

INFORME ANUAL AÑO 2013 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: paparicio@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, diez proyectos subvencionados por la Junta de Andalucía, nueve proyectos subvencionados por empresas y tres 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), Chair del Contributions and Membership Committee de la Clay Minerals Society (2013-2015), 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: 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: Espectrómetro de fluorescencia de Rayos X de PANalytical modelo 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.

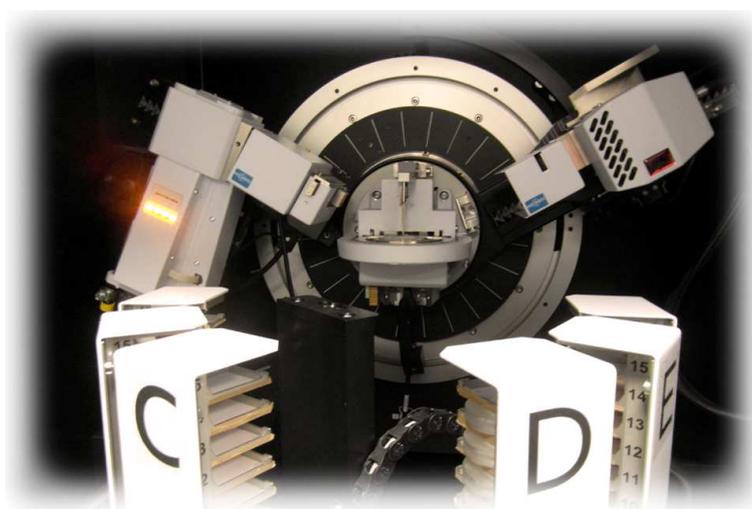


Figura: Difractómetro de polvo Bruker modelo D8 Advance A25 con cargador de 90 posiciones (D8I-90).

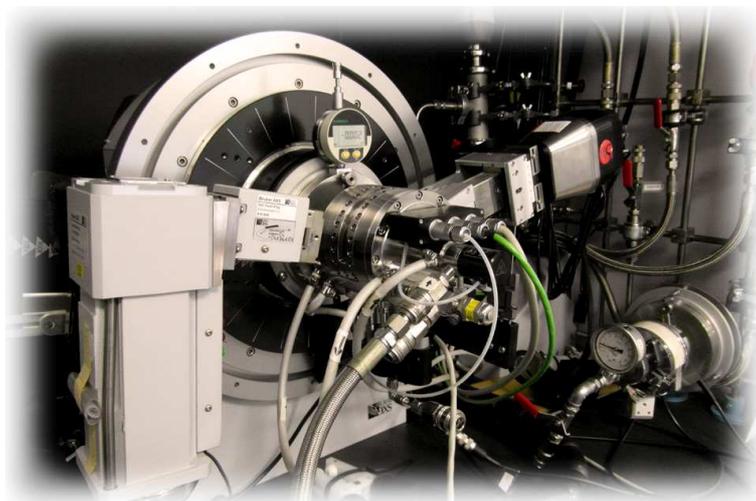


Figura: Difractómetro de polvo Bruker modelo D8 Advance A25 con cámara de temperatura (D8C).

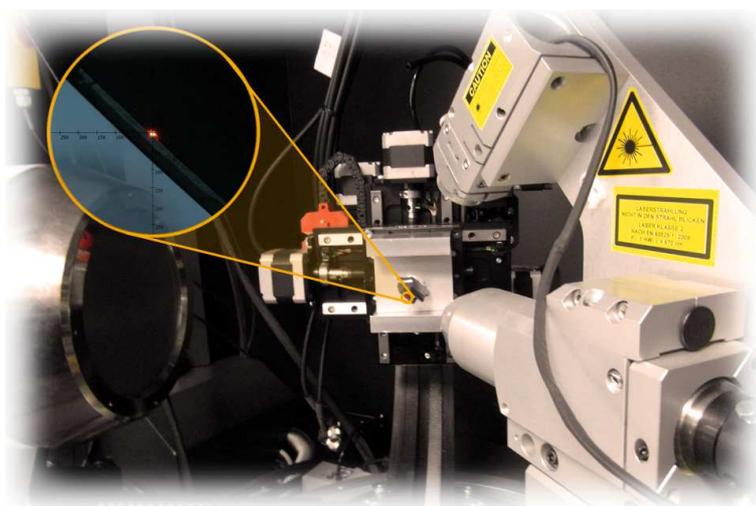


Figura: Medida de microdifracción en difractómetro modelo D8 DISCOVER de la marca Bruker.

