



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

"2016 - Año del Bicentenario de la Declaración de la Independencia Nacional"

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

SAN LUIS, - 6 ABR. 2016

VISTO:

El Expediente EXP-USL: 13618/2015 mediante el cual se solicita la protocolización del Curso de Posgrado: **TÉCNICAS DE RAYOS X APLICADAS A LA CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS**; y

CONSIDERANDO:

Que el Curso de Posgrado se propone dictar en el ámbito de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y Naturales del 6 al 15 de junio de 2016, con un crédito horario de 60 horas presenciales y bajo la coordinación de la Dra. Natalia Judith **MARCHEVSKY**.

Que la Comisión Asesora de Posgrado de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y Naturales recomienda aprobar el curso de referencia.

Que el Consejo de Posgrado de la Universidad Nacional de San Luis en su reunión del 15 de marzo de 2016, analizó la propuesta y observa que el programa del curso, bibliografía, metodología de evaluación y docentes a cargo, constituyen una propuesta de formación de posgrado de calidad en su campo específico de estudio.

Que, por lo expuesto, el Consejo de Posgrado aprueba la propuesta como Curso de Posgrado, según lo establecido en Ordenanza CS N° 23/09.

Que corresponde su protocolización.

Por ello y en uso de sus atribuciones

EL RECTOR DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN LUIS

RESUELVE:

ARTÍCULO 1°.- Protocolizar el dictado del Curso de Posgrado: **TÉCNICAS DE RAYOS X APLICADAS A LA CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS**, en el ámbito de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y Naturales del 6 al 15 de junio de 2016, con un crédito horario de 60 horas presenciales.

ARTÍCULO 2°.- Protocolizar el cuerpo docente constituido por: Responsable: Dr. Julio **ANDRADE GAMBOA** (DNI N° 11.607.431) de la Universidad Nacional del Comahue, Corresponsable: Dr. Jorge Alberto **GONZÁLEZ** (DNI N° 14.542.614) del Instituto de Investigaciones en Tecnología Química (INTEQUI-UNSL),

Cpde RESOLUCIÓN R N° 407

402/16

Dra. Alicia Marcela Primitista
Secretaría de Posgrado
UNSL



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

"2016 - Año del Bicentenario de la Declaración de la Independencia Nacional"

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

Colaboradores: Dr. Ernesto **PERINO** (DNI N° 11.901.767), Dr. Octavio Javier **FURLONG** (DNI N° 27.376.075), Dr. Marcelo Sandro **NAZZARRO** (DNI N° 18.190.794), Auxiliar: Dra. María Martha **BARROSO QUIROGA** (DNI N° 28.598.762) todos de esta Casa de Altos Estudios.

ARTÍCULO 3°.- Aprobar el programa del Curso de referencia, de acuerdo al **ANEXO** de la presente disposición.-

ARTÍCULO 4°.- Comuníquese, insértese en el Libro de Resoluciones, publíquese en el Digesto Electrónico de la UNSL y archívese.-

RESOLUCIÓN R N° 407
mav

Dra. Alicia Marcela Printista
Secretaria de Posgrado
UNSL

OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL
Resolución RR N° 402/16



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

"2016 - Año del Bicentenario de la Declaración de la Independencia Nacional"

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

ANEXO

DENOMINACIÓN DEL CURSO: TÉCNICAS DE RAYOS X APLICADAS A LA CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS

UNIDAD ACADÉMICA RESPONSABLE: Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y Naturales

CATEGORIZACIÓN: Perfeccionamiento

RESPONSABLE: Dr. Julio ANDRADE GAMBOA

CORRESPONSABLE: Dr. Jorge Alberto GONZÁLEZ

COLABORADORES: Dr. Ernesto PERINO, Dr. Octavio Javier FURLONG, Dr. Marcelo Sandro NAZZARRO

AUXILIAR: Dra. María Martha BARROSO QUIROGA

COORDINADORA: Dra. Natalia Judith MARCHEVSKY

CRÉDITO HORARIO: 60 horas

MODALIDAD DE DICTADO: Presencial

FECHA DE DICTADO DEL CURSO: 6 al 15 de junio de 2016

FECHA PREVISTA PARA ELEVAR LA NÓMINA DE ALUMNOS APROBADOS:
Diciembre de 2016

DESTINATARIOS: Egresados con título de grado universitario en Ing. en Minas, Ing. en Química, Ing. en Petróleo, Ing. en Materiales, Lic. en Química, Lic. en Física, Lic. en Geología y en disciplinas afines a la temática del curso.

