

MEMORIA DEL LABORATORIO DE RAYOS X DURANTE EL AÑO 2009

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), un difractómetro 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)

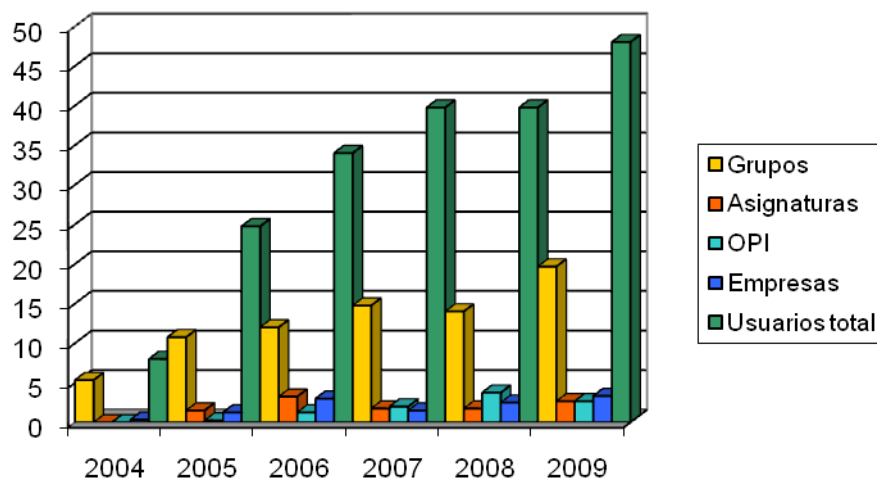
Entre los análisis ofertados se incluyen:

- 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).

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

En la Figura 1 se muestra la evolución del uso de los Laboratorios de Rayos X desde su creación. Se observa un prolongado crecimiento de los usuarios totales, aumentando hasta aproximadamente los 47 usuarios por trimestre durante el año 2009. Se ha aumentado el número de Grupos de Investigación, que utilizan el Laboratorio, en torno a 20 grupos por trimestre durante el 2009, así mismo, el número de Organismos Públicos de Investigación y Empresas también se ha estabilizado en unos 3 usos por trimestre desde 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 3 asignaturas por trimestre.

El Laboratorio contaba a finales de 2009 con 305 usuarios distribuidos entre 68 Grupos de Investigación, profesores de Asignaturas de la Universidad de Sevilla, 26 empresas y 6 Organismos Públicos de Investigación.



LABORATORIO DE RAYOS X

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

En la Figura 2 se muestran los ingresos anuales generados por el Laboratorio de Rayos X cada año. Se puede observar como los ingresos internos, generados por la realización de análisis e informes para grupos de la Universidad de Sevilla, ha ido creciendo hasta estabilizarse en unos 25000 €, mientras que los ingresos externos, generados por la realización de ensayos e informes a empresas privadas y Organismos Públicos de Investigación, van en aumento desde la creación del Laboratorio de Rayos X, alcanzando el año 2009 una cantidad próxima a los 23000 €.

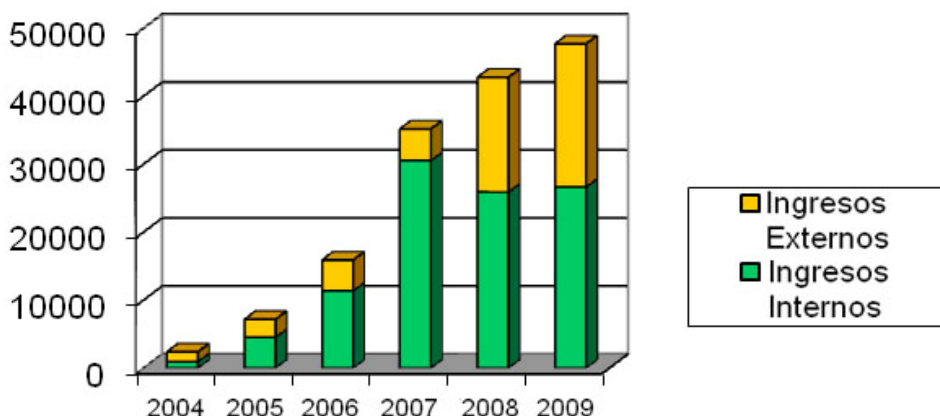


Figura 2.- Evolución temporal de los ingresos generados por el Laboratorio de Rayos X.