Otras actividades

Semana de la Ciencia.

En Noviembre de 2013 el SGI-LRX organizó en el CITIUS dos talleres dentro de la semana de la ciencia. El primero bajo el título "Caracterización de monedas romanas", que se celebró el 7 de Noviembre, y otro centrado en otro tipo de monedas llamado "Caracterización de monedas árabes" impartido el 15 de Noviembre. En estos talleres se realizó una muestra de cómo sería un estudio arqueométrico de monedas antiguas. Mediante una combinación diferentes técnicas no destructivas de rayos X y microscopía se analizó la composición de las monedas y se obtuvieron imágenes de su microestructura. Se mostró a los participantes como afrontar el problema de encontrar una relación entre la composición actual y la composición real de las piezas, es decir, discernir entre los valores de composición en el momento de los análisis y la posible composición en el momento de su fabricación. Como demostración de estas técnicas se realizó un estudio sobre un conjunto de monedas romanas o árabes de diferentes épocas.



Figura. Análisis de una moneda romana durante el taller de la semana de la ciencia.

Colaboraciones Formativas de Enseñanza Reglada

Durante 2013 han realizado prácticas formativas alumnos de la Licenciatura en Física de la Universidad de Sevilla, D. José Medina Revuelta y D. Andrés Moriña Marcelo respectivamente.

Asignatura “Análisis y control de materias primas” del Máster Ciencia, Tecnología y uso Relacional del Medicamento. 10/01/13

Asignatura “Química del estado sólido” del Grado Ingeniería de Materiales. 14/01/13 y 21/01/13

Asignatura “Experimentación Avanzada en Química Inorgánica” de la Licenciatura en Química. 08/04/13

Asignatura “Seminario Laboratorio en rayos X” del Máster Estudios Avanzados en Química. 23/05/13, 27/05/13 y 28/05/13

Asignatura “Materiales Cerámicos” del Grado Ingeniería de Materiales. 28/11/13 y 29/11/13

Asignatura “Técnicas de Caracterización de Materiales” del Máster en Caracterización y Tecnología de Materiales. 11/12/13

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

Good Diffraction Practice VII: In-Plane Grazing Incidence Diffraction. Duración: 1 hora. Fecha: 28/03/13. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Domingo Martín García.

Curso de XRD sobre Reflectometría y Alta Resolución. Duración: 30 horas. Fecha: 03/04/13. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Domingo Martín García y Alberto Ortega Galván.

Innovative 2D XRD Applications in Materials Science. Duración: 1 hora. Fecha: 06/06/13. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco.

V Workshop de introducción a la resolución estructural mediante difracción de Rayos-X. Duración: 24 horas. Lugar de impartición: Universidad de Badajoz. Fecha: 16/06/13. Técnicos asistentes: Agustín Cota Reguero y Francisco Rodríguez Padial.

Curso de XRD sobre Mapeo del Espacio Recíproco. Duración: 20 horas. Fecha: 21/06/13. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Domingo Martín García y Alberto Ortega Galván.

Curso de primeros auxilios en el laboratorio para el CITIUS. Duración: 3 horas. Fecha: 05/07/13. Técnicos asistentes: Santiago Medina Carrasco, Agustín Cota Reguero, Domingo Martín García y Francisco Rodríguez Padial y Alberto Ortega Galván.

Advanced materials analysis with micro-XRF for SEM. Duración: 1 hora. Fecha: 17/10/13. Técnicos asistentes: Domingo Martín García, y Francisco Rodríguez Padial.

Curso de negociación para directivos del CITIUS. Duración: 1 hora. Fecha: 17/10/13. Técnicos asistentes: Domingo Martín García y Alberto Ortega Galván.

Técnicas de caracterización de materiales por fluorescencia y difracción de Rayos-X. Duración: 8 horas. Fecha: 23/09/13. Técnicos asistentes: Domingo Martín García y 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 tesis, trabajos fin de grado, y trabajos fin de máster, realizados por los SGI.

