

INFORME ANUAL AÑO 2012 DEL SGI LABORATORIO DE RAYOS X

Recursos Humanos:

Directora Científica del SGI Laboratorio Rayos X:

Prof. Dra. Patricia Aparicio Fernández

Profesora Titular de Universidad del Departamento de Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola.

E-mail: ppapario@us.es

Tfno.: 629214205

La Dra. Aparicio, es miembro del grupo de Investigación Mineralogía Aplicada desde 1993. Autora o coautora más de 40 artículos publicados en revistas científicas y capítulos de libros y 22 Informes Científicos para Instituciones y Empresas. Sus líneas de investigación se centran en la caracterización, génesis y aplicaciones de arcillas, en la evaluación de la contaminación provocada por elementos *traza en suelos*, en el encapsulamiento de residuos en matriz cerámica y en la captura y secuestro de CO₂. Miembro del equipo de investigación de cinco proyectos MEC, nueve proyectos subvencionados por la Junta de Andalucía, 8 proyectos subvencionados por empresas y 3 ayudas subvencionadas por la OTRI de la Universidad de Sevilla. Co-inventora de tres patentes. Subdirectora del CITIUS (2012-). Tesorera de la Sociedad Española de Arcillas (1999-2002) y vocal de la Junta Directiva (2002-2006, 2010-2012). Councilor de la Clay Minerals Society (2012-2015) y Vocal del Source Clay Minerals Committee de la Clay Mineral Society (2007-2010). Ha sido investigador visitante en la Louisiana State University, Baton Rouge, USA (1998 y 2000), en el Istituto di Ricerche Technologiche per la Ceramica de Faenza, Italia (2000), Università di Bologna, Italia (2006) y en la Indiana University, Bloomington, USA (2007). Expert-Reviewer of the UEFISCDI (The Executive Agency for Higher Education, Research, Development and Innovation Funding) Romania (2011).

Personal laboral y Becarios:

D. Santiago Medina Carrasco
Titulado Superior de Apoyo a la Docencia
e Investigación, Grupo I
Doctor en Ciencia de Materiales
sanmedi@us.es
616383163

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

D. Francisco Rodríguez Padial
Técnico Auxiliar de Laboratorio, Grupo IV
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

D. Domingo Martín García
Becario CITIUS en Formación
Licenciado en CC. Físicas
becariolrx@us.es
954559747





Figura 1: Agustín Cota, Patricia Aparicio, Alberto Ortega, Francisco Rodríguez, Domingo Marín y Santiago Medina (personal del SGI LRX).

Información general del Servicio:

Datos de contacto del SGI LRX

Localización: Edificio CITIUS

Correo electrónico: areaderayosx@us.es

Tfno.: 954559747 / 954559746

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

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. Para ello se dispone de un difractómetro de polvo para análisis rutinario (Unidad D8I-90), un difractómetro de polvo para el análisis in situ de interfases (Unidad D8C), un equipo de microDifracción y estudio de Capas y Superficies (Unidad DISCOVER), un equipo de Difracción de Monocristal (Unidad APEX II DUO), un equipo de microFluorescencia de Rayos X (Unidad EAGLE) y un equipo de Fluorescencia de Rayos X (Unidad AXIOS).

Entre los análisis ofertados se incluyen:

- 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 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 Pu), con resolución espacial (300 μm).
- Obtención de difractogramas de monocristal.
- Resolución de estructuras cristalinas.

- Microdifracción, mapeo del espacio recíproco, estudio de texturas y estrés, reflectometría y alta resolución, difracción en plano, GI-SAXS y SAXS.
- Evolución con la temperatura (hasta 1100°C) de capa delgada.

Áreas de conocimientos y/o ámbitos científicos de aplicación

- Arqueometría.
- Ciencia e Ingeniería de Materiales.
- Ciencias Ambientales.
- Cristalografía y Mineralogía.
- Edafología.
- Geología.
- Ingeniería Química
- Odontología
- Química Analítica.
- Química Industrial.
- Química Inorgánica.

Sectores comerciales y/o industriales de aplicación

- Caracterización de materias primas y residuos
- Control de fallos
- Energías renovables
- Estudios forenses
- Explotación y tratamiento de recursos minerales
- Geotecnia
- Industria Aeroespacial.
- Industria Cerámica
- Industria farmacéutica
- Joyería.
- Materiales de Construcción.
- Metalurgia.
- Patrimonio histórico artístico.