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 e Ingeniero de Materiales y Personal Técnico de Apoyo a la Investigación. Además los tres técnicos han realizado el Máster de Ciencia y Tecnología de los Nuevos Materiales por la Universidad de Sevilla. A finales de 2009 se ha incorporado, a tiempo parcial, Agustín Cota Reguero, Licenciado en Física y estudiante de Ingeniería de Materiales por la Universidad de Sevilla.

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

- D. Santiago Medina Carrasco actualmente se encuentra realizando su Tesis Doctoral, fruto de la cual se han publicado en 2009 dos artículos: " Phase Separation of Carboxylic Acids on Graphite Surface At Submonolayer Regime. The European Physical Journal: Special Topics. Vol. 167. 2009. Pag. 151-156" y "Preferential Adsorption From Binary Mixtures on Graphite: the N-Decane-N-Heptan-1-OL System. Journal of Physical Chemistry C. Vol. 113. Núm. 8. 2009. Pag. 3176-3180". Además en el transcurso del año 2009 ha asistido a los siguientes cursos o congresos:
 - o Curso "Taller de objetivos del plan estratégico", Diciembre 2009. Impartido por el Servicio de Formación del PAS de la Universidad de Sevilla (FORPAS), en colaboración con Recursos Humanos.
 - o Curso "Jornada de Prevención de Riesgos Laborales", Noviembre 2009. Impartido por el Servicio de Formación del PAS de la Universidad de Sevilla (FORPAS), en colaboración con la Unidad de Prevención de Riesgos Laborales.
 - o Curso "El papel de las Cartas de Servicios en la modernización de los Servicios Públicos y el avance de la Gobernanca", Noviembre 2009. Impartido por la



LABORATORIO DE RAYOS X

- Universidad Internacional de Andalucía (UNIA), en colaboración con la Consejería de Justicia y Administración Pública de la Junta de Andalucía.
- o Aportación a Acta de Congreso: "CO₂ Secuestation on Ceramics Building Materials". Micro Et Nano: Sciantiae Mare Magnum, Vol I. XIV Internacional Clay Conference (AIPEA). Castellaneta Marina, Italia. Digilabs S.A.S. Pub. 2009. Pag. 292-292.
- o "4th TOPAS User Meeting: Development and application of MACROS using the algebraic language of TOPAS", Junio 2009. Organizado por la Universidad de Trento (Italia), el Max Planck Institute for Solid State Research (Stuttgart, Alemania) y BRUKER.
- o Curso "Non-Ambient XRD with DIFFRACplus BASIC Software", Marzo 2009. El curso ha sido impartido por el Centro de Investigación, Tecnología e Innovación de la Universidad de Sevilla (CITIUS) y las empresas BRUKER y Anton Paar.
- D. Francisco Rodríguez Padial ha asistido al siguiente cursos durante el año 2009:
 - o Curso "Introducción a la estimación de incertidumbres, calibración y validación de métodos de ensayo en laboratorios", Octubre 2009. Impartido por el Servicio de Formación del PAS de la Universidad de Sevilla (FORPAS).
 - o Curso "Non-Ambient XRD with DIFFRACplus BASIC Software", Marzo 2009. El curso ha sido impartido por el Centro de Investigación, Tecnología e Innovación de la Universidad de Sevilla (CITIUS) y las empresas BRUKER y Anton Paar.
- Alberto Ortega Galván ha obtenido durante el año 2009 el título de Ingeniero de Materiales por la Universidad de Sevilla. Además en el trascurso del año 2009 ha asistido a los siguientes cursos:
 - o Curso "Taller práctico formativo para actualización de Legislación Universitaria", Octubre 2009. Impartido por el Servicio de Formación del PAS de la Universidad de Sevilla (FORPAS).
 - o Curso "Taller teórico-práctico en materia de Calidad", Octubre 2009. Impartido por el Servicio de Formación del PAS de la Universidad de Sevilla (FORPAS).
 - o "4th TOPAS User Meeting: Development and application of MACROS using the algebraic language of TOPAS", Junio 2009. Organizado por la Universidad de Trento (Italia), el Max Planck Institute for Solid State Research (Stuttgart, Alemania) y BRUKER.
 - o Curso "III Curso. Principios y Aplicaciones de Metrología en Química. Algunos aspectos prácticos de ISO-17025", Junio 2009. Impartido por la Universidad de Alicante en colaboración con la empresa TrainMIC.
 - o Curso "Microscopía Electrónica de Barrido. Capacitación en el manejo del microscopio electrónico de barrido JEOL 6460LV", Mayo 2009. El curso ha sido impartido por el Servicio de Microscopía del Centro de Investigación, Tecnología e Innovación de la Universidad de Sevilla (CITIUS).
 - o Curso "Non-Ambient XRD with DIFFRACplus BASIC Software", Marzo 2009. El curso ha sido impartido por el Centro de Investigación, Tecnología e Innovación de la Universidad de Sevilla (CITIUS) y las empresas BRUKER y Anton Paar.