Domingo Martín García (2013) "Estudio arqueométrico de una selección de monedas de la colección numismática de la Universidad de Sevilla." Trabajo Fin de Máster del Máster en Ciencia y Tecnología de Nuevos Materiales (Universidad de Sevilla).

Resumen

Son conocidos los trabajos de arqueometría de piezas históricas mediante técnicas no destructivas, estando muchos de estos trabajos dedicados a la composición elemental de las piezas y un estudio del material original de partida. Entre las técnicas no destructivas de estos estudios destacan la emisión de rayos X inducida por partículas (PIXE), la fluorescencia de rayos X (FRX) y espectrometría de energía dispersada con microscopios electrónicos de barrido (EDS/SEM). En el presente trabajo se han utilizado estas técnicas con idéntico fin, la identificación elemental de las piezas, pero se ha introducido otra técnica que no es de uso común en la arqueometría para este tipo de restos arqueológicos, la difracción de rayos X (DRX). Además se ha hecho un estudio del estado de alteración de las piezas. En cuanto a las piezas utilizadas en este trabajo se han utilizado una serie de monedas antiguas de cobre-bronce de origen fenicio-púnico y pre-romano de los siglos II y I a.C., pertenecientes a la colección numismática de la Universidad de Sevilla.



Figura : Moneda Libiofenicia del siglo II aC. Perteneciente a la ceca Asido (Medina Sidonia, Cádiz)

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

A. Morales - Rodríguez, R. Poyato, A. Gallardo - López, A. Muñoz, A. Domínguez - Rodríguez. Evidence of nanograin cluster coalescence in spark plasma sintered α -Al₂O₃. *Scripta Materialia* 69 (2013) 529 - 532.

J. Perez-Vaquero, J.M. Valverde, M.A.S. Quintanilla. Flow properties of COsorbent powders modified with nanosilica. *Powder Technology* 249 (2013) 443–455

M. J. Espin, J. M. Valverde, and M. A. S. Quintanilla. Stabilization of fluidized beds of particles magnetized by an external field: effects of particle size and field orientation. *J. Fluid Mech.* (2013), vol. 732, pp.282-303

Ana Martín-Cameán, Angeles Jos, Ana Calleja, Fernando Gil, Alejandro Iglesias, Enrique Solano, Ana M. Cameán. Validation of a method to quantify titanium, vanadium and zirconium in oral mucosa cells by inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS). *Talanta* 118 (2014) 238–244

E. Pavon, M.A. Castro, M. Naranjo, M.M. Orta, M.C. Pazos, M.D. Alba. Hydration properties of synthetic high-charge micas saturated with different cations: An experimental approach. *American Mineralogist* (2013), 98, 394-400

P. Chain, A. Cota, S. El Marabet, E. Pavón, M.C. Pazos, M.D. Alba. Evaluation of rare earth on layered silicates under subcritical conditions: Effect of the framework and interlayer space composition. *Chemical Geology* (2013), 347, 208-216.

J.I. Corredor, A Cota, E. Pavón, M.D. Alba. Synthesis and characterization of Kanemite from fluorine-containing media: Influence of the alkali cation. *American Mineralogist* (2013), 98, 1000-1007.

A. Cota, B.P. Burton, P. Chain, E. Pavón, M.D. Alba. Solution Properties of the System ZrSiO₄-HfSiO₄: A Computational and Experimental Study. *J. Physical Chemistry C* (2013), 117, 10013-10019.

S. Medina, J.J. Benítez, M.A. Castro, C. Cerrillos, C. Millán, M.D. Alba. Monolayer arrangement of fatty hydroxystearic acids on graphite: Influence of hydroxyl groups. *The Solid Film* (2013), 539, 194-200.



Moriña, Isabel, López, Antonio Luis, Fernández, Víctor, Aparicio Fernández, Patricia, Galán Huertos, Emilio, Esquivias Luis, Santos Alberto (2013) Procedimiento Optimizado para la Preparación de Silicatos de Calcio con Capacidad para Captar Co₂, Silicatos Así Obtenidos y Uso de los Mismos. Patente de invención.

Galán, Emilio, Gonzalez, Isabel, Romero Baena, Antonio J., Aparicio, Patricia. 2013. A methodological approach to estimate the geogenic contribution in soils potentially polluted by trace elements. Application to a case study. En: Journal of Soils and Sediments.

