

# Estudio Morfológico de Polímeros por medio de Luz Sincrotrón

T. A. Ezquerro



Instituto de Estructura de la Materia, CSIC  
Serrano 119, Madrid 28006,  
Spain

Escuela en Ciencia e Ingeniería de Materiales  
( 27 de junio al 1 de julio, 2005 ) , México D.C.

## Estudio de morfología de polímeros por medio de sincrotrón de rayos X y métodos combinados con él

### Introducción a la luz de sincrotrón

- a. Naturaleza de la luz sincrotrón
- b. Fuentes de radiación sincrotrón e instrumentación
  - i. Anillos de almacenamiento: Parámetros físicos
  - ii. Imanes
  - iii. Dispositivos de inserción
  - iv. Componentes ópticos: Espejos, Monocromadores
  - v. Detectores
- c. Fuentes de radiación sincrotrón en el mundo

## Bibliografía

1. Introducción a la Física del Estado Sólido, C. Kittel, Ed. Reverté
2. Introduction to Solid State Physics, C. Kittel, John Wiley & Sons
3. Condensed Matter Physics, G. Strobl, Springer.
4. X-Ray Scattering of Synthetic Polymers, F.J. Baltá-Calleja, C.G. Vonk, Elsevier
5. The Physics of Polymers, G. Strobl, Springer
6. Scattering from Polymers, P. Cebe, B.S. Hsiao, D.J. Lohse Ed.,  
ACS Symposium Series 739.
6. Introduction to Synchrotron Radiation, G. Margaritondo, Oxford University Press
7. Synchrotron Radiation, H. Wiedemann, Springer.
8. X-ray Data Booklet ( <http://xdb.lbl.gov/> )
9. Synchrotron Light to explore matter, ISBN 3-540-14888-4  
© Copyright IMediaSoft® (Bucharest and Meylan), ESRF (Grenoble)  
and Springer-Verlag (Berlin, Heidelberg) 2001.

## Rayos X : Notas históricas

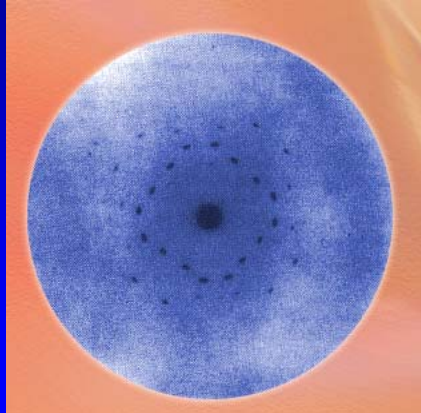


- **1895.** Röntgen. Descubrimiento de los rayos X

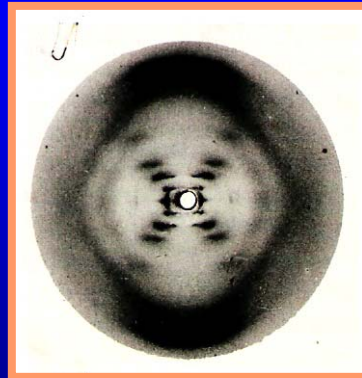


## Rayos X : Notas históricas

- 1912.** Von Laue. Descubrimiento de la difracción de los rayos X



- 1913.** Bragg (William Henry & William Lawrence) desarrollo de la cristalografía.
- 1952.ADN.** Rosalind Franklin ( Premio Nobel Watson&Crick)



## Rayos X : Notas históricas

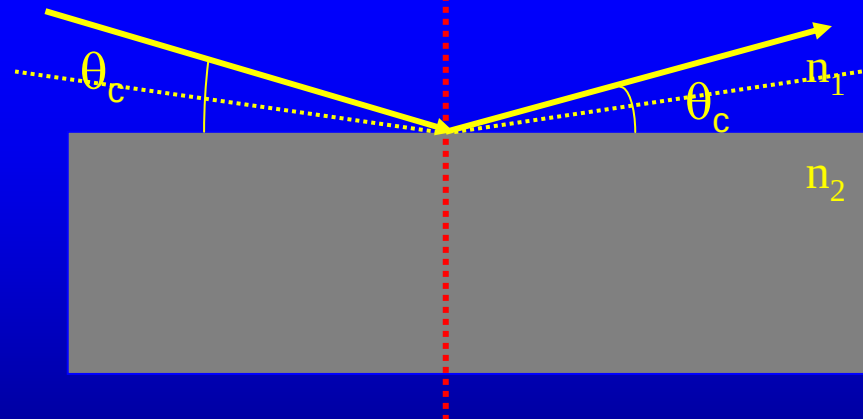
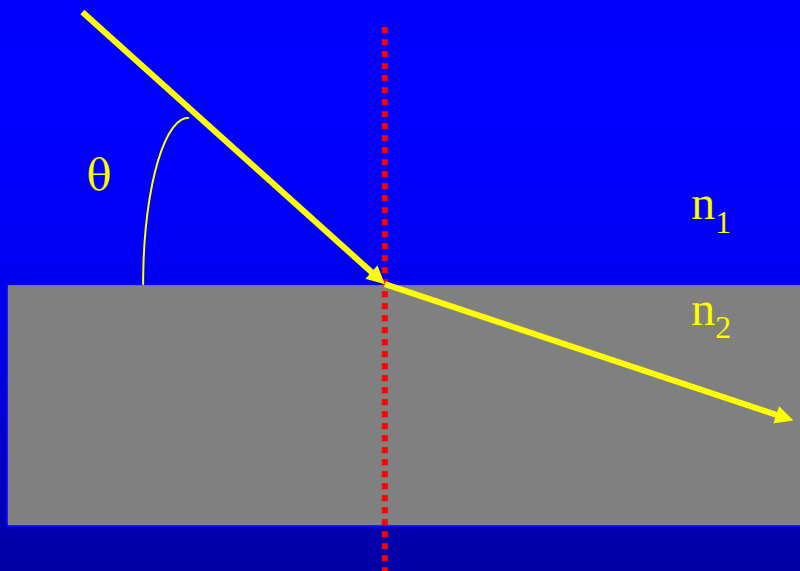
### Premios Nobel relacionados con los rayos-X

- 1901. W.C. Röntgen
- 1914. M. von Laue
- 1915. W.H. Bragg & W.L. Bragg
- 1917. C.G. Barkla
- 1924. K.M.G. Siegbahn
- 1927. A.H. Compton
- 1936. P.J.W. Debye
- 1946. H.J. Muller
- 1954. L.C. Pauling
- 1962. M.F. Perutz & J.C. Kendrew
- 1964. D.C. Hodgkin
- 1979. A.M. Cormack & G.N. Hounsfield
- 1981. K.M. Siegbahn
- 1985. H.A. Hauptman & J. Karle
- 1988. J. Deisenhofer & H. Michel

## Luz : interacción con la materia

Al interaccionar con la materia, la luz sufre:

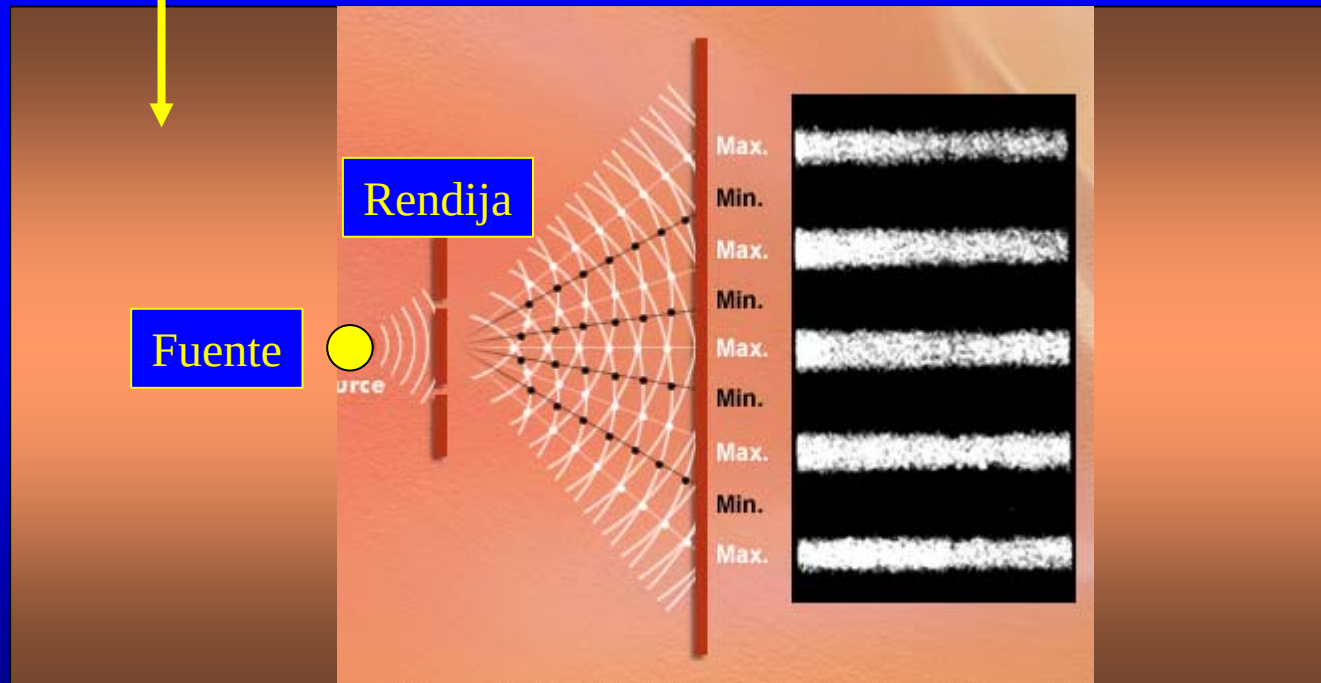
- Absorción
- Refracción
- Reflexión
- Difracción



## Luz : interacción con la materia

Al interaccionar con la materia, la luz sufre:

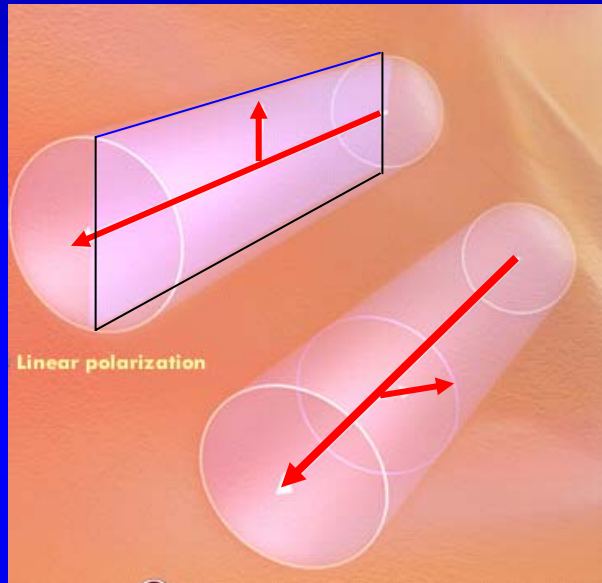
- Absorción
- Refracción
- Reflexión
- **Difracción**





## Luz : Polarización

Polarización Lineal



Polarización Circular

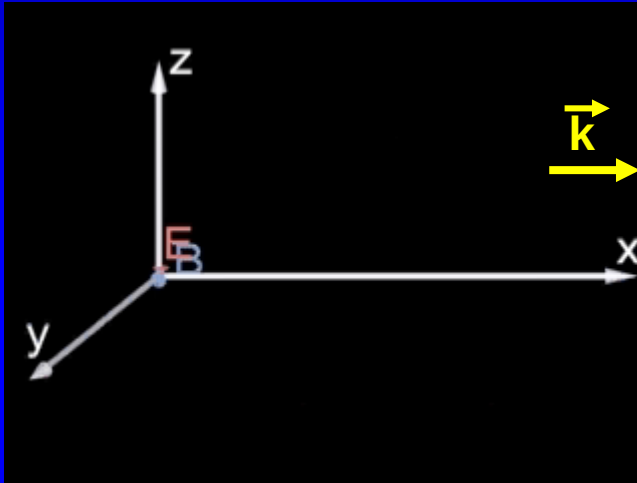
## Luz : monocromaticidad



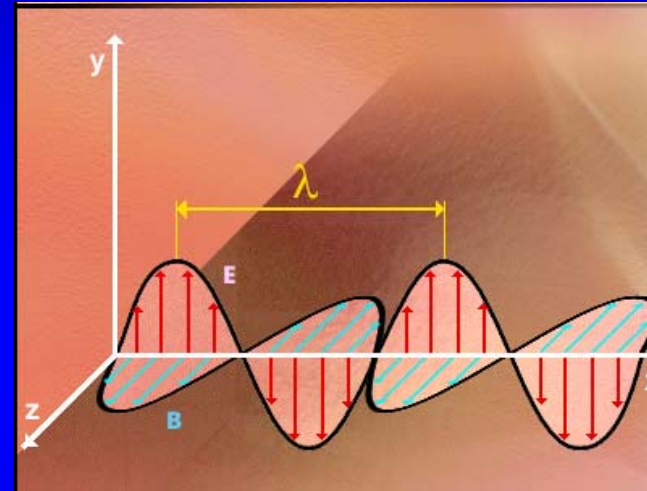
## Luz : onda electromagnética

Una onda electromagnética  $\Phi$  es una solución de la ecuación de Helmholtz

$$\nabla^2 \Phi - v^2 (\partial^2 \Phi / \partial^2 t) = 0$$



$$E(r,t) = E_0 \exp(i[kr - \omega t])$$

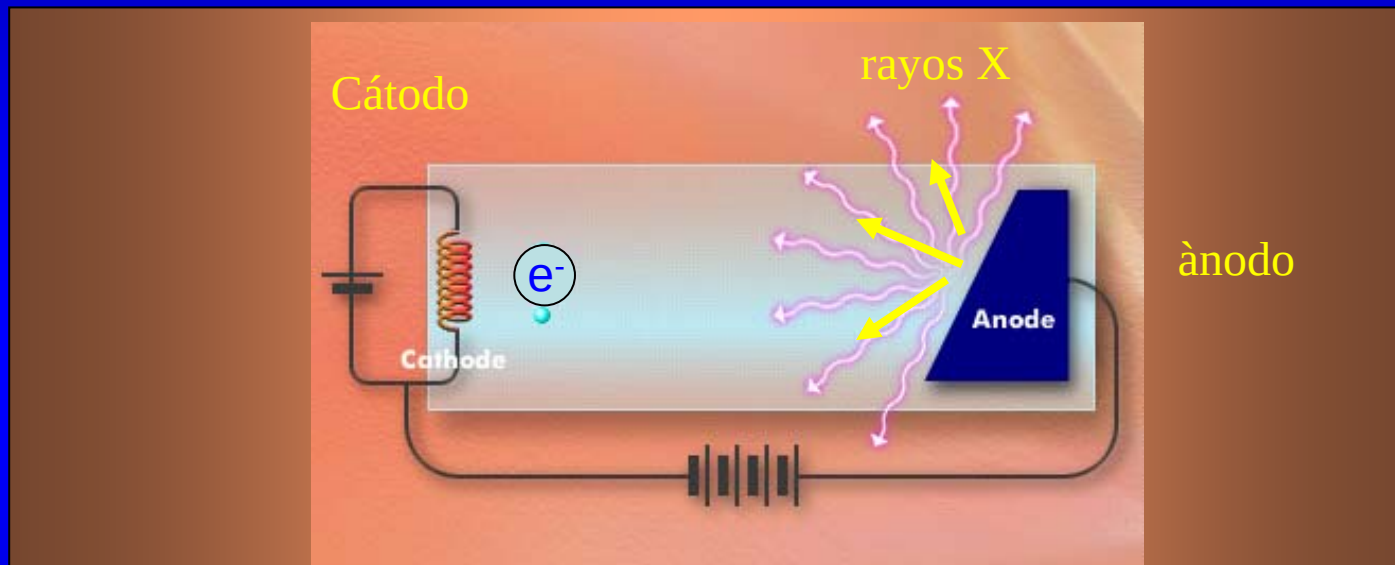


$$\begin{aligned} E &= h\nu & h &= 6.63 \times 10^{-34} \text{ Js} \\ \omega &= 2\pi\nu & k &= 2\pi/\lambda = \omega/v \end{aligned}$$