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

Durante 2009 se ha incorporado al equipamiento auxiliar del Laboratorio de Rayos X un horno de la marca NABERTHERM, que opera en un rango de temperatura entre ambiente y 1100 °C.



Además se ha adquirido la base de datos de Difracción PDF4+2009 de la ICDD (International Centre for Diffraction Data), así como el paquete DIFFRACplus 2009 y el programa TOPAS 4.2 para su instalación en la red de la Universidad de Sevilla.

Se ha iniciado el trámite para una patente por la Universidad de Sevilla, en colaboración con el personal del Laboratorio de Rayos X, de un sistema para realizar experimentos de Difracción de Rayos X en modo transmisión.

En relación con las mejoras ofertadas a los usuarios:

- Se ha puesto en marcha un mecanismo para informar vía web del estado de mantenimiento y calibración de los equipos del Laboratorio de Rayos X.
- Se ha realizado un estudio de los límites de detección, límites de cuantificación e incertidumbre expandidas de los resultados obtenidos medidos mediante los métodos cuantitativos de Fluorescencia de Rayos X ofertados por el Laboratorio.
- Se ha puesto en marcha un mecanismo para la reserva vía web del equipo de MicroFluorescencia de Rayos X, así como el molino de bolas.
- Se ha puesto en marcha un sistema para cuantificación de fases cristalinas en clinkers de cementos mediante el método de Rietveld, con amplia demanda por parte de la industria.

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

Durante el mes de marzo de 2009 se ha organizado el Curso “Non-Ambient XRD with DIFFRACplus BASIC Software”, en colaboración con las empresas BRUKER y Anton Paar. El curso a nivel Internacional, contó con la participación de alumnos procedentes de la Industria y de diversas Universidades Europeas. Para las sesiones prácticas de dicho curso se utilizó el equipo de difracción con cámaras de temperatura D8C. Como profesores del curso han participado el Profesor Doctor Miguel Ángel Castro Arroyo, uno de los responsables científicos del Laboratorio de Rayos X y el Técnico Titulado Superior de Apoyo a la Docencia e Investigación Santiago Medina Carrasco. A su vez participó profesorado especializado de Bruker Alemania y Anton Paar Austria.

Se ha participado en las ediciones 25 y 26 del ejercicio de análisis 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, cómo se demuestra en la Figura 3.

