

MEMORIA DEL LABORATORIO DE RAYOS X DURANTE EL AÑO 2008

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 difractor de polvo para análisis rutinario (Unidad D8I), un difractor de polvo para el análisis *in situ* de interfases (Unidad D8C), un equipo de microfluorescencia de rayos X (Unidad Eagle) y un equipo de fluorescencia de rayos-X (Unidad Axios)

Las técnicas de rayos X disponibles incluyen:

- Determinación rutinaria de fases cristalinas presentes en un material en condiciones ambientales estándar.
- Determinación de fases cristalinas presentes en un material 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).

El campo de aplicación de estas técnicas muy amplio y englobaría a la Ciencia de Materiales, Química Inorgánica, Cristalografía, Mineralogía, Geología, Química Analítica, Edafología, Química Industrial, Metalurgia, Cerámica y Materiales de Construcción, Arqueometría, Ciencias Ambientales.

En la Figura 1 se muestra el uso de los Laboratorios de Rayos X desde su creación. Se observa un prolongado crecimiento de los usuarios totales, estabilizándose en torno a los 40 por trimestre durante el año 2008. Se ha consolidado el número de Grupos de Investigación, que utilizan el Laboratorio, en torno a 15 grupos por trimestre durante el 2008, así mismo, el número de Organismos Públicos de Investigación y Empresas también se ha estabilizado en unos 4 usos por trimestre durante 2008 para cada tipo. Este Laboratorio se emplea en la docencia práctica de asignaturas de la Universidad de Sevilla, utilizando sus instalaciones una media de 2 asignaturas por trimestre.

El Laboratorio contaba a finales de 2008 con 273 usuarios dados de alta de 60 Grupos de Investigación y profesores de Asignaturas de la Universidad de Sevilla, 20 empresas y 4 Organismos Públicos de Investigación registrados.

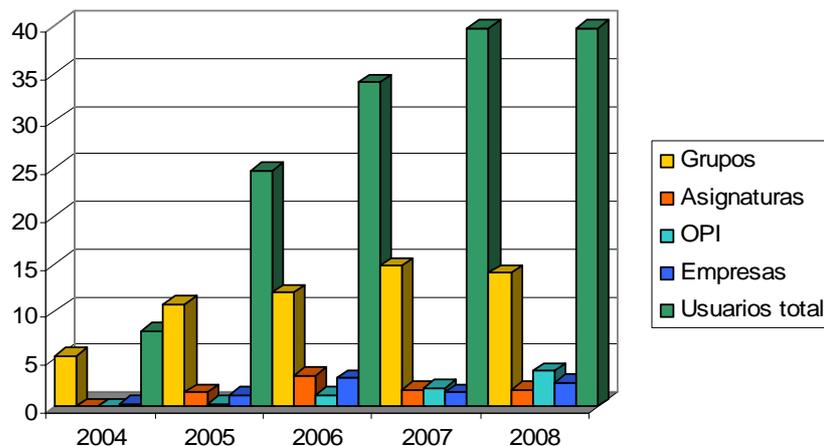


Figura 1.- Valores medios por año de usos trimestrales de Grupos de Investigación, Asignaturas, Organismos Públicos de Investigación (OPI), Empresas y Usuarios totales.



PERSONAL TÉCNICO

El personal técnico del Laboratorio de Rayos X está compuesto por Santiago Medina Carrasco, Licenciado en Física y Titulado Superior de Apoyo a la Docencia e Investigación, Francisco Rodríguez Padial, Licenciado en Química y Técnico Auxiliar de Laboratorio y Alberto Ortega Galván, Licenciado en Física y Personal Técnico de Apoyo a la Investigación.

La Formación Continua del Personal es uno de los objetivos del Laboratorio de Rayos X. Así hay que resaltar que.

- D. Santiago Medina Carrasco obtuvo a finales de 2007 el título de Máster en Tecnología de Nuevos Materiales por la Universidad de Sevilla, presentando el trabajo de investigación de Fin de Máster titulado "Desarrollo experimental de medidas de difracción a través de sólidos de baja dimensionalidad". Durante el año 2008 ha obtenido la plaza como Titulado Superior de Apoyo a la Docencia e Investigación que actualmente ocupa. Actualmente se encuentra realizando su Tesis Doctoral, fruto de la cual recientemente (finales de 2008) se han aceptado dos artículos: "Preferential adsorption from binary mixtures on graphite: the n-Decane-n-Heptan-1-ol system" en "The Journal of Physical Chemistry" y "Phase separation of carboxylic acids on graphite surface at submonolayer regime" en "The European Journal of Physics Especial Topics".
- D. Francisco Rodríguez Padial ha obtenido durante el año 2008 el título de Máster en Tecnología de Nuevos Materiales por la Universidad de Sevilla, presentando el trabajo de investigación de Fin de Máster titulado "Detección de cobre depositado sobre papel de arrollamiento en transformadores eléctricos". Ha realizado también el curso "Aplicación de Rayos X a la caracterización de materiales" impartido en el Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas del CSIC en Madrid y con la colaboración de las empresas BRUKER y FISCHER.
- Alberto Ortega Galván ha obtenido durante el año 2008 el título de Máster en Tecnología de Nuevos Materiales por la Universidad de Sevilla, presentando el trabajo de investigación de Fin de Máster titulado "Estudio mediante DRX de aluminio aleado mecánicamente en atmósferas ricas en NH₃". A su vez se encuentra cursando los estudios en la Licenciatura de Ingeniería de Materiales por la Universidad de Sevilla restándole una asignatura para terminarla, y a finales de 2007 presentó el Proyecto Fin de Carrera titulado "Análisis cuantitativo de minerales de la arcilla mediante difracción de Rayos X".

