



SERVICIO DE INSTRUMENTACIÓN CIENTÍFICA DEL RENSMA

Los Servicios de Instrumentación Científica del Centro de Investigación en Recursos Naturales Salud y Medio Ambiente (RENSMA) tienen como objetivo proporcionar a todos los investigadores del Centro, así como al resto de investigadores de la Universidad de Huelva y de las Universidades Andaluzas, Centros de Investigación, y organismos públicos y privados, el acceso a instrumentos y metodologías de última generación en el campo de los recursos naturales, la caracterización mineralógica, los residuos, la biotecnología, la salud y el medio ambiente.

UNIDAD DE CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS

El objetivo de esta unidad es caracterizar desde un punto de vista textural, mineralógico y geoquímico todo tipo de materiales inorgánicos, desde muestras naturales (rocas, aguas, suelos, sedimentos, etc.) hasta residuos industriales y mineros (escombreras, escorias de fundición, fosfoyesos, etc.).

La unidad cuenta con varios equipos adquiridos por el Grupo de Mineralogía y Geoquímica del Centro en convocatorias competitivas, incluyendo:

- Analizador portátil XRF Niton XL2
- Reactor Parr modelo 4524 con controlador 4848
- Scanning Electron Microscope (FESEM) JEOL IT-300HR-LV
- ICP-OES Agilent 5110
- ICP-QQQ-MS Agilent Serie 8900

Además, el Grupo ha contribuido a la adquisición y es usuario asiduo de otros equipos ubicados en los Servicios Centrales de Investigación de la Universidad de Huelva, incluyendo:

- ICP-OES Horiba Jovin Yvon Ultima 2
- XRD Bruker D8 Advance
- XRF Bruker S4 PIONNER
- Electron Microprobe (EPMA) JEOL JXA-8200
- Scanning Electron Microscope FEI ESEM QUANTA 200
- Ion Chromatograph METROHM AG 883 Basic IC plus
- ICP-MS Agilent Serie 7700

El Grupo cuenta además con 3 laboratorios totalmente equipados para la caracterización básica y el tratamiento de muestras sólidas (rocas, suelos, sedimentos) y líquidas, así



como para la determinación de parámetros físico-químicos básicos y la realización de diversos ensayos a pequeña escala (ensayos batch, extracciones secuenciales, test cinéticos, tratamiento en columnas, ensayos a presión y temperatura controlada, etc.).

Además, como parte de la infraestructura para el trabajo de campo, se dispone de diverso material para la toma de muestras sólidas y líquidas así como para la monitorización de parámetros in situ, tales como: multímetros multiparamétricos portátiles (Hydrolab HL4, WTW MultiLine Multi 3630 IDS, etc.), medidores en continuo (Eijkelkamp CTD-Diver, Schlumberger Cera-Diver, LTC Levelogger Edge), caudalímetro magnético-inductivo MF Pro, muestreador de agua tipo Niskin, automuestreadores tipo Teledyne ISCO, y muestreadores de sedimentos y sondeos (Eijkelkamp tipo Beeker, Uwitec sediment corer, draga Van Veen, etc.).

Caracterización mineralógica por Difracción de Rayos X (DRX) semicuantitativa



¿Para qué sirve?

Los patrones de XRD se han obtenido con un difractómetro de rayos X de polvo de geometría Bragg-Brentano con tubo de Cu. Se ha utilizado el Diffrac Eva Phase Identification (software “DIFFRAC.EVA”) para identificar las fases cristalinas, utilizando la base de datos PDF-4 (ICDD). La cuantificación se ha realizado mediante el método de Rietveld (habiendo empleado el software “DIFFRAC.TOPAS”) en el que se ha utilizado zincita (ZnO) como patrón interno, seleccionando una proporción aproximada del 12% en peso, con el fin de determinar la fracción amorfa. Así pues, además de cuantificar las fases cristalinas presentes en cualquier muestra mediante el método de Rietveld, es posible también determinar la cantidad de sílice libre (SiO₂) en residuos. Esto es posible dado que el SiO₂ es también otra fase cristalina, la cual se puede presentar en forma de cuarzo, cristobalita y tridimita. Consecuentemente, la sílice libre se puede determinar de la misma manera que cualquier otra fase cristalina.



Características técnicas

Equipo modelo D8 Advance A25 de Bruker. Se ha utilizado un método semicuantitativo, cuyas condiciones fueron las siguientes: $\Delta 2\theta = 3-70^\circ$; paso = 0,015 $^\circ$; t = 0,1 s; condiciones del tubo: 40 kV y 30 mA; hendidura de divergencia: fija 0,5 $^\circ$; muestra girada a 30 rpm y filtro de níquel.