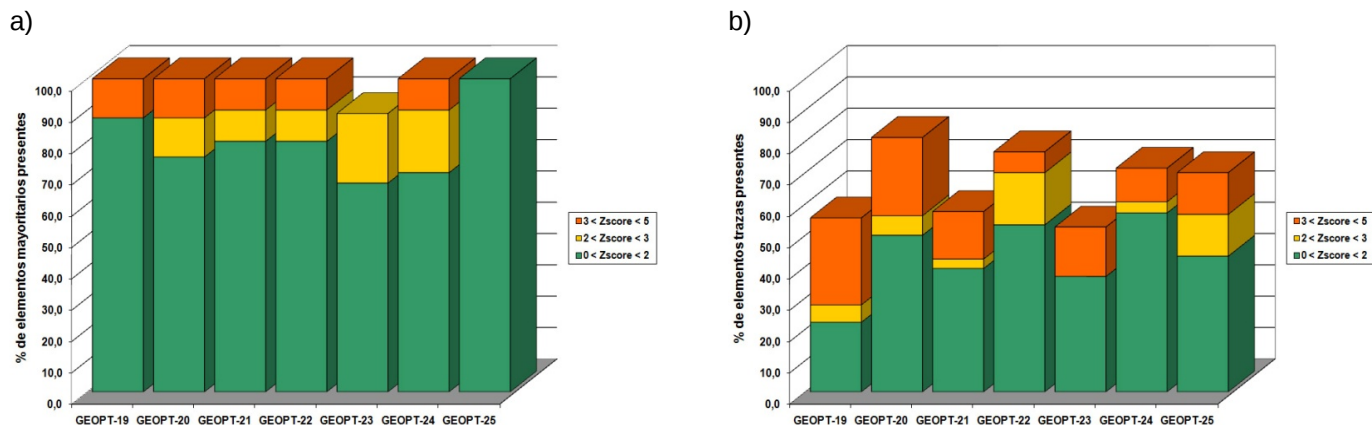


Figura 3.- Gráficas de comparación de porcentajes de valores Z-Score en el estudio de intercomparación organizado por la "International Association of Geonalysts" (2006-2009): a) Elementos mayoritarios, b) elementos traza.

DOCENCIA Y PRÁCTICAS DE ASIGNATURAS IMPARTIDAS EN LOS LABORATORIOS DE RAYOS X

Durante el año 2009 se han realizado las siguientes sesiones docentes o de prácticas para las siguientes asignaturas:

- Experimentación Química. 5º Curso Licenciatura en Química. Profesor Nicolás Bellinfante Crocci.
- Materiales para la Construcción. 1º curso 2º Ciclo Ingeniería de Materiales. Facultad de Física. Profesor Patricia Aparicio Fernández.
- Experimentación Avanzada en Química Inorgánica. 5º Curso Licenciatura en Química. Profesores Miguel Ángel Castro Arroyo y María Dolores Alba Carranza.
- Máster en Estudios Avanzados en Química. Seminario Laboratorio de Difracción de Rayos X. Facultad de Química. Profesor Patricia Aparicio Fernández.
- Caracterización de Materiales. 5º Curso Licenciatura en Física. Profesor Francisco Luis Cumbreñas Hernández.
- Arqueometría. 1º curso Master de Arqueología. Facultad de Química. Profesor Ángel Polvorinos del Río.
- Caracterización de Materiales. 1º curso 2º Ciclo Ingeniería de Materiales. Facultad de Física. Profesor Ángel Polvorinos del Río.
- Experimentación en Química. 5º Curso Licenciatura en Química. Facultad de Química. José Antonio Navío Santos.

Así mismo, durante el año 2009, se han puesto en marcha con el CITIUS Convenios de Colaboración con las Facultades de Física y Química para que estudiantes de las mismas realicen prácticas en los distintos servicios. En concreto durante el verano de 2009, en el Laboratorio de Rayos X han realizado estas prácticas formativas:

- Fátima Payán Palomo, Estudiante de Licenciatura en Física por la Universidad de Sevilla.
- Alberto Rodríguez Gómez, Estudiante de Licenciatura en Química por la Universidad de Sevilla.

INVESTIGADORES DESTACADOS DE OTRAS UNIVERSIDADES Y ORGANISMOS PÚBLICOS DE INVESTIGACIÓN ESPAÑOLES Y EXTRANJEROS QUE VISITARON EL LABORATORIO DE RAYOS X DURANTE 2009

Durante el año 2009 se recibido visitas de numeros investigadores pertenecientes a otras universidades y OPIs, que colaboran con Grupos de Investigación de la Universidad de Sevilla. Cabe destacar la visita de:

- D. De Prins Francis, Product Manager X-Ray de Bruker Bélgica.
- Dr. Stefan Haaga, Training Coordinator de Bruker AXS.
- Dr. Christian Resch, Product Manager de Anton Paar.
- Dr. Ray Ferrell, Catedrático de Geología de Louisiana State University, Baton Rouge, Louisiana (USA).

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

- Tamsin Phillips, Licenciada en Química y estudiante de Doctorado por la Universidad de Cambridge, Reino Unido.
- Luigi Papa, Licenciado en Geología y estudiante de Doctorado por la Universidad de Napoles, Italia.
- Claudimar Camejo Abrón, Licenciada en Química por la Universidad de Caracas, Venezuela y estudiante de Doctorado por la Universidad Autónoma de Madrid.
- Osmar Do Oliveira Cardoso, Licenciado en Farmacia, y Estudiante de Doctorado por la Universidad de Sao Paulo, Brasil.