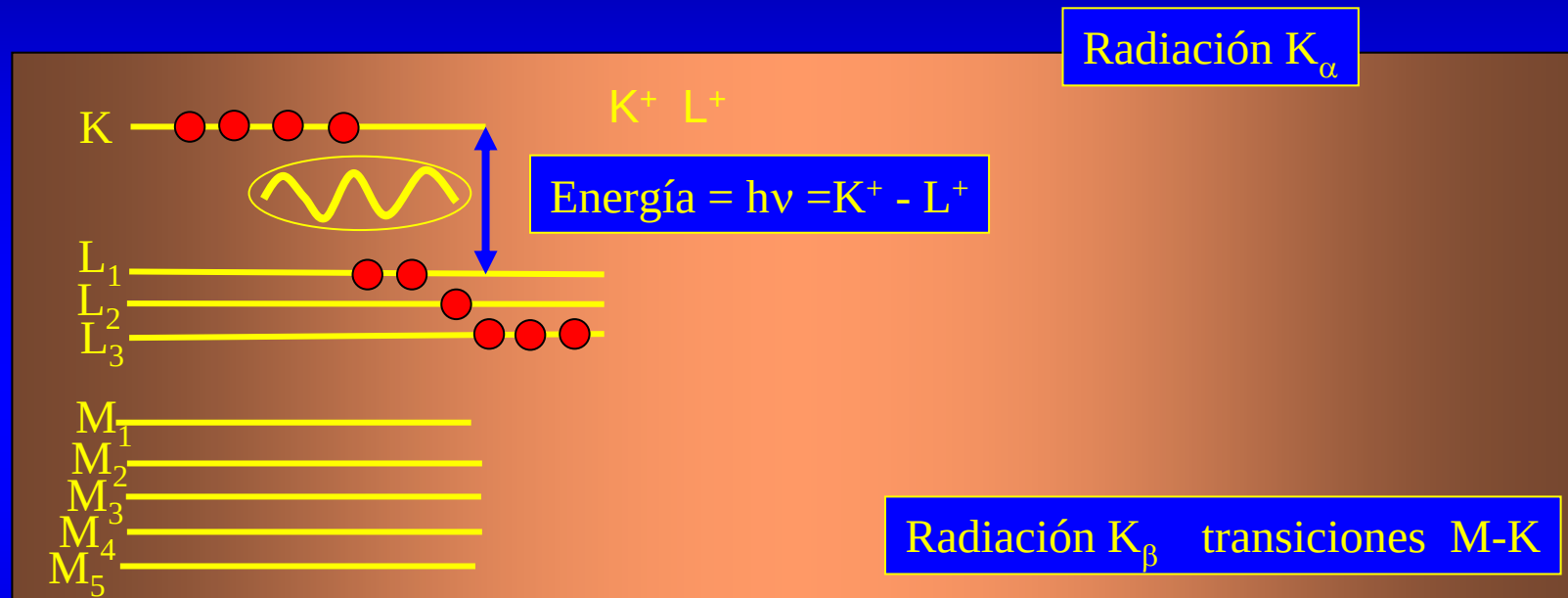
$$E \text{ (keV)} = 1.24 / \lambda \text{ (nm)}$$

$$\text{Cobre (K}\alpha\text{)} = 8.05 \text{ keV} \quad , \quad \lambda = 0.154 \text{ nm}$$