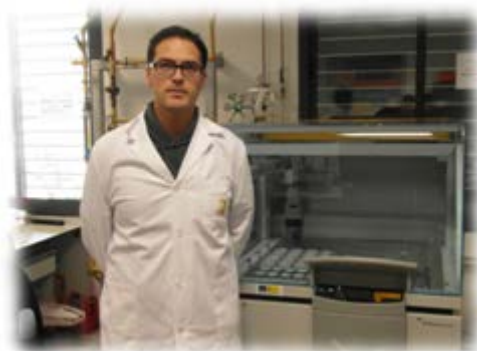


Figura 2: Domingo Martín García, Becario del SGI LRX en el equipo de fluorescencia de Rayos X, AXIOS.

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, con geometría Kappa, modelo APEX II de BRUKER. Dispone de un detector CCD de alta sensibilidad. El equipo tiene además de 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 interfases Bruker D8C. Cuenta con cámaras de temperatura: TTK450 de AntonPaar de baja temperatura, con controlador de humedad SYCOS H de ANSYCO y cámara de reacción y alta temperatura XRK900 de AntonPaar.
- Difractómetro Rayos X D8 ADVANCE A25 de la marca Bruker. Difractómetro de polvo $\theta:\theta$ marca de anticátodo de Cu, juego de rendijas incidentes variable o fijas, 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 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.

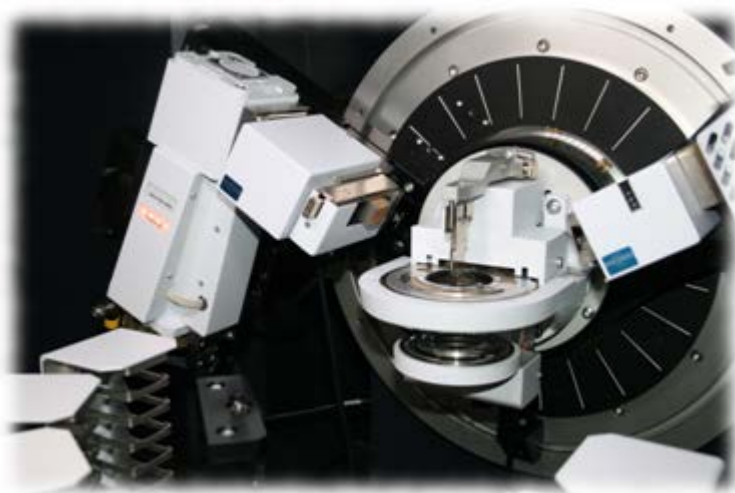


Figura 3: Difractómetro de polvo Bruker modelo D8 Advance A25 (D8I-90).

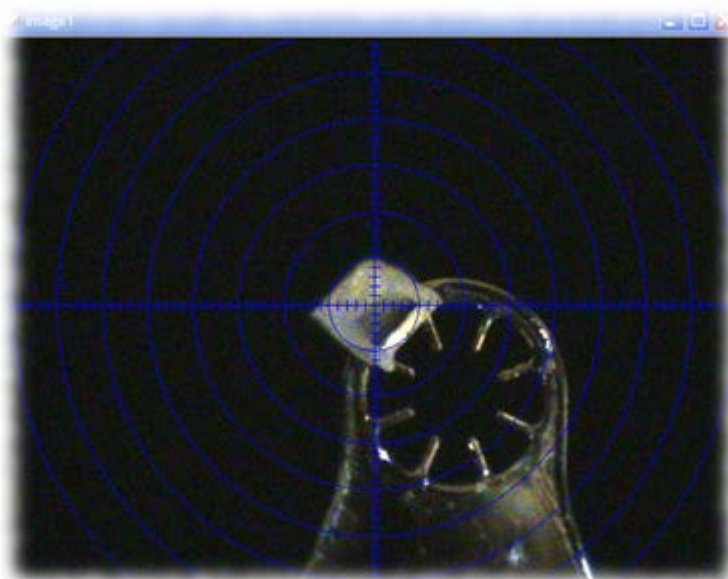


Figura 4: Monocristal montado para su medida en el equipo APEX II DUO de Bruker.



Figura 5: Difractómetro modelo D8 DISCOVER de la marca Bruker.

Otras actividades

Relación de actividades formativas organizadas o coorganizadas e impartidas por el Servicio.