LUGAR DE DICTADO: Aula de Posgrado del Dpto. de Minería – UNSL – San Luis.

CUPO: 20 personas.

FUNDAMENTACIÓN: En los últimos años, el exponencial avance tecnológico-industrial ha potenciado los estudios orientados a la caracterización de materiales complejos. El conocimiento de las técnicas de caracterización disponibles es fundamental para el desarrollo de las investigaciones relacionadas con metalurgia, catálisis heterogénea, adsorción, etc., debido a que permite describir las propiedades de los materiales y establecer una adecuada relación con su comportamiento fisicoquímico en el fenómeno que se esté estudiando.

OBJETIVOS:

Introducir al alumno a los conocimientos mínimos necesarios para poner a su servicio las técnicas de caracterización estudiadas (alcances, potencialidades, limitaciones, etc.), mediante clases teóricas, y experiencias prácticas en los equipamientos existentes, a partir de sus propias muestras de estudio o muestras brindadas por los profesores.

Cpde RESOLUCIÓN R N° 407


402/16


Dra. Alicia Marcela Frimble
Secretaría de Posgrado
UNSL



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

"2016 - Año del Bicentenario de la Declaración de la Independencia Nacional"

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

Asimismo se pretende que los alumnos, al finalizar el curso, puedan interpretar y analizar los resultados provistos por estas técnicas.

CONTENIDOS MÍNIMOS: La estructura del sólido. Nociones de cristalografía. Rayos X. Difracción de Rayos X. Aspectos Experimentales DRXP. Fluorescencia de Rayos X. Aspectos Experimentales FRX. Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos X. Aspectos Experimentales de la XPS.

PROGRAMA:

Módulo I: La estructura del sólido. Nociones de cristalografía.

Cristalografía geométrica: simetrías externas, grupos puntuales cristalográficos (clases) de simetría. Hábito cristalográfico. Sistemas cristalográficos. Cristalografía estructural: Simetría traslacional interna. Red de nodos o Bravais. Celda Unidad. Planos reticulares (notación de índices de Miller). El arreglo interno atómico-molecular. Grupos espaciales. Posiciones equivalentes dentro de la celda unidad. Introducción a las Tablas Internacionales de cristalografía (TIC). Red recíproca. Tipos de sólidos: Sólidos amorfos y cristalinos (mono y policristalinos). Características microestructurales de un sólido policristalino (tamaño de grano y microdeformaciones).

Módulo II: Difracción de Rayos X

Naturaleza de los rayos X y las formas de generarlos. Teoría de la formación de imágenes de Abbé y la difracción óptica. Relación con la difracción de electrones, neutrones y rayos X. Difracción de rayos X: por un átomo (factor de dispersión atómico), por un cristal (Factor de estructura). Extinciones sistemáticas. Uso de las TIC. Geometría experimental de reflexión: la ecuación de Bragg. La difracción en sistemas policristalinos (Diffractometría de rayos X de polvos, DRXP). Óptica de un difractómetro de polvos. Aplicaciones de DRXP. Diffractometría de rayos X en materiales policristalinos: información contenida en un difractograma. Aplicaciones corrientes de la diffractometría de rayos X: identificación (empleo de bases de datos cristalográficas y software asociado). Transformaciones de fase sólido-sólido (diagramas de fases). Estudios estructurales: resolución y refinamiento estructural (parámetros de celda y posiciones atómicas). Estudio de soluciones sólidas, análisis cuantitativo en sistemas polifásicos. Estudios microestructurales: tamaño de grano, y deformación debida a tensiones residuales. Ecuación de Scherrer, método de Williamson-Hall.

Aspectos Experimentales DRXP:

- Identificación de las diferentes partes del equipo.
- Preparación de las muestras; uso de los diferentes portamuestras.
- Adquisición de los difractogramas; efecto del portamuestra y de las condiciones de medición.
- Uso de software de procesamiento y ajustes.
- Procesamiento de los archivos *.RAW de los difractogramas adquiridos; búsqueda de picos; generación de archivos PKS.
- Procesamiento de los archivos de picos (PKS), identificación de fases coincidentes.