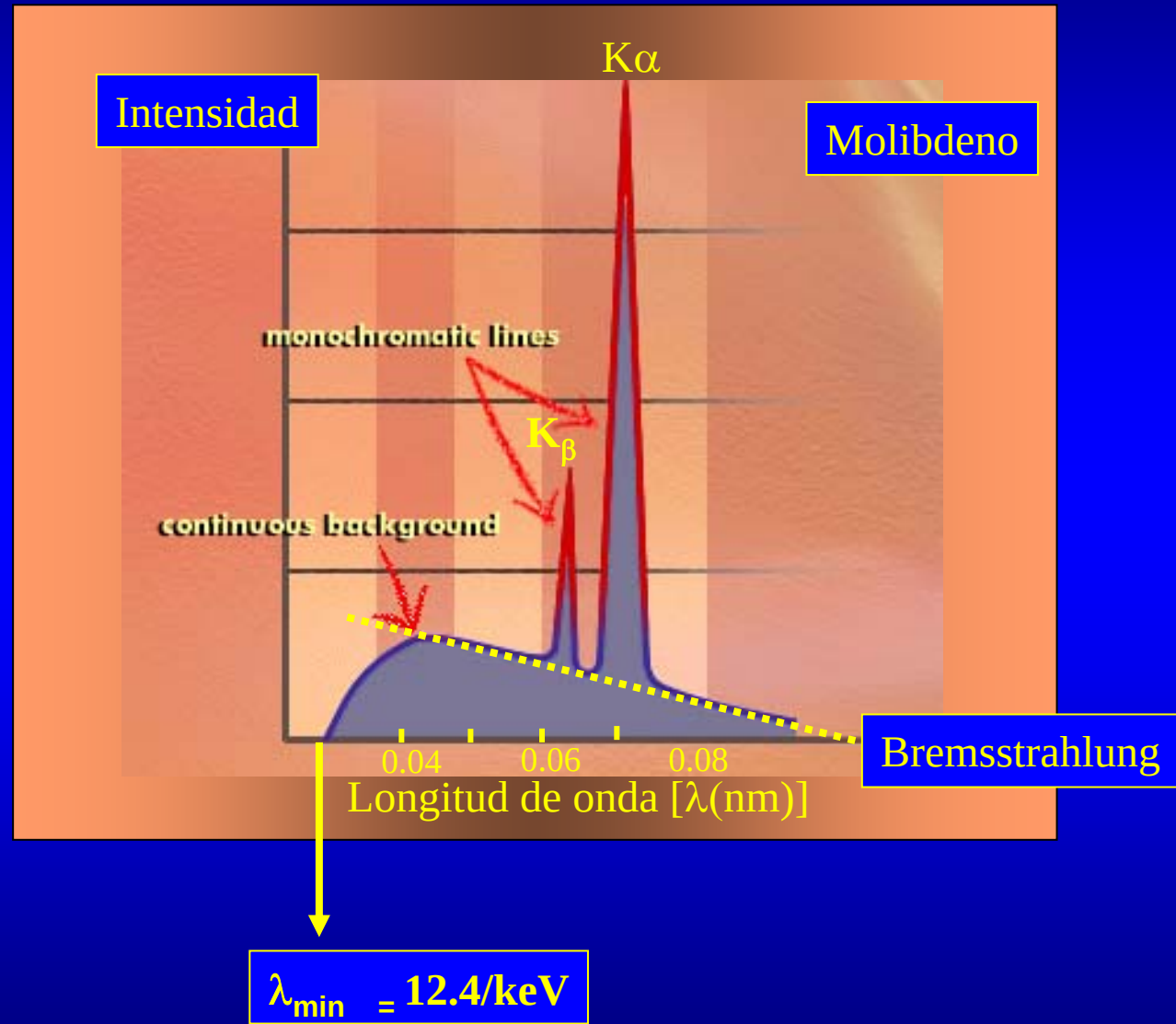
## Producción de Rayos X : generadores



## Producción de Rayos X : generadores

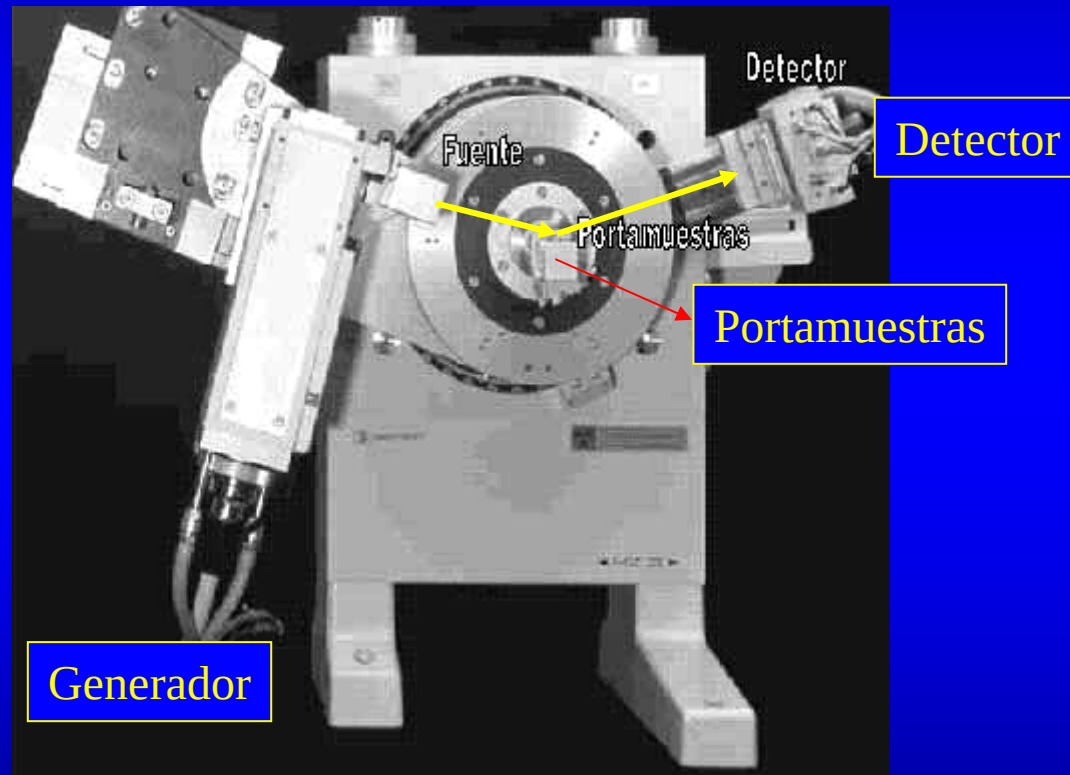


## Producción de Rayos X : Espectro



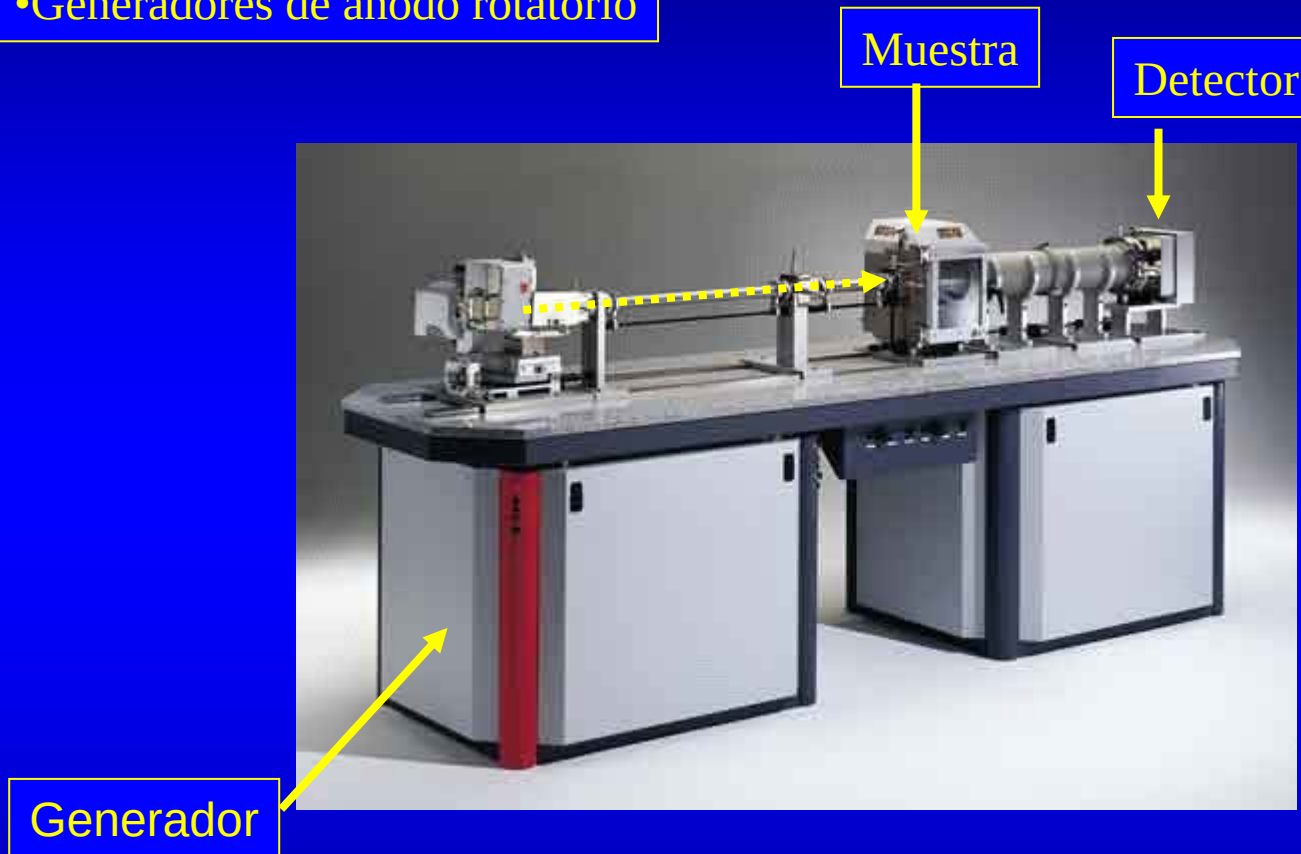
## Producción de Rayos X : generadores

- Generadores de tubo
- Generadores de ánodo rotatorio



## Producción de Rayos X : generadores

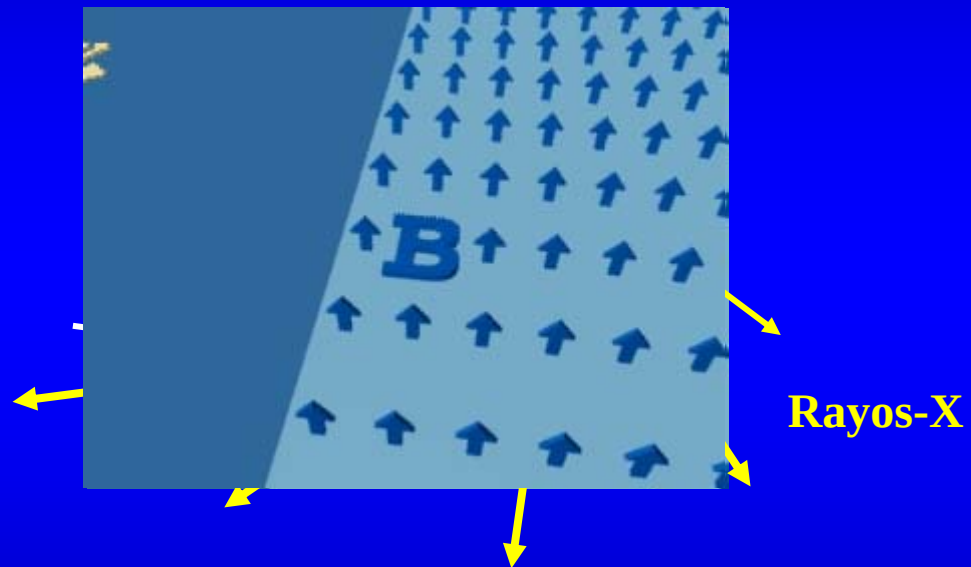
- Generadores de ánodo rotatorio





## Producción de Rayos X : Sincrotrones

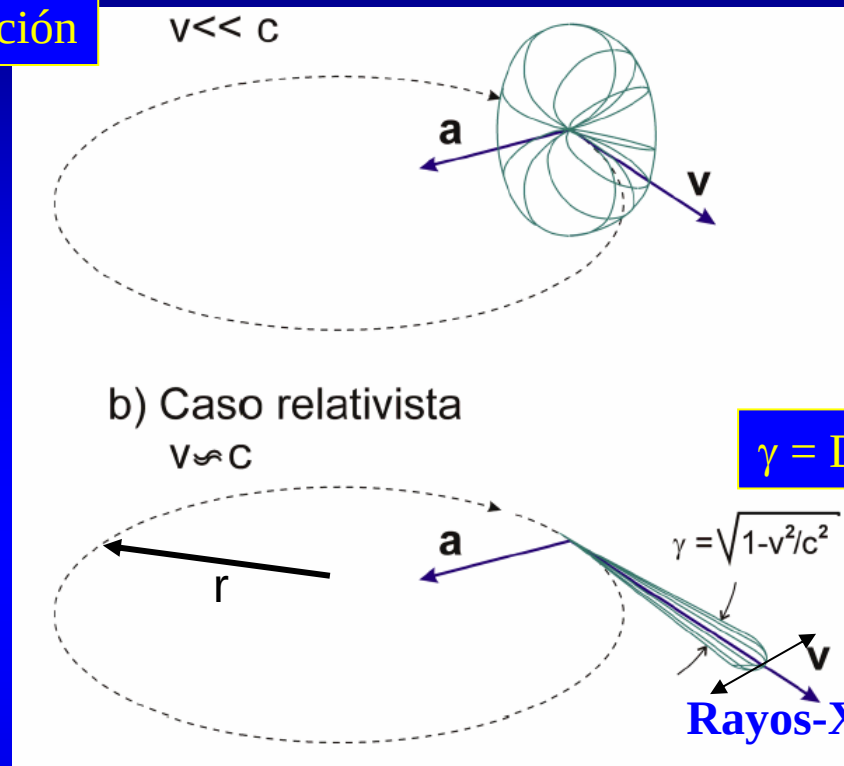
- 1947. Luz Sincrotrón : es la emisión de ondas electromagnéticas por partículas aceleradas a velocidades próximas a la de la luz.