Caracterización mineralógica por Difracción de Rayos X (DRX) semicuantitativa



¿Para qué sirve?

Los patrones de XRD se han obtenido con un difractómetro de rayos X de polvo de geometría Bragg-Brentano con tubo de Cu. Se ha utilizado el Diffrac Eva Phase Identification (software “DIFFRAC.EVA”) para identificar las fases cristalinas, utilizando la base de datos PDF-4 (ICDD). La cuantificación se ha realizado mediante el método de Rietveld (habiendo empleado el software “DIFFRAC.TOPAS”) en el que se ha utilizado zincita (ZnO) como patrón interno, seleccionando una proporción aproximada del 12% en peso, con el fin de determinar la fracción amorfa. Así pues, además de cuantificar las fases cristalinas presentes en cualquier muestra mediante el método de Rietveld, es posible también determinar la cantidad de sílice libre (SiO₂) en residuos. Esto es posible dado que el SiO₂ es también otra fase cristalina, la cual se puede presentar en forma de cuarzo, cristobalita y tridimita. Consecuentemente, la sílice libre se puede determinar de la misma manera que cualquier otra fase cristalina.



Características técnicas

Equipo modelo D8 Advance A25 de Bruker. Se ha utilizado un método semicuantitativo, cuyas condiciones fueron las siguientes: $\Delta 2\theta = 3-70^\circ$; paso = 0,015 $^\circ$; t = 0,1 s; condiciones del tubo: 40 kV y 30 mA; hendidura de divergencia: fija 0,5 $^\circ$; muestra girada a 30 rpm y filtro de níquel.

Ensayos de lixiviación siguiendo normas UNE-EN 12457-1, UNE-EN 12457-2, UNE-EN 12457-3, UNE-EN 12457-4.



¿Para qué sirve?

Este tipo de ensayo tiene como objetivo caracterizar y evaluar los constituyentes que pueden lixivarse de los residuos. Se considera la liberación de constituyentes solubles, al ponerse en contacto con agua, como el principal mecanismo de liberación que puede originar un riesgo potencial para el medio ambiente durante la reutilización o eliminación de los residuos. Estos ensayos están destinados a identificar las propiedades de los lixiviados de los residuos.

Hay cuatro procedimientos descritos en las normas europeas siguientes que se basan en diferentes relaciones líquido/sólido (L/S) y diferentes tamaños de partículas, ya que estos parámetros, entre otros, juegan un importante papel en el procedimiento de la lixiviación:



EN 12457-1 – Ensayo por lotes de una etapa para una relación líquido-sólido de 2 l/kg para materiales con un alto contenido en sólidos y con un tamaño de partícula inferior a 4 mm (con o sin reducción de tamaño).

EN 12457-2 – Ensayo por lotes de una etapa para una relación líquido-sólido de 10 l/kg para materiales con un tamaño de partícula inferior a 4 mm (con o sin reducción de tamaño).

EN 12457-3 – Ensayo por lotes de dos etapas para una relación líquido-sólido de 2 l/kg y 8 l/kg para materiales con un alto contenido en sólidos y con un tamaño de partícula inferior a 4 mm (con o sin reducción de tamaño).

EN 12457-4 – Ensayo por lotes de una etapa para una relación líquido-sólido de 10 l/kg para materiales con un tamaño de partícula inferior a 10 mm (con o sin reducción de tamaño).

Estas normas europeas se han desarrollado para investigar principalmente componentes inorgánicos de los residuos. No tiene en cuenta las características particulares de los constituyentes orgánicos no polares, ni las consecuencias de los procesos microbiológicos en residuos orgánicos degradables.

Los procedimientos de ensayo especificado producen un eluato que posteriormente debe caracterizarse física y químicamente de acuerdo con métodos normalizados apropiados.

Características técnicas

- Multímetro portátil *MM40+* que mide simultáneamente pH, conductividad, redox y temperatura.
- ICP-MS: *Agilent 7700* perteneciente a los Servicios Centrales de investigación de la UHU.
- ICP-OES: *Jobin Yvon Ultima 2* perteneciente a los Servicios Centrales de investigación de la UHU.



Ensayo de lixiviación siguiendo norma EPA Method 1311 TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure)



¿Para qué sirve?

El Test TCLP (Procedimiento de Lixiviación para la Característica de Toxicidad) está diseñado para simular la lixiviación a que podría estar expuesto un residuo que se dispone en un vertedero.