Los tres miembros del personal técnico realizaron el curso "La difracción de Rayos X. Introducción al análisis de difractogramas" impartido por el Centro de Formación Permanente de la Universidad de Sevilla y a su vez participaron en dicho curso como personal técnico. También completaron el curso de realización de Cartas de Servicio mediante la plataforma "Ágora" de la Junta de Andalucía.

MEJORAS DEL INSTRUMENTAL DEL LABORATORIO DE RAYOS X Y PUESTA EN MARCHA DE NUEVOS ENSAYOS.

Durante 2008 se ha adquirido un controlador de humedad modelo SYCOS H de la marca ANSYCO, que se ha adaptado a la cámara de baja temperatura TTK450 de Anton Paar del equipo de difracción con cámaras de temperatura D8C modelo D8 Advance de BRUKER. La cámara se puso en pleno funcionamiento durante 2008.

Se ha realizado un serie de transformaciones a la cámara de baja temperatura TTK450 de Anton Paar ubicada en el D8C, que permiten la realización de medidas difracción en modo transmisión, como fruto del trabajo de Fin de Máster de Ciencia y Tecnología de Nuevos Materiales de Santiago Medina Carrasco citado anteriormente.



LABORATORIO DE RAYOS X

Se ha realizado, en colaboración con la empresa spin-off "BIOMORPHIC", un portamuestras fabricado en SiC para la cámara de reacción XRK900 de Anton Paar del equipo D8C, que permite la realización de medidas de difracción en condiciones de temperatura y atmósfera no alcanzadas por los portamuestras convencionales.



Controlador de humedad SYCOS H para el equipo de difracción con cámaras D8C



Portamuestras de transmisión para la cámara TTK450 del equipo D8C



Portamuestras de SiC para la cámara XRK900 del equipo de difracción D8C

Se ha adquirido la base de datos de Difracción PDF4+2008 de la ICDD (International Centre for Diffraction Data).

En relación con los análisis ofertados:

- Se ha puesto en marcha una serie de nuevos ensayos de medidas de azufre corrosivo en láminas de cobre y papel de arrollamiento con microfluorescencia de Rayos X, como resultado del trabajo de Fin de Máster de Ciencia y Tecnología de Nuevos Materiales de Francisco Rodríguez Padial anteriormente citado y del Proyecto AZCO de colaboración con ENDESA donde se enmarca el trabajo.
- Se ha comenzado a ofertar la realización de preparación y medidas de agregados orientados desde el Laboratorio de Rayos X.
- Se ha puesto a punto un método de análisis químico por FRX, denominado "minitrazas", para la determinación de componentes mayoritarios y trazas en muestras en las que la cantidad de muestra disponible es limitada.
- Desde 2008, se han optimizado distintos métodos de análisis por DRX para la cuantificaciones de fases cristalinas presentes mediante el software DQUANT de BRUKER, realizando mezclas con estándar interno.
- Desde 2008 se oferta el ensayo de cuantificación de fases minerales en caolines desarrollado a partir del trabajo del Proyecto Fin de Carrera de Ingeniería de Materiales de Alberto Ortega Galván citado en el apartado anterior.

PARTICIPACIÓN DEL LABORATORIO DE RAYOS X Y DE SU PERSONAL EN EVENTOS Y ACTIVIDADES DE DIVULGACIÓN DE CARÁCTER CIENTÍFICO-TÉCNICO.

El Laboratorio de Rayos X participó en las Jornadas de Transferencia de Tecnología de la Industria Metalmeccánica y del Transporte (SIMA 2008) organizadas por la Junta de Andalucía en el Pabellón de Exposiciones y Congresos de Sevilla.

A su vez participó en las ediciones 22 y 23 del ejercicio de análisis interlaboratorios organizado por la "International Association of Geonalytists". Se participa en esta intercomparación desde el inicio de 2006 y ello ha permitido una mejora continua en la calidad de los resultados obtenidos en fluorescencia de Rayos X, cómo se demuestra en la Figura 2.