$$\text{Fuerza de Lorentz } \mathbf{F} = q \cdot \mathbf{E} + q \cdot (\mathbf{v} \times \mathbf{B})$$

## Producción de Rayos X : Sincrotrones

### Emisión de radiación

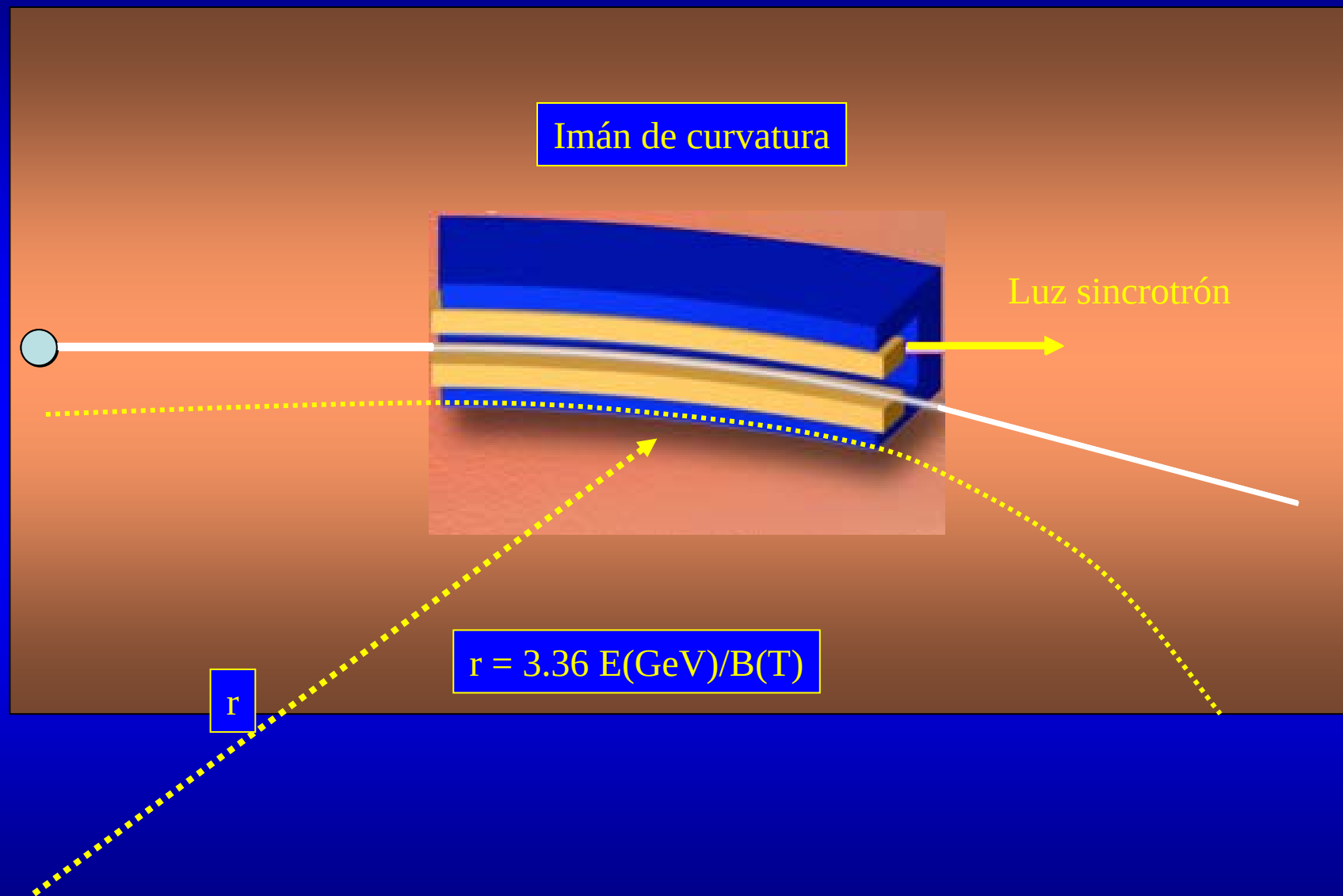


$$\gamma = E/m_0 c^2$$

$\gamma = \text{Divergencia del haz}$

- Divergencia  $\gamma$  :
- Potencia irradiada:  $P_\gamma = C \cdot B^2 \cdot E_n^2 = C' \cdot E^4/r^2$
- Energía de la partícula:  $E_n$
- Flujo : Número de fotones por segundo

## Luz Sincrotrón: Imanes de curvatura



## Producción de Rayos X : Sincrotrones

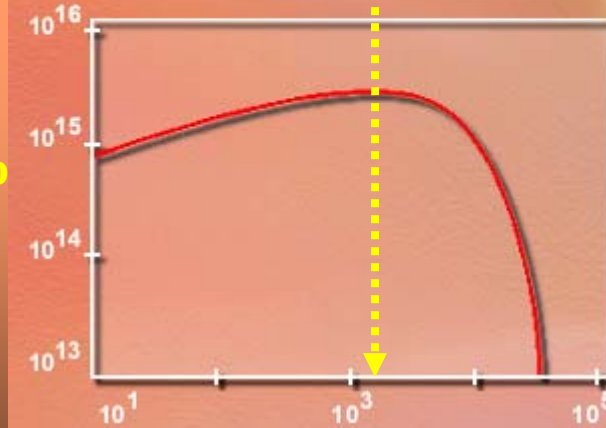
**Brillo:** número de fotones • por segundo