El procedimiento aplicado es el Método EPA 1311, establecido por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos EPA y que consiste básicamente en la lixiviación de la muestra con una solución apropiada de ácido acético, de acuerdo al pH y al nivel de humedad de la muestra, a temperatura y agitación controladas. El extracto líquido obtenido después de la lixiviación es analizado para determinar si presenta cualquiera de los elementos considerados como peligrosos, en concentraciones superiores a los valores establecidos por la EPA. Los elementos inorgánicos que se regulan son: As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se y Ag.

El ensayo de lixiviación TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) (U.S.EPA), es un test adecuado para determinar la movilidad de residuos inorgánicos sólidos.

Características técnicas

- Multímetro portátil MM40+ que mide simultáneamente pH, conductividad, redox y temperatura.
 - ICP-MS: *Agilent 7700* perteneciente a los Servicios Centrales de investigación de la UHU.
 - ICP-OES: *Jobin Yvon Ultima 2* perteneciente a los Servicios Centrales de investigación
- Medida multielemental por Fluorescencia de Rayos X (FRX)**



¿Para qué sirve?

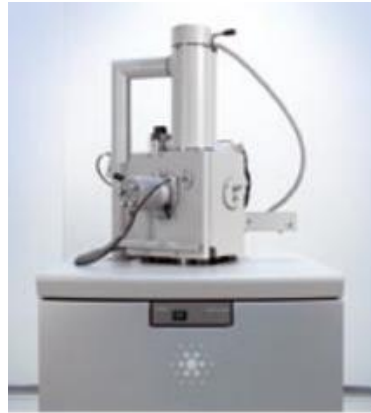
La FRX se emplea para la identificación y cuantificación de los elementos principales contenidos en las muestras sólidas. Previo al análisis, las muestras se prepararon en forma de tableta triturada mediante una prensa manual de la marca Retsch. La tableta se preparó sobre un lecho de ácido bórico. Para ello, se mezcla homogéneamente 1,0 g de muestra con 0,06 g de cera, que actúa como aglutinante. La mezcla se prensa a una presión de 200 kN en un molde durante un minuto, dando lugar a una tableta cilíndrica con un diámetro de 40 mm, con la muestra centrada en un diámetro interno de 20 mm y un espesor que depende de la densidad de la muestra.

Características técnicas

Espectrómetro secuencial de fluorescencia de rayos X de la marca Panalytical (modelo AXIOS) con tubo Rh. El equipo cuenta con dos detectores, uno para centelleo y otro para flujo. El método de medición utilizado fue semicuantitativo para muestras sólidas planas con un diámetro superior a 25 mm.



Microscopía electrónica de rastreo con espectroscopía de rayos X con energía dispersiva (SEM-EDX)



¿Para qué sirve?

El microscopio electrónico de barrido (SEM, Scanning Electron Microscope) es un instrumento muy versátil, que permite la observación y caracterización superficial de materiales, dando información morfológica y de composición química rápida, eficiente y simultáneamente del material analizado. Su versatilidad está dada en su alta resolución (de 20 a 50 Å) y apariencia tridimensional de las imágenes, producto de su gran profundidad de foco. Estos microscopios trabajan con un haz de electrones para generar la imagen y en condiciones de alto vacío (10^{-6} torr). Este tipo de equipo cuenta con capacidad analítica mediante el agregado de un detector de rayos X dispersivo en energías (EDS, Energy Dispersive Spectrometer), que permite obtener información composicional de manera rápida y eficiente.

Características técnicas

Microscopio electrónico de barrido Ambiental Fei-QUANTA 200, cuyas características son:

- Detector EDS EDAX
- Detector de electrones secundarios E-T (en cámara)
- Detector de electrones retrodispersados (en cámara)
- Detector de bajo vacío (large field detector)
- Detector de bajo vacío (gaseous secondary electron detector)
- Detector de catodolumiscencia
- Sistema de difracción de electrones retrodispersados (BSED)

https://microwiki.org/media/fei/quanta_200/2006_06_Quanta200_pb1.pdf



Microsonda de electrones (EPMA)



¿Para qué sirve?

El análisis de microsonda electrónica (EPMA) es una técnica no destructiva de análisis elemental muy valiosa en mineralogía y petrología, la cual permite el análisis químico cualitativo y cuantitativo de sustancias sólidas a escala micrométrica. Su principio de funcionamiento consiste en la excitación de la superficie de la muestra (previamente pulida) mediante un haz de electrones, acelerados entre 15 y 35 keV y focalizados en un diámetro que oscila entre 1 y 2 μm . Los rayos X característicos generados en la muestra son detectados por espectrómetros dispersores de longitud de onda (WDS). El EPMA permite obtener una gran variedad de imágenes (electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X y cátodoluminiscencia), las cuales son utilizadas con el fin de documentar visualmente las características de una muestra.

