

REGLAMENTO DE CREACIÓN Y RÉGIMEN DE FUNCIONAMIENTO DE LA UNIDAD DE ESPECTROSCOPIA FOTOELECTRÓNICA (XPS) EN LOS SERVICIOS CENTRALES DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA DE LA UNIVERSIDAD DE CÁDIZ

Índice

PREÁMBULO

Artículo 1. Creación del Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica

Artículo 2. Funciones

Artículo 3. Responsable Científico

Artículo 4. Personal Técnico

Artículo 5. Usuarios

Artículo 6. Sesiones. Política de uso

Artículo 7. Tarifas

Disposición adicional primera. *Propuesta de tarifas para el ejercicio 2016*

Anexo I. Dotación instrumental inicial del Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica

Anexo II. Tarifas por el uso del equipamiento disponible en el Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica para el ejercicio 2016

PREÁMBULO

En 2004, la Universidad de Cádiz, dentro de su programa de inversiones en equipamiento científico de alto nivel, apoyó la propuesta de adquisición de un EQUIPO DE ANÁLISIS DE SUPERFICIES (XPS-AES-ISS). La propuesta fue financiada y tras los trámites necesarios de licitación y contratación, el equipo fue instalado en marzo de 2007 en las dependencias de los laboratorios de investigación del IMEYMAT, en la Facultad de Ciencias. Con la entrada en servicio de este equipo se marcaron dos objetivos fundamentales: por una parte, la verificación y puesta a punto de todas y cada una de las diferentes opciones de pre-tratamiento de muestras, y de estudios espectroscópicos que ofrece esta compleja instrumentación, recientemente complementadas con la instalación y puesta a punto de un accesorio para adquirir imagen paralela XPS (financiado por la Junta de Andalucía y fondos FEDER). Por otra parte, se completó la formación de personal científico altamente cualificado para operar el equipo. De esta forma actualmente el equipo está plenamente operativo y representa un potente dispositivo experimental para estudios de Análisis de Superficies, además de contar con un equipo científico plenamente capacitado para llevar a cabo los diversos tipos de estudios que permite el equipo.

Estas características hace que se reúnan todos los requisitos previos para la creación de un Servicio de Análisis de Superficies para la comunidad científica de la propia UCA, para el entorno industrial de nuestra Universidad, y, para centros de investigación académica e industrial de nuestra comunidad autónoma, de nuestro propio país, o de otros países.

Dada las características de este equipo en lo que respecta a la disponibilidad y coste, así como por el potencial uso, es necesario llevar a cabo dentro de los Servicios Centrales de Investigación Científica y Tecnológica (SC-ICYT) la creación del Servicio de Espectroscopía Fotelectrónica (XPS) que:

- regule la oferta de servicio y funcionamiento de los equipos
- regule la coordinación de las técnicas ofertadas
- regule la asignación del tiempo de uso del equipamiento.

Los procesos de regulación mencionados permitirán la implantación de una política de cobros tanto para el personal UCA como para aquella demanda externa que se pudiese producir. La puesta en marcha de un Servicio de estas características lleva consigo el nombramiento de un Responsable Científico y la asignación de personal técnico adecuado para la supervisión y gestión de las acciones indicadas.

Artículo 1. Creación del Servicio de Espectroscopía Fotelectrónica (XPS)

1. Se crea el Servicio de Espectroscopía Fotelectrónica (XPS) con la dotación instrumental inicial recogida en el Anexo I.
2. Este Servicio dependerá orgánica y funcionalmente de los Servicios Centrales de Investigación Científica y Tecnológica de la Universidad de Cádiz.

Artículo 2. Funciones

El Servicio de Espectroscopía Fotelectrónica prestará los siguientes servicios:

- Registro XPS de espectro general y análisis cualitativo y semi-cuantitativo de la composición de la superficie.

- Registro XPS detallado de los elementos que componen la superficie, solicitados por el usuario, y análisis semi-cuantitativo de su composición.
- Registro de imagen paralela de XPS para los elementos solicitados por el usuario.
- Registro de espectros AES generales o de áreas concretas.
- Registro de espectros ISS
- Tratamiento térmico en cámara catalítica previo al estudio de la superficies
- Realización de perfiles de profundidad mediante desbastado con iones Ar⁺
- Análisis ARXPS de la composición química en función del ángulo de incidencia de los rayos X que permite conocer la composición de las capas más superficiales.
- Generación de informe de resultados de dos tipos: análisis cualitativo de elementos en superficie a partir de espectro general, y análisis semi-cuantitativo a partir de espectro general o espectros detallados (a elegir por el usuario).
- Entrega de los espectros obtenidos convertidos a la norma ISO 14976 (formato VAMAS), para su posterior manipulación por el usuario.
- Cualquier otro que se le pueda asignar en relación con el Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica (XPS).

