición 41 y 42 del ejercicio de análisis interlaboratorios organizado por la "International Association of Geanalysts". Esta actividad de intercomparación se realiza desde 2006 y ello ha permitido una mejora continua en la calidad de los resultados obtenidos en Fluorescencia de Rayos X.