Cpde RESOLUCIÓN R N° 407


402/16


Dra. Alicia Marcela Primitista
Secretaría de Posgrado
UNSL



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

"2016 - Año del Bicentenario de la Declaración de la Independencia Nacional"

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

- Selección de la base de datos según el tipo de muestra: orgánica; inorgánica; minerales; polímeros; metálicas; farmacéuticas, etc.
- Uso de la información química elemental de la muestra como criterio de búsqueda de fases.
- Difractometría de muestras complejas: rocas y minerales de múltiple fases.
- Criterios para la identificación de fases en rocas; suelos; etc.
- Uso de la información química y/o la mineralogía de la muestra.
- Uso de técnicas como glicolado y/o calcinado adicionales para identificar los diferentes filosilicatos en muestras de suelos o arcillas.
- Criterios para la resolución de mezclas de minerales de arcillas y la identificación de minerales del grupo de las esmectitas, cloritas, caolinitas y micas.
- Cuantificación de fases a partir de parámetros I/I₀ tabulados.
- Cálculo de parámetros de celda en muestras puras: cobre y cloruro de sodio.
- Cálculo del radio atómico y de densidad de metales a partir de los parámetros de celda.

Módulo III: Fluorescencia de Rayos X

Excitación. Bordos o cantos de absorción. Radiación X primaria. Radiación X secundaria o fluorescente. Estudio de la intensidad fluorescente de muestras multicomponentes. Determinación analítica por espectrometría de rayos X. Fundamentos del método. Instrumentos dispersivos en energía y longitud de onda. Descripción de equipos. Tubos de rayos X. Detectores de flujo y centelleo. Colimadores grueso y fino. Filtro. Cristales analizadores. Sistema de medidas bajo condiciones de vacío. Sistema de medidas bajo condiciones de presurización de cámara en helio. Ventajas y desventajas de la espectrometría de rayos X. Alcances de la técnica. Análisis cualitativo. Análisis espectral. Identificación de picos. Análisis semicuantitativo. Análisis cuantitativo. Distintos métodos de análisis. Precisión de las determinaciones. Límites de determinación a distintos niveles de confianza. Aplicaciones y ejemplos.

Aspectos Experimentales FRX:

- Preparación y presentación de muestras para FRX.
- Clasificación en función de la aplicación. Patrones de referencia internacional. Patrones con drogas pa. Aplicación de método de agregado patrón.
- Control de efectos de tamaño de partícula, grado de compactación y tiempos de prensado. Selección de parámetros instrumentales.
- Análisis e interpretación de espectros cualitativos.
- Determinación de concentraciones en muestras multicomponentes de minerales, rocas, suelos y sedimentos loésicos mediante métodos desarrollados a estos fines.
- Diversas metodologías de preparación de muestras.
- Adecuación de las metodologías a problemas específicos de cantidades de muestras en investigaciones mineras, geológicas, arqueológicas y ambientales.
- Uso de programas computacionales de cálculo.
- Ejemplos aplicados en la caracterización geoquímica de sedimentos loésicos, loessoides, suelos y paleosuelos en diferentes regiones geográficas y climáticas de Argentina.
- Ejemplos aplicados a la determinación de elementos guías en la clasificación geoquímica de yacimientos pegmatíticos.

Cpde RESOLUCIÓN R N° 407


902/16


Dra. Alicia Marcela Primista
Secretaría de Posgrado
UNSL



- Ejemplos aplicados a la clasificación geoquímica de diversos tipos de rocas.
- Aplicación a diversos métodos de prospección geoquímica de yacimientos minerales. Aplicaciones biogeoquímicas en las inferencias paleoambientales del cuaternario.
- Ejemplo de prospección de enterramientos clandestinos de desaparecidos.
- Aplicaciones en muestras arqueológicas.
- Otras aplicaciones de interés en muestras complejas.
- Aplicaciones a materias primas y productos industriales. Etc.

Módulo IV: Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos X:

Sistemas de Ultra Alto Vacío. Equipamiento y Principios básicos. Interacción de fotones y electrones con la materia. Espectro de rayos x: generación del espectro continuo y del espectro característico. Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos X (XPS): Principios teóricos y equipamiento. Interpretación de espectros. Análisis cualitativo y cuantitativo. Aplicaciones y ejemplos.

SISTEMA DE EVALUACIÓN: Asistencia 80% y aprobación del 100% de los trabajos prácticos de aula y laboratorio. Evaluación final individual (entrega de trabajo final en grupo a presentar por e-mail).