En Noviembre de 2012 el SGI-LRX organizó en el CITIUS dos cursos de formación en difracción de rayos-X para la empresa Petróleos de Venezuela S.A. El primero a modo introductorio bajo el título “La difracción de Rayos X. Introducción al análisis de difractogramas”, que se celebró del 26 al 27 de Noviembre, y otro más especializado centrado en la “Aplicación de métodos de refinamiento, ajuste al estudio de Difractogramas y cuantificación de fases cristalinas”. Esta segunda parte se impartió del 28 al 30 de Noviembre. Asistió al mismo el técnico de la empresa Petróleos de Venezuela S.A. Wilfredo Mendoza. El personal formador del curso estaba constituido por Santiago Medina Carrasco, Agustín Cota Reguero, Francisco Rodríguez Padial, Alberto Ortega Galván y Patricia Aparicio Fernández. El material didáctico preparado para estos cursos se editó en forma de CD (figura 6).



Figura 6. Material del curso

Colaboraciones Formativas de Enseñanza Reglada

Durante 2012 han realizado prácticas formativas alumnos de las Licenciaturas en Química y Física de la Universidad de Sevilla, D. Mariano Laguna Moreno y D. Andrés Morña Marcelo respectivamente.

Asignatura "Técnicas Analíticas Medioambientales" del Programa Doctorado Recursos Naturales y Medio Ambiente.

Asignatura "Experimentación Avanzada en química inorgánica" de la Licenciatura de Química. 26/03/2012 y 27/03/12.

Asignatura "Peritación" del Grado Ciencias y técnicas de la edificación. 11/04/12 y 13/04/12.

Asignatura "Materiales para la Construcción" del segundo ciclo en Ingeniería de Materiales.

Asignatura "Caracterización de Materiales" del segundo ciclo en Ingeniería de Materiales. 05/11/2012.

Asignatura "Cristalografía" de la Licenciatura de Química. 16/11/2012.

Asignatura "Caracterización de materiales" del Master en ciencia y tecnología de nuevos materiales. 12/12/2012.

Asignatura "Experimentación química" de la Licenciatura de Química. 27/11/2012.

Asignatura "Catálisis para la industria y el medioambiente" del Grado de Química. 13/12/12 y 19/12/12.

Asignatura "Geología para Ingeniería Civil" del Grado en Ingeniería Civil. 17/12/2012



Relación de actividades formativas a las que asiste el personal del Servicio como alumno.

Demostración de equipos de microfluorescencia. Duración: 1 día. Fecha: 31/01/2012-31/01/2012. Lugar de impartición: Instalaciones de Fisher en Suiza. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco y Alberto Ortega Galván.

APEX II Application Training Course. Duración: 30h. Fecha 20/02/2012-23/02/2012. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Francisco Rodríguez Padial y Agustín Cota Reguero.

20th Users Meeting in Single Crystal X-ray Diffraction (SC-XRD). Duración: 36h. Fecha: 08/09/2012-11/09/2012. Lugar de impartición: Bad Herrenalb, Alemania. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco y Agustín Cota Reguero.

CURSO SOBRE TEXTURAS Y STRESS MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD). Duración: 30h. Fecha: 10/10/2012-16/10/2012. Lugar de impartición: SGI Laboratorio de Rayos X. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Agustín Cota Reguero y Domingo Martín García.

Seminario BÁSICO para trabajadores de INSTALACIONES RADIATIVAS. Duración: 3h. Fecha: 16/11/2012-16/11/2012. Lugar de impartición: Escuela de la Espalda, Servicio de Prevención US. Técnico asistente: Francisco Rodríguez Padial.

Master de ciencia y tecnología de los nuevos materiales. Duración 1 año. Lugar de impartición: Facultad de física e Instituto de ciencias de los materiales. Sevilla. Técnico asistente: Domingo Martín García.

Relación de congresos, seminarios, jornadas técnicas.

Congresos

"Environmental Applications Of Solid State NMR: Control Of The Radioactive Waste Management". **A. Cota**, M.A. Castro, **S. Medina**, S. ElMrabet, M.M. Orta, M. C. Pazos, E. Pavon, M.D. Alba. IV Ibero-American NMR meeting. Aveiro, Portugal. 25/09/2012- 28/09/2012. Poster.

"Influence of secondary hydroxyl groups on the monolayer self-assembly of carboxylic acids on graphite". **S. Medina**, M.D. Alba, J. Benitez, M.A. Castro, C. Cerrillo, C. Millán. 12th International Conference on Surface X-ray and Neutron Scattering. Saha Institute of Nuclear Physics. Kolkata, India. 25/07/2012-28/07/2012. Poster.

Relación de tesis, trabajos fin de grado, y trabajos fin de máster, realizados por los SGI.

Santiago Medina Carrasco (2012) "INFLUENCIA DE LOS GRUPOS HIDROXILOS COMO GRUPO FUNCIONAL PRIMARIO O SECUNDARIO EN LA ADSORCIÓN DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS SOBRE GRAFITO" Tesis Doctoral Universidad de Sevilla (01/06/2012). Directores: M.A. Castro y M.D. Alba.

