



OTRI



Laboratorio Integrado de Caracterización de Materiales (INMALAB)

2024 Universidad Pablo de Olavide
Ver la oferta en la web. www.upo.es/UPOtec
Contacta con la OTRI: otri@upo.es

Sector

Química y materiales

Área Tecnológica

Tecnologías del patrimonio , Tecnologías medioambientales y de recursos naturales , Tecnologías Químicas y de Materiales

Descripción

El Laboratorio Integrado de caracterización de Materiales (INMALAB) de la Universidad Pablo de Olavide se crea para ofrecer un servicio integrado de valoración y análisis científico de materiales de interés energético, ambiental, biotecnológico, geológico y de protección del patrimonio histórico-artístico, entre otros. Incluye los siguientes equipos de caracterización de materiales: 1) Sistema de microscopía electrónica de alta resolución (SEM). 2) Sistema de difracción de rayos-X (XRD) para análisis cristalográfico de muestras sólidas. 3) Sistema de fluorescencia de rayos-X (XRF) para análisis elemental de muestras sólidas y líquidas. 4) Sistema de fluorescencia ultravioleta/visible con resolución temporal (TRF) para caracterización de muestras sólidas y líquidas. 5) Equipo de adsorción de gases. 6) Equipo de análisis térmico (TGA).

Necesidad o problema que resuelve

SEM: microfotografía electrónica con detectores SE/BSE/CL/EDS/EBSD. Caracterización eléctrica y EBIC. Preparación de muestras inorgánicas pulidas y muestras que necesiten recubrimiento de carbono. XRD: difractogramas de rayos-X. Medidas de reflectometría, textura, estrés, SAXS y microdifracción. Preparación de muestras. Análisis cualitativo y semicuantitativo, Rietveld, textura, estrés, determinación de espesores de capas. XRF: Análisis elemental cualitativo y cuantitativo de muestras sólidas y líquidas. Elementos mayoritarios y elementos traza. Preparación de muestras (polvo, pastillas prensadas, perlitas, líquidos). Análisis de campo con el equipo portátil. TRF: Espectros de fluorescencia estacionarios. Decaimientos temporales de fluorescencia y fosforescencia. Medidas en función de la temperatura. Medidas en alto vacío. Rendimientos cuánticos. Equipo de adsorción de gases: analizador de fisisorción/quimisorción de alto vacío (autosorb IQ). Analizador dual de quimisorción, analizador de fisisorción. Equipo de análisis térmico (TGA): thermobalance modelo Linseis STA PT1000 de carga superior para análisis térmicos. Generales: Asesoramiento en la preparación de muestras para las distintas técnicas. Asesoramiento en la búsqueda de la configuración óptima del equipo para obtener el resultado buscado. Asesoramiento en el tratamiento y análisis de datos. Se podrán emitir dos tipos de informes: - Informe técnico. Incluirá el procedimiento de preparación de las muestras, la

configuración de medida de los equipos, y el análisis de resultados en forma de tablas y gráficas (microfotografías, difractogramas, etc.). El informe técnico será único y específico para cada una de las técnicas: SEM, XRD, XRF o TRF. - Informes científico-técnico. Contendrá la misma información que el informe técnico, pero incluirá además una valoración e interpretación científica de los resultados. Este tipo de informe podrá combinar en el mismo informe resultados de varias de las técnicas (SEM, XRD, XRF y TRF) así como una valoración global de los resultados para una muestra o familia de muestras dada.

Aspectos innovadores

El principal aspecto innovador de INMALAB es que ofrece un servicio integrado de valoración y análisis científico de materiales de interés energético, ambiental, biotecnológico, geológico y de protección del patrimonio histórico-artístico entre otros. Por este motivo se ofrecen, además de los informes técnicos habituales, informes científico-técnicos. De forma específica, los equipos presentan los siguientes aspectos innovadores: SEM: Alta resolución; gran profundidad de campo que da apariencia tridimensional a las imágenes; sencilla preparación de las muestras; facilidad de manejo; y enorme versatilidad que permite realizar análisis múltiples en un solo equipo, gracias a la inclusión de múltiples detectores. Además, se incluye un sistema de micromanipuladores que permite hacer medidas eléctricas de dos y cuatro puntas. XRD: Sistema de última tecnología en el mercado, especialmente adecuado para experimentos de microdifracción, análisis de capas finas, texturas y estrés. Incluye además un potente software de análisis de resultados. XRF: Además del habitual análisis cualitativo, permite estudios cuantitativos y estudios de campo gracias al sistema portátil. TRF: Además de los habituales espectros de emisión con resolución temporal, el sistema permite medidas de rendimientos cuánticos y en función de la temperatura, de hasta 77 K en su límite inferior. Equipo de adsorción de gases: Realiza de forma precisa mediciones a materiales no porosos, mesoporosos y microporosos. Posee capacidad para determinar áreas superficiales específicas por debajo de 0,01 m²/g, áreas activas, volúmenes de poros y distribuciones de tamaño de poros de hasta 0,35 nm de sólidos porosos en cumplimiento de más de 20 métodos de prueba estándar ASTM, DIN e ISO. Equipo de análisis térmico (TGA): Admite muestras de hasta 25 g con tara electrónica. Posee un rango de temperatura (RT) de hasta 1000°C. Posee una resolución de 0.5 ug. El instrumento es muy adecuado para estudios de composición térmica, estabilidad térmica y oxidación.