Ortiz, Pilar, Ortega, Fco Javier, Vazquez, M^a Auxiliadora, Martín, Jose M^a, Aparicio, Patricia (2013) The Diagnosis of The Royal Tobacco Factory of Seville assisted by Quad-rotor Helicopters. En: RICH 2012 1st Conference on "Robotics Innovation for Cultural Heritage.

Romero Baena, Antonio J., González Díez, Isabel, Fernández del Baño, Isabel M^a, Galán Huertos, Emilio. Evaluation of trace element contamination changes in soils using a new normalization factor Application to the Guadiamar soils (SW Spain) affected by a mine spill in 1998. En: Journal of Geochemical Exploration. 2013. Vol. 124. Pag. 29-39.

Vázquez González, M^a Auxiliadora, Galán Huertos, Emilio, Ortiz Calderón, Pilar, Ortiz Calderon, M^a del Rocio. Digital image analysis and EDX SEM as combined techniques to evaluate salt damp on walls. En: Construction and Building Materials. 2013. Vol. 45. Pag. 95-105.

Ortiz Calderón, Pilar, Antúnez Pérez, Vanessa, Martín Ramirez, Jose Maria, Ortiz Calderon, M^a del Rocio, Vázquez González, M^a Auxiliadora. Approach to environmental risk analysis for the main monuments in a historical city. En: Journal of Cultural Heritage. 2013. Vol. 104

Otras actividades específicas.

Análisis interlaboratorio.

Durante 2013 se ha participado en la edición 32 y 33 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, como se demuestra en las figuras.

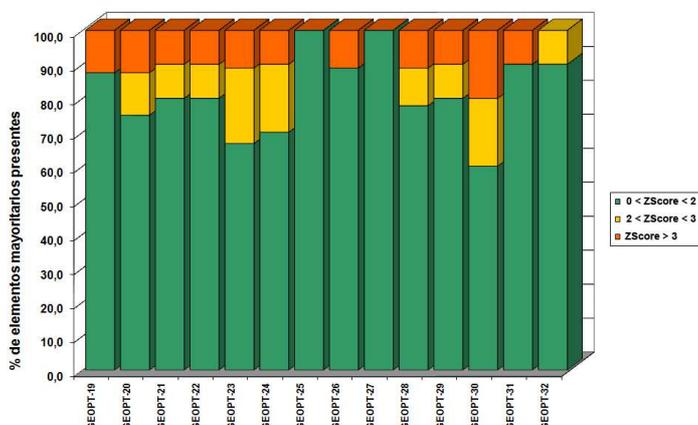


Figura. Evolución del valor de Z-Score para elementos mayoritarios.

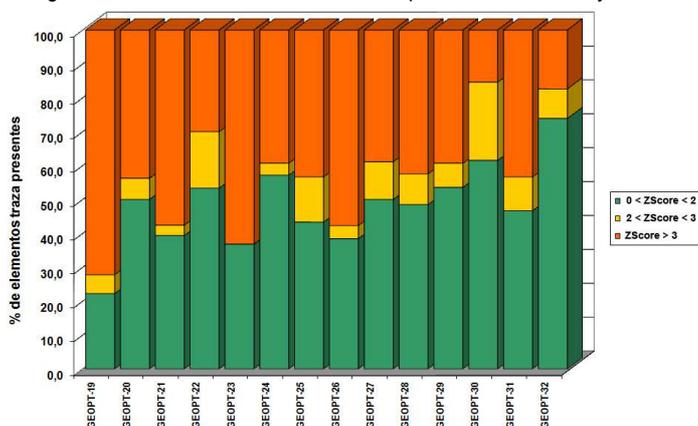


Figura. Evolución del valor de Z-Score para elementos traza.

Notas de prensa del Servicio en 2013.

Taller sobre "Caracterización de monedas romanas" en la Semana de la Ciencia de la US (Noticia de Investigación - US - 07/11/2013).

Taller sobre "Caracterización de monedas árabes" en la Semana de la Ciencia de la US (Noticia de Investigación - US - 15/11/2013).

El SGI Laboratorio de Rayos X del CITIUS en la portada del especial de Investigación del periódico ABC (ABC Investigación 21-12-13)