BIBLIOGRAFÍA:

DRX

- Walter Borchardt-Ott. Crystallography. An Introduction. Springer, Third Edition (2011).
- Nevill Gonzalez Szwacki and Teresa Szwacka. Basic Elements of Crystallography. Pan Stanford Publishing Pte. Ltd. 2010.
- Richard Tilley. Crystals and Crystal Structures. John Wiley & Sons, 2006.
- Christopher Hammond. The Basics of Crystallography and Diffraction. International Union of Crystallography. Oxford University Press. Third Edition (2009).
- Gerald Burns and A. Mike Glazer. Space Groups for Solid State Scientists. Academic Press. Third Edition, 2013.
- Ron Jenkins and Robert L. Snyder. Introduction to X-ray Powder Diffractometry. John Wiley & Sons, 1996.
- Vitalij K. Pecharsky and Peter Y. Zavalij. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, Springer
- Lev S. Zevin Giora Kimmel. Quantitative X-Ray Diffractometry. Springer. 1995.
- D. L. Bish and J. E. Post (editors). Reviews in Mineralogy. Volume 20, Modern Powder Diffraction. The Mineralogical Society of America, 1989.

FRX

- Bertin, E. p., 1975. Principles and practice of X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.
- Bertin, E. p., 1978. Introduction to X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.
- van grieken, r. e. y markowicz, a.a., 1993. Handbook of X-Ray Spectrometry, Practical Spectroscopy Series, Vol. 14, Dekker.

[Handwritten signature]

[Handwritten signature]
Dra. Alicia Mercadeo
Secretaria de Posgrado
UNSL



Universidad Nacional de San Luis
Rectorado

ES COPIA
OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL

- Newpet (c.). 1987-1993. Memorial University of Newfoundland, Departmen of Earth Sciences, Centre for Earth Resources.
- Gásquez J. A. et. al. 1997. Correction of line interference in x-ray fluorescence trace analysis. Application to yttrium determination in silicate rocks. X-Ray Spectrometry, Vol. 26, 272-274.
- Perino E., M. Torres Deluigi, R. Olsina and J. A. Riveros. 2002. Determination of oxidation states of aluminium, silicon and sulfur. X-RAY SPECTROMETRY; 31; 115-119. John Wiley & Sons, Ltd. ISSN 0049-8246.
- Ruiz M. del C., M. H. Rodriguez, E. Perino, R. A. Olsina. 2002. Determination OF Nb, Ta, Fe and Mn by X-ray fluorescence". Minerals Engineering. 15 373-375. Tecnical Note. Elsevier Science Ltd. Pergamon. ISSN 0892-6875.
- D'Angelo J, Strasser E, Marchevsky E and Perino E. 2002. An improved method for obtaining small pressed powder pellets for the analysis by XRF."Chemia Analityczna Warsaw. 47(6): 913-924. Aranda P. R., L. Colombo, E. Perino, I. E. De Vito and J. Raba. 2013. Solid-phase preconcentration and determination of mercury(ii) using activated carbon in drinking water by X-ray fluorescence spectrometry". X-Ray Spectrom. 42, 100-104. ISSN 0049-8246.

XPS

- Growth and Trends in Auger-electron Spectroscopy and X-ray Photoelectron Spectroscopy for Surface Analysis. C.J. Powell, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 21, S42-S53, (2003).
- Progress in quantitative surface analysis by X-ray photoelectron spectroscopy: Current status and perspectives. C.J. Powell and A. Jablonski. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. 178, 331-346 (2010).

ARANCEL:

- Sector Privado: \$1500 (pesos un mil quinientos).
- Alumnos de Posgrado de otras Universidades Nacionales: \$500 (pesos trescientos)*
- *Tarifa sujeta a subvención de fondos otorgados por el Sistema Nacional de Rayos X.
- Alumnos de Posgrado de la UNSL: \$300 (pesos trescientos).

COSTOS Y FUENTE DE FINANCIAMIENTO: Departamento de Minería FCFMyN, UNSL. Los pasajes y estadía del profesor visitante (Dr. Julio Andrade Gamboa) serán subvencionados a través de fondos otorgados por el Sistema Nacional de Rayos X. Asimismo se prevé otorgar 3 (tres) becas a los alumnos de posgrado de nuestra universidad.

Cpde RESOLUCIÓN R N° 407
mav

Dra. Alicia Marcela Frutos
Secretaria de Posgrado
UNSL

OSCAR GUILLERMO SEGURA
Director de Despacho
UNSL
402/16