Resumen

En este trabajo se ha desarrollado una metodología necesaria a escala de laboratorio para optimizar el estudio de la interfase sólido-líquido. Esto se ha realizado por un lado mediante la optimización de una cámara de temperatura para realizar experimentos de difracción de rayos X en modo reflexión,



mediante la construcción de un dispositivo específico, para realizar medidas de en modo transmisión. Por otro lado, se ha desarrollado un modo de trabajo para el estudio por resonancia magnética nuclear de sólidos de sistemas adsorbidos sobre grafito. Por medio de ambas técnicas ha sido posible el estudio de sistemas simples y compuestos ya analizados previamente por otras técnicas en grandes instalaciones y publicados en la bibliografía, constatando la viabilidad de la instrumentación disponible. De este modo, ha sido posible el estudio de nuevos sistemas, tanto simples como compuestos no analizados previamente en la bibliografía. Se ha estudiado la influencia de los grupos hidroxilos como grupo funcional principal en la adsorción preferente sobre grafito, viendo el límite de la relación de tamaño de la cadena alifática en la adsorción preferente de alcoholes frente a alcanos. A su vez, también se ha estudiado la influencia de los grupos hidroxilos como grupo funcional secundario en la estructura de la monocapa de ácido esteárico adsorbido sobre grafito.

Relación de artículos científicos que mencionan al Servicio o a algún tipo de servicio que presta el Servicio o el SCISI-CITIUS.

- J.J. Murcia, J.A. Navío, M.C. Hidalgo. (2012) "Insights towards the Influence of Pt Features on the Photocatalytic Activity Improvement of TiO₂ by Platinisation" *Applied Catalysis B: Environmental*, 126, 76-85
- Alberto Sánchez, José Tuñón, Manuel Montejo y David Parras. (2012) Micro Raman spectroscopy (MRS) and energy dispersive x-ray microfluorescence (EDXRF) analysis of pigments in the Iberian cemetery of Tutugi (from the fourth to the third century BC, Galera, Granada, Spain)". *Journal of Raman Spectroscopy*."
- J. M. Valverde, F. J. Duran, F. Pontiga, H. Moreno. (2012) "CO₂ adsorption enhancement in a fluidized bed of a modified Geldart C powder". *Powder Technology*, vol. 224 247--252.
- J. M. Valverde, A. Perejon, L. A. Perez-Maqueda. (2012). "Enhancement of fast CO₂ capture by a nano-SiO₂/CaO composite at Ca-Looping conditions." *Environ. Sci. Technol.*, 46 (11), 6401-6408.
- J. M. Valverde, M.A.S. Quintanilla. (2012). "Attrition of Ca-based CO₂-adsorbents by a high velocity gas jet." *AIChE J.* DOI 10.1002/aic.13908.
- R. González-Núñez, M.D. Alba, M.M. Orta, M. Vidal, A. Rigol. (2012) "Remediation of metal-contaminated soils with the addition of materials – Part II: Leaching tests to evaluate the efficiency of materials in the remediation of contaminated soils." *Chemosphere* 87, 829-837
- M. Carolina Pazos,†Miguel A. Castro, M. Mar Orta, Esperanza Pavón, Jesús S. Valencia Rios, and María D. Alba. (2012) "Synthetic High-Charge Organomica: Effect of the Layer Charge and Alkyl Chain Length on the Structure of the Adsorbed Surfactants" *Langmuir*, 28, 7325-7332
- María D. Alba, Maria J. Santos, Miquel Vidal. (2012) "Effects of the presence of Fe(0) on the sorption of lanthanum and lutetium mixtures in smectites" *Evgeny Galunin, Applied Clay Science*, 65-66, 162-172



Otras actividades específicas.

Análisis interlaboratorio.

Durante 2012 se ha participado en las ediciones 30 y 31 del ejercicio de analisis interlaboratorios organizado por la "International Association of Geonalysts". 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, como se demuestra en las figuras 7 y 8.