- por unidad de area
- por unidad de ángulo sólido
- en 0.1 % del rango espectral

Energía crítica

$$E_c = C_c \cdot E^3/r$$

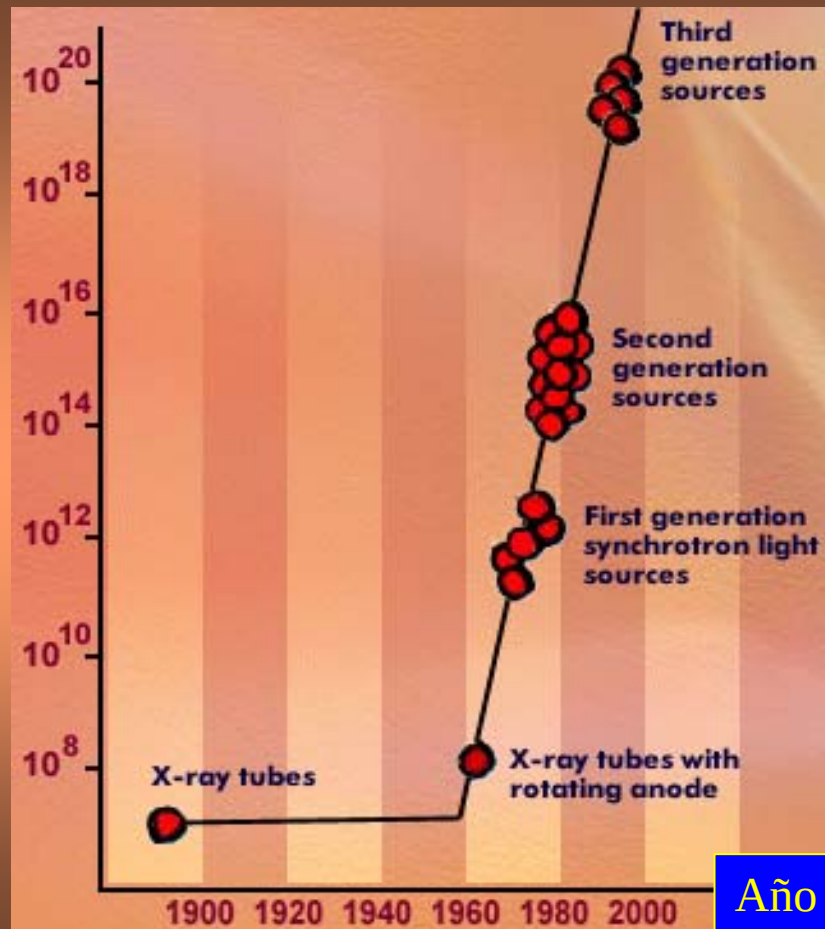
Brillo



Energía (keV)