Equipamiento científico disponible

Sistema SEM: Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM) modelo Zeiss Gemini300. Permite la caracterización morfológica, composicional, textural, cristalográfica y eléctrica de distintos tipos de materiales. Cuenta con (1) varios detectores de electrones secundarios (SE) y retrodispersados (BSE), tanto en cámara como en columna; (2) detector de electrones transmitidos (STEM); (3) detector de cátodoluminiscencia (CL); (4) sistema combinado de microanálisis y textura mediante dispersión de energía de Rayos X (EDS) y difracción de electrones retrodispersados (EBSD) con diodos de electrones forescattered (FSE) Oxford Aztec-Channel5, incluyendo un sistema de mapeado de muestras de gran tamaño; y (5) sistema Kleindiek de micromanipuladores y nanosondas con detector EBIC (Electron beam induced current) para caracterización eléctrica en la nanoescala. El rango de voltajes de aceleración es de 1-30KV. Por debajo de 20kV incluye un sistema beam booster que reduce la carga de la muestra y mejora la señal en los detectores en columna. Las resoluciones de trabajo reales en muestras de oro sobre carbono con electrones secundarios son de 2nm (a 15kV) y de 5nm (a 1kV). El microscopio puede trabajar en presión variable (VP y nano-VP hasta 500 Pa) y con bajos voltajes de aceleración, lo que permite analizar muestras no conductoras sin necesidad de metalización. También incluye una platina Peltier, que permite trabajar entre -50 y 50 °C. Asimismo, el servicio cuenta con una pulidora para la preparación de muestras pulidas metalográficas o de rocas, y con un evaporador de carbono para metalización. Ubicación: Edificio 47, planta baja, laboratorio 47.B03. Sistema XRD: difractómetro de dispersión de rayos modelo Bruker D8 Discover. Incluye una microfuelle de rayos X de 50 W de potencia (densidad de potencia 2.7 10⁸ fotones/segundo), un detector modelo EIGER con sensor 0D/1D/2D (área 2.978 mm², resolución 529420 píxeles). El equipo permite los siguientes tipos de medida: (1) difracción de polvo, (2) difracción por ángulo

rasante (glancing angle), (3) microdifracción, (4) SAXS, (5) texturas, (6) estrés. El modo 0D permite la medida de muestras con superficies muy rugosas, recubrimientos policristalinos y láminas filar epitaxiales. El modo 1D permite scans ultrarápidos de polvos y láminas finas en reflexión y en transmisión. El modo 2D permite análisis de cantidades pequeñas de muestra, orientaciones preferentes, tamaños grandes de cristalito y micro-mapeo. Ubicación: Edificio 47, planta baja, laboratorio 47.B05. Sistema XRF: equipo de fluorescencia de rayos X modelo Bruker S8 Tiger para análisis elemental. Incluye también un fluorímetro portátil modelo Bruker ELIO. El equipo S8 incluye una fuente emisora de rayos X de hasta 60 kV de voltaje y 170 mA de corriente. El equipo ELIO tiene una potencia de 4 W con 50 kV/200µA. El equipo S8 posee dos detectores para la detección de elementos ligeros y pesados (flujo de gas y centelleo, respectivamente). El equipo ELIO incorpora un detector de tecnología CUBE que detecta y clasifica radiación X fluorescente con una resolución menor a 140 eV y con un área activa de 50 mm². El equipo S8 posee una precisión para estándar de granito para elementos traza entre 0.2 ppm y 0.001 %. El conjunto del sistema XRF permite analizar pastillas prensadas, perlitas, líquidos, polvos sueltos y muestras sólidas heterogéneas de gran tamaño fuera del laboratorio mediante el dispositivo portátil ELIO. El sistema S8 permite adicionalmente medición cuantitativa de elementos, con posibilidad de medida en muestras geológicas. Ubicación: Edificio 47, primera planta, laboratorio 47.1.20. Sistema TRF: equipo de fluorescencia en el rango espectral UV/vis/NIR con resolución temporal, modelo FLS1000-DD-STM de Edimburgh Instruments. Contiene como fuentes de excitación una lámpara continua de xenón de 450W, una lámpara pulsada de 60W, dos láseres de diodo pulsados de 375 y 450 nm, y un LED pulsado de 340 nm. El equipo permite los siguientes tipos de medida: (1) fluorescencias en estado estacionario, (2) tiempos de vida de fluorescencia para decaimientos entre 100 ps y 50 µs mediante TCSPC y decaimientos de fosforescencias entre 1 µs y 10 segundos mediante MCS. El sistema incluye un criostato para la realización de medidas entre 77 y 300 K, en alto vacío, y una esfera integradora para la obtención de rendimientos cuánticos. Ubicación: Edificio 22, tercera planta, laboratorio 22.3.18A. Equipo de adsorción de gases: analizador de fisisorción/quimisorción de alto vacío (autosorb IQ). Analizador dual de quimisorción, analizador de fisisorción. Para medir la superficie BET y la superficie metálica activa. Realiza de forma precisa mediciones a materiales no porosos, mesoporosos y microporosos. Posee capacidad para determinar áreas superficiales específicas por debajo de 0,01 m²/g, áreas activas, volúmenes de poros y distribuciones de tamaño de poros de hasta 0,35 nm de sólidos porosos en cumplimiento de más de 20 métodos de prueba estándar ASTM, DIN e ISO. Ubicación: Edificio 22, tercera planta, laboratorio 22.3.18A. Equipo de análisis térmico (TGA): thermobalance modelo Linseis STA PT1000 de carga superior para análisis térmicos. Admite muestras de hasta 25 g con tara electrónica. Posee un rango de temperatura (RT) de hasta 1000°C, con hornos que permiten velocidades de calentamiento y enfriamiento rápido, así como un control de temperatura altamente preciso. Posee una resolución de 0.5 µg. El instrumento es muy adecuado para estudios de composición térmica, estabilidad térmica y oxidación. Cuenta con: a) Carga superior sub balance microgramos, b) Sistemas de medición intercambiables TG – DTA / DSC, c) Robot de muestra de 42 posiciones. Ubicación: Edificio 22, tercera planta, laboratorio 22.3.18A.