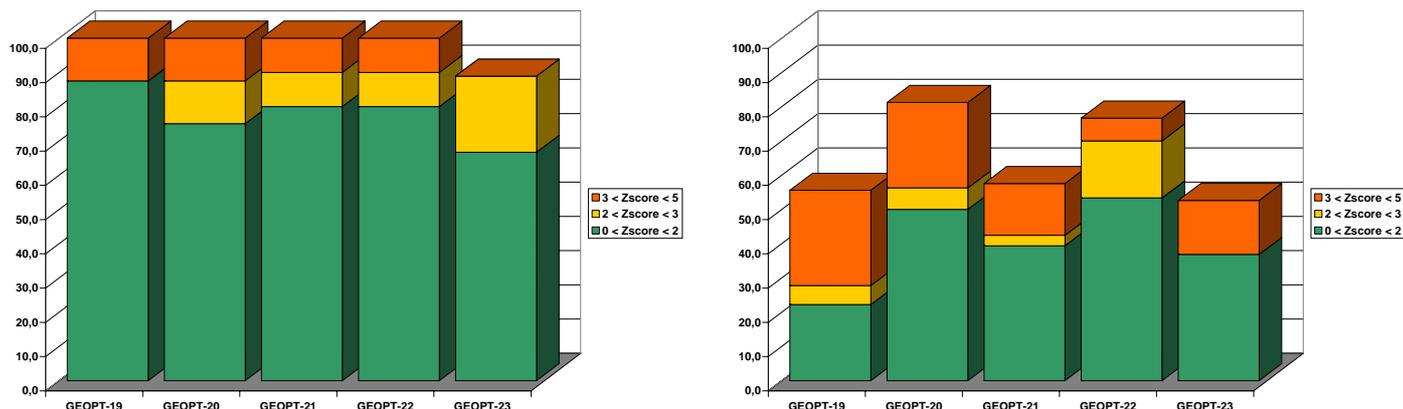


Figura 2.- Gráficas de comparación de porcentajes de valores Z-Score en el estudio de intercomparación organizado por la "International Association of Geanalysts" (2006-2008). A la izquierda se han representado los elementos mayoritarios y a la derecha los elementos traza.

ORGANIZACIÓN DE EVENTOS

Durante 2008 se ha organizado el curso de Formación Permanente de la Universidad de Sevilla "La difracción de Rayos X. Introducción al análisis de difractogramas" impartido entre otros profesores por los responsables científicos del Laboratorio y en el que personal técnico del Laboratorio participó como personal técnico.

Dada las singularidades del equipo D8C, la empresa Bruker solicitó la visita de Francis De Prins de BRUKER Bélgica y de Sabine Danthine, de la División Físico-Química de Sistemas alimentarios de la Universidad de Gembloux de Bélgica, para hacerles una demostración del equipo de difracción con cámaras de temperatura D8C.

INVESTIGADORES DESTACADOS DE OTRAS UNIVERSIDADES Y ORGANISMOS PÚBLICOS DE INVESTIGACIÓN ESPAÑOLES Y EXTRANJEROS QUE VISITARON EL LABORATORIO DE RAYOS X DURANTE 2008 O REALIZARON ESTANCIAS.

Durante el año 2008 se recibieron visitas de numerosos investigadores pertenecientes a otras universidades y OPIs, que colaboran con Grupos de Investigación de la Universidad de Sevilla. Cabe destacar la visita de:

- Dr. Pablo Álvarez, profesor de la Universidad de Oviedo.
- Dr. Haydn Barros, y Dr. David Mendi Universidad Simón Bolívar de Caracas (Venezuela).
- Dr. Iulio Bobos Universidade de Porto (Portugal).
- Dr. Cliff Johnston, Universidad de Purdue, West Lafayette, Indiana (USA).
- Dr. Vitalij Pecharsky, profesor de la Universidad del Estado de Iowa (USA).
- Dr. Hariharan Srikanth, Universidad de Florida del Sur, Tampa, Florida (USA).

Se ha incrementado el número de estudiantes que realizaron prácticas o estancias en el Laboratorio de Rayos X:

- Jrisa Apostoloki, Ingeniera Civil y estudiante de Doctorado por la Universidad de Creta.
- Alejandro Ludert, estudiante de Doctorado, Licenciado en Física por la Universidad Simón Bolívar de Caracas, Venezuela.
- Elena Maccioni, Licenciada en Química por la Universidad de Londres, Reino Unido.
- Nicola Rigby, Estudiante de Licenciatura en Química por la Universidad de Manchester, Reino Unido.
- Jiten Shah, Diplomado en Farmacia por la Universidad de Londres, Reino Unido.