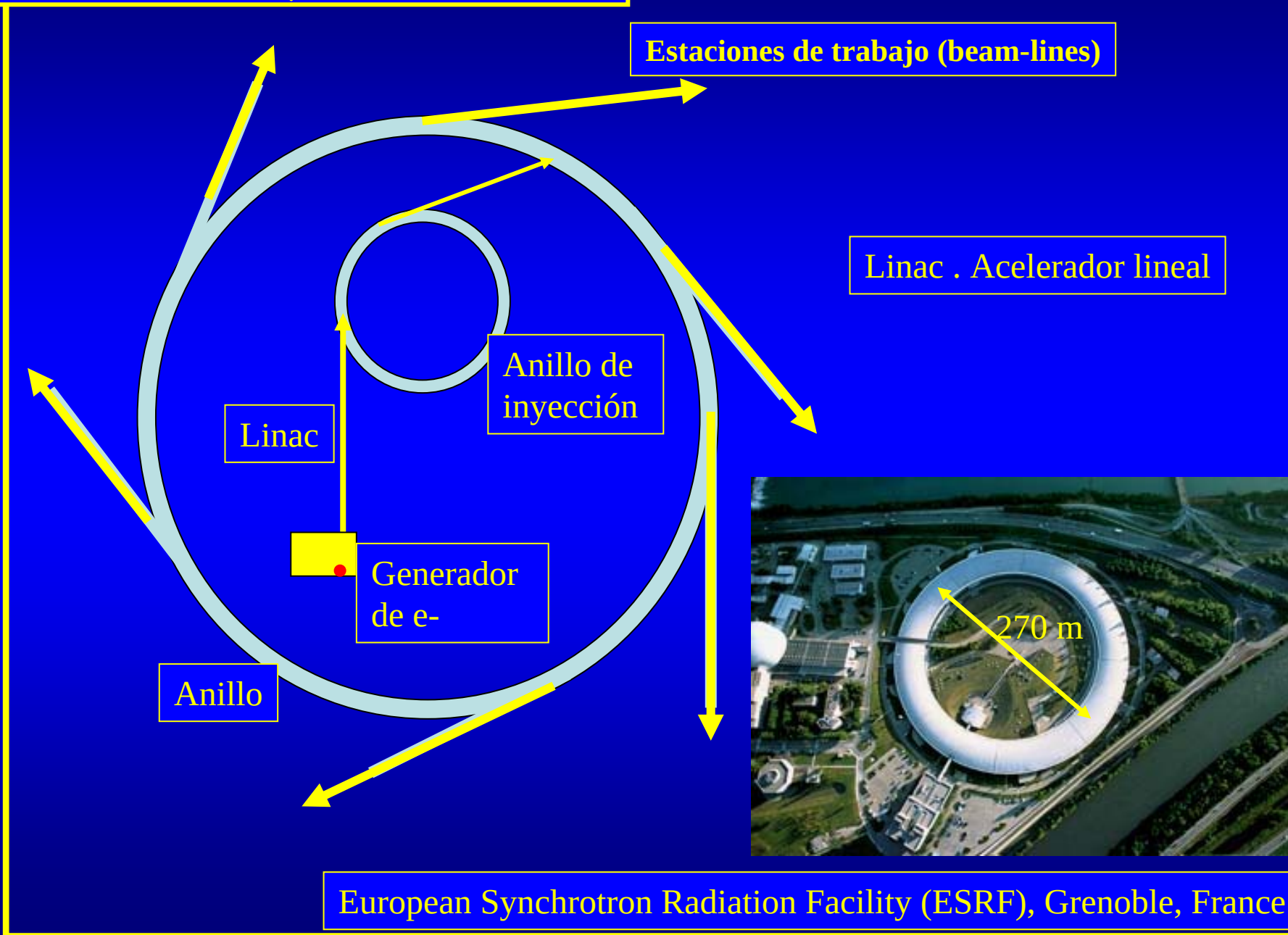
## Producción de Rayos X : Brillo

Brillo



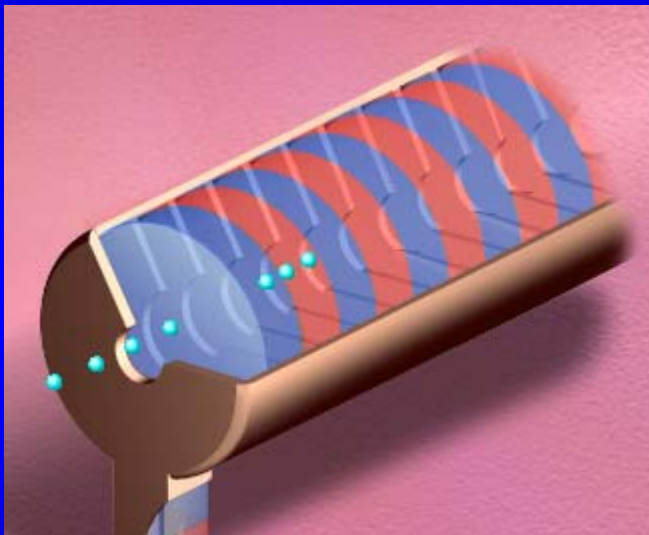
Año

## Producción de Rayos X : Sincrotrones



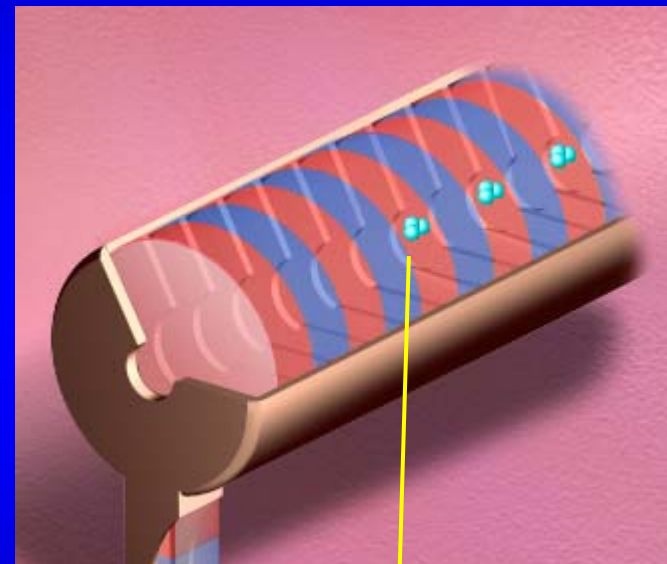
## Sincrotrones : Cavidades de Microondas

- Debido a la emisión de rayos X los electrones pierden energía.  
**Cavidades de Microondas**



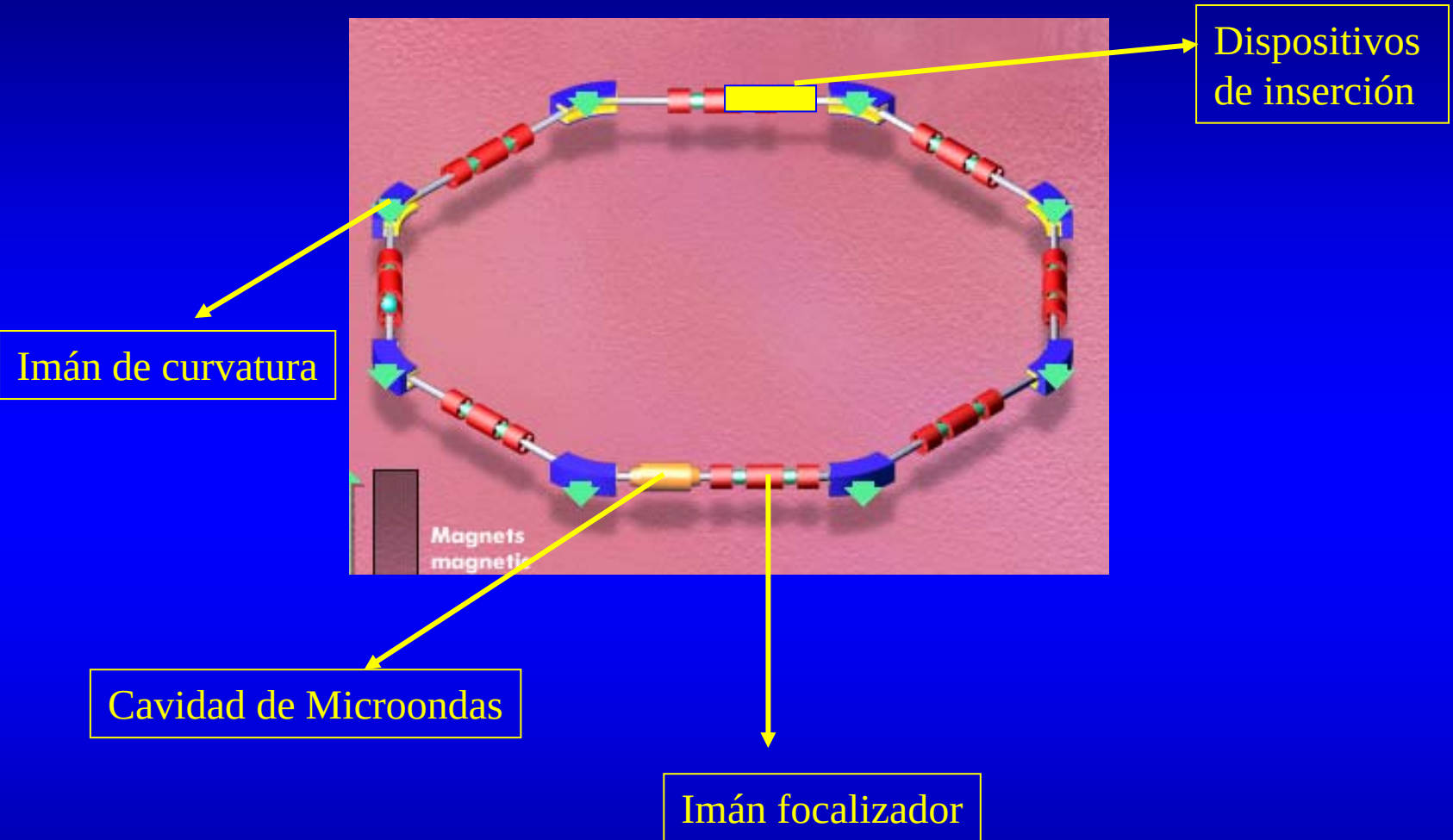
Campo de microondas

- Esta energía se compensa



Se forman paquetes (bunches)