Características técnicas

- JEOL modelo JXA-8200 SuperProbe. El cual se encuentra equipado con:
 - 4 espectrómetros WDS y uno EDS (Si(Li)).
 - Los espectrómetros WDS: 2 son normales de 4 cristales y detector de flujo, y 2 de alta intensidad con 2 cristales y detector sellado de Xe).
 - Sistema de vacío con bomba turbomolecular y bomba iónica en el cañón (posibilidad de operar con W o LaB6).



- Detectores de electrones secundarios y retrodispersados, detector de catodoluminiscencia.
- Capacidad de análisis desde el B al U, imágenes compo, topo, catodo y mapas de RX.

Rad 7 (DurrIDGE)



¿Para qué sirve?

El DURRIDGE RAD7 es un detector de radón y torón verdaderamente versátil utilizado por científicos y profesionales de la investigación en todo el mundo. El RAD7 está basado en un detector de semiconductor, capaz de detectar la desintegración alfa en 3 minutos del primer descendiente del radón mediante espectroscopía alfa, sin interferencia de otras radiaciones. También es capaz de detectar la desintegración alfa de los descendientes del torón para realizar mediciones rápidas del mismo. El instrumento cuenta con una bomba integrada que puede usarse para identificar puntos de salida de radón. Además, es capaz de recuperarse de altas exposiciones al radón en minutos. El RAD7 también es un monitor continuo de radón que puede medir el nivel de acción de la EPA de 4 pCi / L, con una desviación estándar del 10%, en menos de dos horas. El equipo incluye sensores de temperatura, humedad, presión y un acelerómetro capaz de identificar cuándo se ha movido el detector durante la medida.



Características técnicas

Rango de medida	4 – 750 kBq m ⁻³
Sensibilidad	Modo SNIFF: 0.0067 cpm (Bq m ⁻³) ⁻¹ Modo NORMAL: 0.013 cpm (Bq m ⁻³) ⁻¹
Tiempo de respuesta	120 minutos hasta el 95 % del valor final
Sensores internos	Humedad relativa (0 a 100 %) Temperatura (0 a 45 °C) Acelerómetro
Tiempo de medida	2 minutos a 24 horas
Almacenamiento	Memoria No volátil Capacidad para 1000 registros
Alimentación	Alimentación por corriente continua (12 V) Batería interna (24 horas en modo SNIFF y 72 en modo MONITOR)
Puertos de comunicación	USB y RS232
Dimensiones	295 x 215 x 279 mm ³
Peso	4.35 kg

TGA-DTA-EGA



¿Para qué sirve?

La Termogravimetría (TG) está basada en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando dicha muestra se somete a un programa de temperatura en una atmósfera controlada. La Termogravimetría se usa muy ampliamente acoplada a otras técnicas, como DTA



(Differential thermal analysis - análisis térmico diferencial), que mide la diferencia de temperatura entre una muestra y un material de referencia, ambos sometidos al mismo proceso de calentamiento, con el que se puede determinar si un evento térmico es endotérmico o exotérmico. También puede estar acoplado a un espectrómetro de Masas (TG-EM) y que simultáneamente a la evolución de la masa de una muestra (TG), es posible analizar los gases consumidos o emitidos por dicha muestra cuando es sometida a un programa de temperatura en una atmósfera controlada (EGA- Evolved Gas Analysis – Análisis de gases de salida).

Características técnicas

Un equipo simultáneo TG-DTA acoplado a un espectrómetro de masas (MS). La combinación puede actuar en modo único o simultáneo, permitiendo la realización de ensayos (TG-DTA-EGA). Se trata de una TGA/STA 449 F5 Júpiter de la marca NETZSCH capaz de trabajar entre temperatura ambiente y 1500 °C. Cuenta con un cambiador de muestras de 20 posiciones y control automático de gases, así como la posibilidad de pretratamientos de las muestras en vacío. Este equipo se encuentra acoplado a un espectrómetro de masas cuadrupolar modelo Aeolos QMS 403 Quadro de la marca NETZSCH capaz de medir hasta 512 uma con elevada sensibilidad. La línea de transferencia e interfaz TGA- línea de transferencia se encuentra totalmente calefactada con posibilidad de alcanzar 300°C sin presencia de puntos fríos.