Artículo 3. Responsable Científico del Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica (XPS)

1. El Servicio de Espectroscopía Fotoelectrónica dispondrá de un Responsable Científico que será un experto en el área elegido entre el personal de la Universidad de Cádiz con vinculación permanente y adscrito a las áreas de conocimiento que llevan a cabo su labor investigadora en este Servicio.

2. El Responsable científico será nombrado por el Rector a propuesta del Vicerrector de Investigación oído el Director de los Servicios Centrales de Investigación Científica y Tecnológica.

3. Serán funciones del Responsable científico las siguientes:

- a) Definir el ámbito científico de actuación del Servicio.
- b) Prestar Asesoría científica a usuarios.
- c) Proponer programas de actuación y presupuesto.
- d) Supervisar las facturas y cargos emitidos desde la División y aquellos procedentes de proveedores.
- e) Regular la prestación de servicios.
- f) Aprobar los protocolos y normas de uso del equipamiento disponible en el Servicio teniendo en cuenta que éstas cumplan con las normas de seguridad adecuadas.
- g) Proponer la revisión de tarifas.
- h) Indicar las Indicación de prioridades en la adquisición de equipos así como realizar todas aquellas actividades relacionadas con la petición de nuevo equipamiento en convocatorias competitivas de infraestructura científica.
- i) Promover la formación de los técnicos.
- j) Evaluar periódicamente el funcionamiento del Servicio XPS y llevar a cabo las adecuaciones necesarias para una mejor operatividad del mismo.
- k) Vigilar que todos aquellos bienes y/o infraestructura adquiridos para el Servicio XPS estén disponibles.
- l) Resolver las situaciones no previstas.
- m) Cualquier otra prevista en la normativa de aplicación o que le asigne el Director de los Servicios Centrales dentro de su ámbito competencial.

Artículo 4. Personal Técnico del Servicio de Espectroscopía Foelectrónica

1. Serán funciones del personal técnico asignado al Servicio las siguientes:

- a) Prestar asesoría técnica a los usuarios.
- b) Gestionar y mantener informados a los usuarios de los trabajos pendientes de realizar.
- c) Realizar un histórico de todos los trabajos ya realizados.
- d) Insertar y actualizar solicitudes de trabajo así como revisar que la contratación del servicio se ha realizado a través de la aplicación informática de gestión de los SC-ICYT (LIMON).
- e) Atender los servicios requeridos por los usuarios a través de la herramienta informática habilitada en los SC-ICYT.
- f) Verificar el buen funcionamiento de los equipos del Servicio y avisar al Responsable Científico y/o Director del SC-ICYT de cualquier anomalía detectada.
- g) Registrar puntualmente todas las incidencias técnicas que tengan lugar en la instrumentación.
- h) Modificar la disponibilidad de dicha instrumentación en función de las incidencias técnicas e informar en tiempo real a todos los usuarios de dichas incidencias.
- i) Elaborar un registro pormenorizado del funcionamiento de todos y cada uno de los equipos y actividades asociadas a dichos equipos.
- j) Mantener un fichero actualizado de toda la documentación relacionada con las incidencias técnicas.
- k) Realizar, registrar e informar sobre las operaciones de mantenimiento realizadas.
- l) Seguir el sistema de gestión de calidad ISO 9001 implantado en los SC-ICYT.
- m) Atender la gestión y control de compras.
- n) Mantener contacto permanente con los usuarios de los servicios contratados, vía Tickets internos de la aplicación informática habilitada para ello.
- o) Realizar periódicamente una lista de necesidades de equipo y material de consumo, para entregársela al Responsable científico y a la Dirección de los SC-ICYT.
- p) Cualquier otra prevista en la normativa de aplicación o que le asigne el Director de los Servicios Centrales / Responsable científico del XPS dentro de su ámbito competencial.

2. El personal técnico podrá asistir a cursos de capacitación o actualización de las técnicas disponibles en el Servicio XPS. En este caso, la propuesta de formación deberá ir avalada por el Responsable Científico y la Dirección de los SC-ICYT.

Artículo 5. Usuarios

1. Será usuario todo aquel personal investigador que solicite de manera ocasional o periódica los servicios de la Unidad de XPS.

Se considera usuario interno al personal de la Universidad de Cádiz.