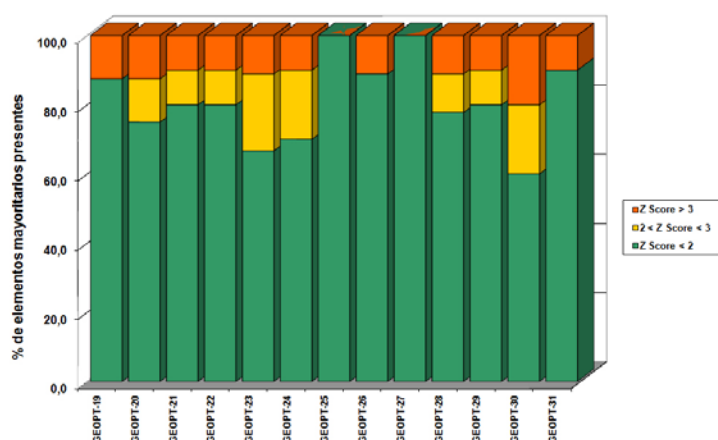


Figura 7. Evolución del valor de Z-Score para elementos mayoritarios.

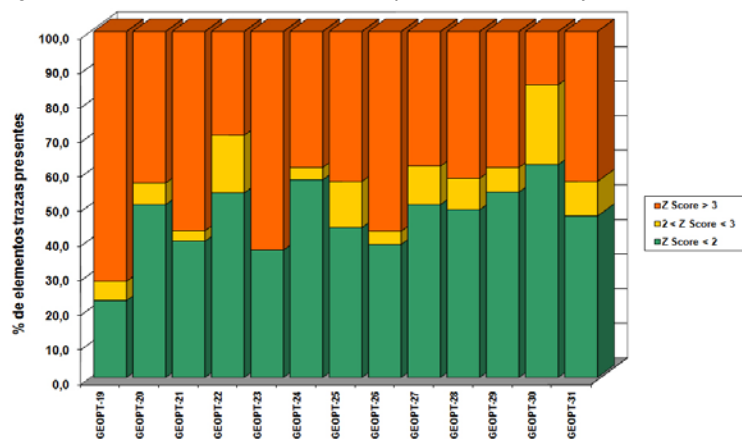


Figura 8. Evolución del valor de Z-Score para elementos traza.

Se ha participado en la 6th (2012) Reynolds Cup. Se trata de un ejercicio de intercomparación de cuantificación de fases cristalinas presentes en arcillas organizado por la Clays Mineral Society. Con la participación en este ejercicio se ha mejorado la forma de trabajo en la cuantificación de fases cristalinas mediante difracción de Rayos X. En esta edición el SGI Laboratorio de Rayos X ha logrado situarse entre los 40 mejores resultados de todos los laboratorios que a nivel mundial concurren a este evento.

Erasmus PAS

Durante el periodo del 21-05-2012 al 25-05-2012 el técnico Alberto Ortega Galván ha disfrutado de una beca Erasmus-PAS, en la Università degli Studi di Cagliari (Italia). Durante dicha estancia se ha obtenido información sobre la organización, aplicación de planes de calidad, administración del proceso de análisis en el caso de servicios generales y nuevas técnicas de análisis que se aplican en dicha universidad. Así mismo se han entablado contactos tanto con el personal científico, como con el personal de administración y servicios de las áreas de cristalografía, tecnología de materiales, medicamentos, química del estado sólido, etc.

Notas de prensa del Servicio en 2012.

Noticia sobre el nombramiento de la Subdirectora del CITIUS y Directora del SGI Laboratorio de Rayos X, Patricia Aparicio Fernández, como Councilor de la Clay Minerals Society (Revista número 23 de la US)

Noticia sobre la visita del Rector de la Universidad de Sevilla, Antonio Ramírez de Arellano, al CITIUS y dentro de esta visita al SGI Laboratorio de Rayos X (Nota de prensa - Investigación US - 16/11/2012)

Noticia sobre la toma de posesión de la Directora del SGI Laboratorio de Rayos X, Patricia Aparicio Fernández, como subdirectora del CITIUS (El Correo de Andalucía - 16/11/2012)

Noticia sobre la toma de posesión de la Directora del SGI Laboratorio de Rayos X, Patricia Aparicio Fernández, como subdirectora del CITIUS (EUROPA PRESS - 15/11/2012)

Noticia sobre la toma de posesión de la Directora del SGI Laboratorio de Rayos X, Patricia Aparicio Fernández, como subdirectora del CITIUS (Nota de prensa - Investigación US - 08/11/2012)

Noticia sobre el nombramiento de la Directora del SGI Laboratorio de Rayos X, Patricia Aparicio Fernández, como Councilor de la Clay Minerals Society (Nota de prensa - Investigación US - 26/10/2012)

Se publica video sobre la visita de la Ministra de Educación de la República Dominicana a la Universidad de Sevilla. Se muestra la visita al CITIUS y al SGI Laboratorio de Rayos X. (tvus 06/03/2012)