Tipos de empresas interesadas

• Biología y Biotecnología. • Agroindustrial y Alimentación. • Recursos Naturales, Energía y Medio Ambiente. • Ciencias exactas y experimentales. • Salud. • Nanociencias, nanotecnologías y materiales. • Patrimonio Histórico y Artístico. • Ciencias forenses.

Nivel de desarrollo

Disponibile para el cliente

Más información

La oferta de Capacidades de I+D con las que cuentan el equipo de investigadores/as vinculados/as a la infraestructura del Laboratorio INMALAB, es variada y complementaria cubriéndose por ello todas las técnicas que se ofertan en este servicio integrado de valoración y

análisis científico de materiales, entre otras. El grupo de investigación 'Ciencias de La Tierra y de la Atmósfera (RNM 356)' de la Universidad Pablo de Olavide aporta la unidad de preparación de láminas delgadas y probetas de rocas (cortadoras, esmeriladoras, cámara para embutido, baño de ultrasonidos, fungibles), así como asesoramiento en los análisis texturales. La colaboración con el Servicio 'Sanit-ARTE' de la UPO, aporta las capacidades para realizar estudios mineralógicos y análisis químicos de muestras del patrimonio histórico. El grupo 'Células Solares Nanoestructuradas' de la UPO (www.upo.es/investiga/ccs) aporta el know how para la caracterización eléctrica de muestras en la nanoescala: un picoamperímetro para conectar a las nanosondas (micromanipuladores) y poder de esta forma registrar las características corriente-voltaje entre dos puntos de la muestra, con posicionamiento en la nanoescala. El grupo también puede aportar ayuda técnica y asesoramiento para la elaboración de mapas de eficiencia EBIC (Electron Beam Induced Current) de las muestras. También puede ayudar en la interpretación de los resultados de fluorescencia, en especial para materiales con aplicaciones optoelectrónicas. El grupo 'OMEGAS' (Organic materials for electronics and gas sensors, FQM 319) de la Universidad Pablo de Olavide, puede prestar ayuda en la caracterización de materiales nanoporosos, especialmente materiales cristalinos, interpretación de difractogramas, preparación y medidas XRD de capas finas de estos materiales. Determinación de estructuras y preparación de muestras. Medidas de propiedades ópticas de absorción y emisión de materiales como colorantes o polímeros fluorescentes. Medida de rendimientos cuánticos, emisión en materiales reabsorbentes, etc. Investigador responsable: Juan Antonio Anta Montalvo. Área de Química Física. Dpto. de Sistemas Físicos, Químicos y Naturales/Física Estadística de Líquidos (FQM 205). UBICACIÓN: Edificio 47 y Edificio 22 de la Universidad Pablo de Olavide.

Equipo de Investigación

Física estadística de líquidos (FQM205)