Se considera usuario externo al personal de otros organismos de investigación y a las personas y empresas que soliciten los servicios de la Unidad de XPS.

2. El usuario tendrá derecho a recibir la prestación de servicios ofertada por la Unidad de XPS, de todas sus ventajas técnicas así como del apoyo de personal técnico por el período de tiempo de su sesión.

3. Será responsabilidad del usuario:

- a) Solicitar los servicios a través de la plataforma informática LIMON o de aquella otra que se establezca para la gestión de los servicios ofertados.

- b) Cubrir en tiempo y forma el pago de los servicios solicitados y atendidos por el personal técnico del Servicio.
 - c) Respetar la reserva de tiempos de servicios solicitados por otros usuarios.
 - d) Llevar a cabo la cancelación de los servicios contratados a través del sistema LIMON dentro de las 24 horas anteriores a la misma. En caso de no cancelación, éstas serán contabilizadas como parte de los servicios solicitados en el proyecto de investigación correspondiente. La cancelación de servicios solicitados dentro de las 24 horas anteriores a la misma no pueden gestionarse a través del sistema LIMON y los usuarios que así lo deseen deberán informar al personal técnico del XPS o Director de los SC-ICYT para su cancelación.
 - e) Recoger las muestras resultantes de los servicios solicitados.
4. Cuando el Servicio XPS cancele servicios por causas de fuerza mayor, éstas serán reprogramadas a la mayor brevedad posible de mutuo acuerdo entre el usuario y el Servicio.
 5. En todos los productos de investigación derivados de la asesoría y apoyo del personal del Servicio XPS, se deberán incluir los agradecimientos correspondientes.

Artículo 6.- Política de uso

1. La política de uso de cada equipo será evaluada por el Servicio XPS y los SC-ICYT tomando en cuenta la demanda de usuarios internos y externos que presente cada instrumento.
2. El usuario solicitará los servicios de XPS a través del grupo de investigación al que esté adscrito en el caso de usuarios internos, o a través de la empresa a la que pertenezca en el caso de usuarios externos. La solicitud se realizará a través de la de la plataforma informática LIMON o de aquella que se establezca para la gestión de los servicios ofertados.
3. En caso de necesidad de almacenar información, son los usuarios los que deben suministrar el medio de almacenamiento.
4. Queda estrictamente prohibido el uso de las instalaciones de este Servicio para actividades diferentes al desarrollo de proyectos de investigación y servicios, sin la autorización previa del Responsable Científico y la Dirección de los SC-ICYT. En caso necesario, el Servicio XPS y los SC-ICYT, de común acuerdo con el solicitante, podrán determinar las fechas y horarios en las que desarrollar otras actividades y que éstas no afecten de manera significativa a las actividades cotidianas de este Servicio.

Artículo 7.- Tarifas

1. Las tarifas por el uso del Servicio de Espectroscopía Foelectrónica serán las que establezca el Consejo Social de la Universidad de Cádiz a propuesta del Consejo de Gobierno, pudiendo actualizarse o fijarse en los Presupuestos de la Universidad de Cádiz para la anualidad en que hayan de surtir efecto.
2. Las tarifas se establecerán en función del origen del encargo que dé lugar al uso del equipamiento del Servicio de Espectroscopía Foelectrónica.
3. Los recursos obtenidos por estos conceptos se destinarán a la adquisición de consumibles, al pago de los servicios de mantenimiento y a la actualización de los equipos.

Disposición adicional primera. Propuesta de tarifas para el ejercicio 2016

Las tarifas propuestas para el ejercicio 2016 se incluyen en el Anexo II, sin perjuicio de su definitiva aprobación por el Consejo Social de la Universidad de Cádiz.

ANEXO I. DOTACIÓN INSTRUMENTAL INICIAL DEL SERVICIO DE ESPECTROSCOPIA FOTOELECTRONICA (XPS)

EQUIPO XPS, modelo Axis Ultra^{DLD} (Kratos Analytical Ltd.), con las siguientes características:

- Sistema de vacío:
 - Cámara de análisis de acero inoxidable de gran tamaño, con capa doble de mu-metal para apantallar campos magnéticos.
 - Bomba iónica de 260 L/s
 - Cámara de introducción/tratamiento de muestras: con varios puertos de visión, sistema de almacenamiento de muestras que permite almacenar bajo ultra-alto vacío hasta 5 portamuestras individuales, o hasta 2 barras multi-muestras
 - Bomba turbomolecular de 250 L/s
 - Bomba de sublimación de titanio “cryopanel” de 600-1000 L/s
- Fuentes de rayos X:
 - Monocromador Al K α de alta potencia (Rowland 500 mm). Optimizado para alta resolución en energía (aproximadamente el ancho de línea, FWHM, de Al K α es de 0.2 eV)
 - Fuente no monocromática, con doble ánodo Al K α y Mg K α , con una potencia de 450 W
- Sistema analizador de electrones para XPS/AES:
 - Analizador de energía de sector hemisférico (HSA) de gran tamaño (165 mm de radio). Capaz de trabajar en modo FAT (Fixed Analyzer Transmission) para XPS y en modo retardo (Fixed Retard Ratio) para espectroscopía Auger.
 - Analizador de energía con espejo esférico (SMA) con ranura de entrada del analizador automática para obtención de imagen paralela de XPS con una resolución espacial final de menos de 5 μ m.
 - Kit para espectroscopía ISS: el analizador de energía de electrones es capaz de determinar energía de iones usados para espectroscopía ISS
 - Lentes de transferencia electrostática y lentes de inmersión magnética, con muy baja aberración esférica
 - Neutralizador de carga integral, acoplado con el sistema de lentes magnéticas, que permite neutralizar automáticamente la carga generada en un amplio rango de muestras aislantes
 - Sistema de detección de electrones consistente en un montaje triple de detectores Channelplates para incremento de la ganancia, y un sistema de línea de retardo (Delay Line Detector, DLD) en dos dimensiones, equivalente a un sistema de 128 canales para espectroscopía.
- Sistema manual para trabajar en modo de área selecta, definida por aperturas. Permite trabajar definiendo áreas de 110, 55, 27 y 15 μ m.
- Automatización:
 - Manipulador de muestras completamente controlado por software, con posibilidad de grabar posiciones para el análisis automático de un número elevado de muestras.
- Cañón de iones Minibeam I
 - Permite obtener una corriente de iones estable y de alta densidad, con un haz de iones de diámetro variable.
 - Posibilidad de generar iones Ar⁺ y He⁺
 - La utilización para desbastado iónico (etching) permite realizar limpiezas de superficies contaminadas antes del análisis, o bien eliminación de capas superficiales del material para realizar perfiles en profundidad (Depth Profiling)
 - La utilización como sistema analítico permite generar iones para realizar estudios de ISS
- Cañón de electrones de altas prestaciones
 - Cañón de emisión de campo Schottky, de 10 kV con un diámetro de haz de 100 nm
 - Capacidad de realizar SEM, AES y SAM
 - Dispone de un sistema de bomba iónica para asegurar unos niveles óptimos de vacío en la zona del emisor
 - Detector de electrones secundarios para imagen SEM

- Tratamientos térmicos *in situ*:
 - Cámara “catalítica”, con bombeo independiente, que permite tratamientos en los siguientes rangos de condiciones:
 - Temperatura desde ambiente hasta 1000°C (a 1 atm)
 - Presiones desde ultra-alto vacío hasta 6 bar
 - Gases inertes (N₂, He, Ar), o reactivos (O₂, CO, H₂, CO₂, CH₄)
 - Accesorio para calentamiento/enfriamiento de muestras en la cámara de análisis. Permite calentar y enfriar muestras montadas en soportes individuales de 15 mm, durante el análisis y siempre bajo UHV o bajo una presión residual de hasta 10⁻⁷ Torr. Las muestras se pueden calentar hasta 600°C mediante una resistencia eléctrica, o enfriadas hasta -150°C mediante la introducción de N₂ líquido desde un contenedor Dewar externo.

ANEXO II. TARIFAS POR EL USO DEL SERVICIO DE ESPECTROSCOPIA FOTOELECTRONICA (XPS)

CONCEPTO		A	B	C
Hora de uso XPS		15	25	50
Sesión XPS		60	115	230
Jornada completa XPS		120	230	460
Emisión de informes (por muestra)	Determinación cuantitativa de elementos	10	15	20
	Determinación semi-cuantitativa de composición superficial	25	40	60
Cámara catalítica, uso de iones Ar ⁺ , etc (hora de uso)		10	15	30
Utilización de otras técnicas (ISS, AES, SEM) y tratamientos/medidas especiales (depth profiling, preparaciones especiales, etc)		Consultar condiciones		

Se

aplicará la tarifa A cuando el origen del encargo que dé lugar al uso del Servicio sean grupos o proyectos de investigación de la Universidad de Cádiz.

Se aplicará la tarifa B cuando el origen del encargo que dé lugar al uso del Servicio sean otros organismos públicos de investigación.

Se aplicará la tarifa C para el resto de usuarios.