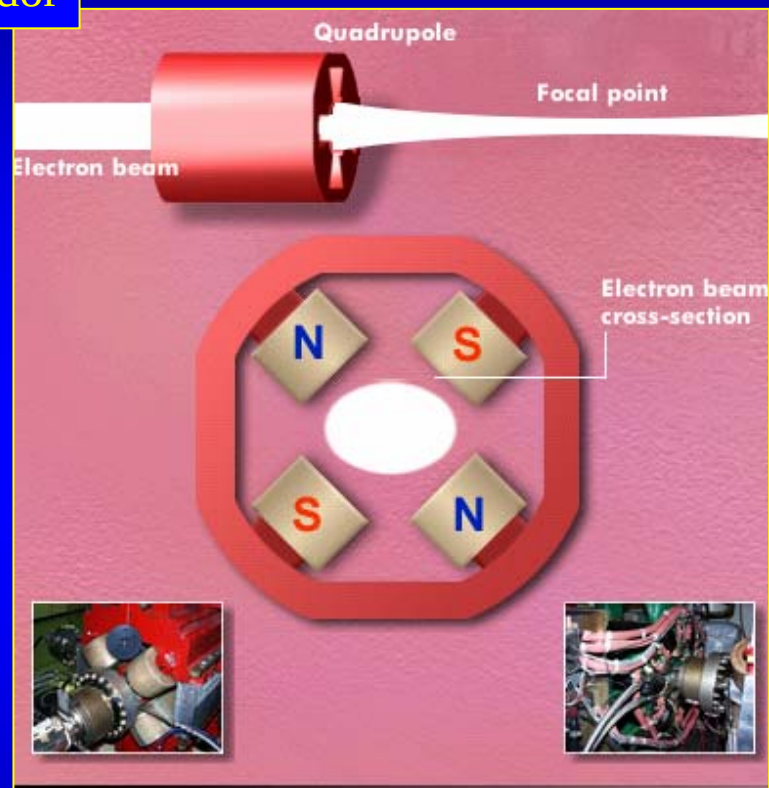
## Producción de Rayos X : Sincrotrones



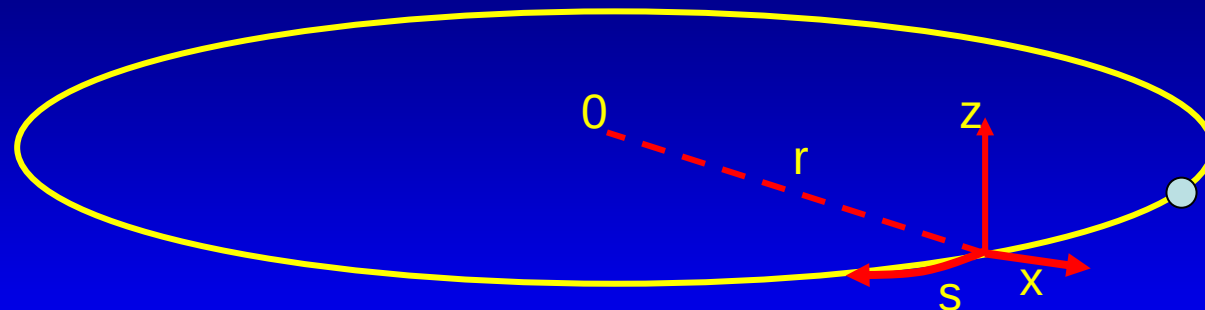


## Sincrotrones : Imán Focalizador

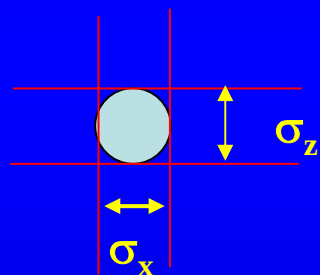
### Imán focalizador



## Tamaño del haz

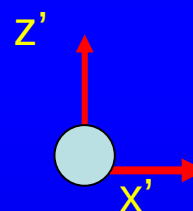


### Tamaño del haz “espacial”



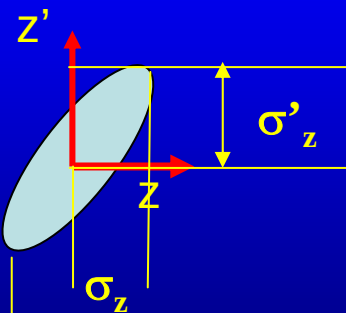
$(x, y, x', z')$

### Tamaño del haz “angular”



$$x' = dx/ds$$

$$z' = dz/ds$$

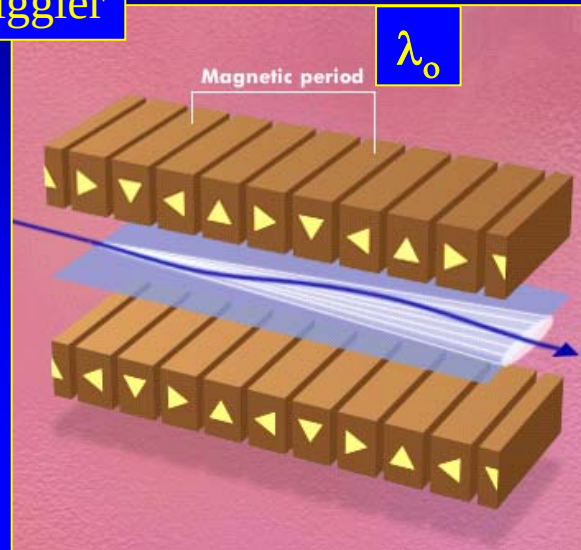


Area

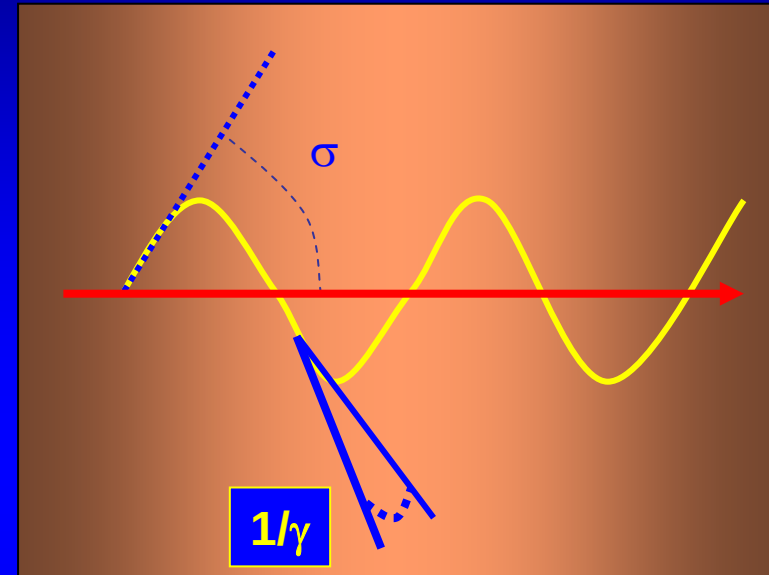
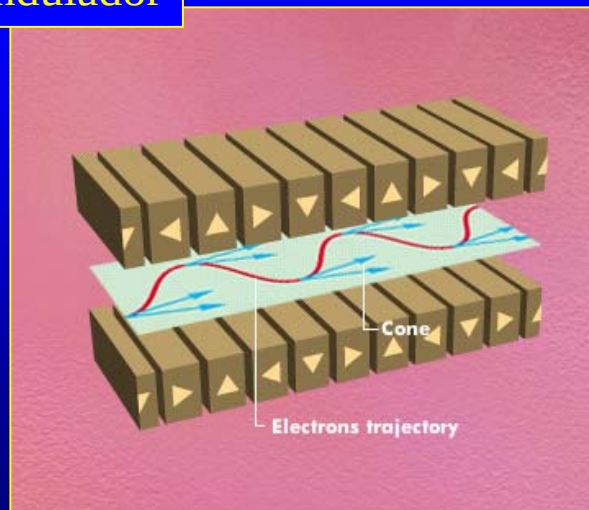
Emitancia (radianes · metros)

## Sincrotrones: Dispositivo de inserción

Imán tipo Wiggler



Imán tipo Ondulador



$$K = \sigma \cdot \gamma = 0.934 B(T) \lambda_o(cm)$$

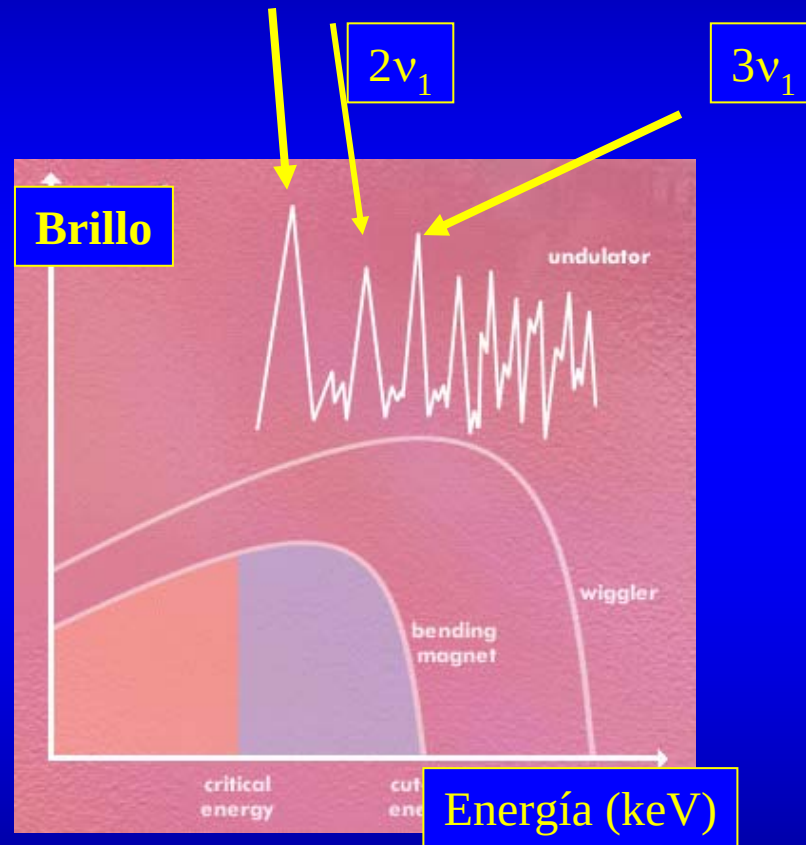
$$\sigma < 1/\gamma \quad K < 1 \quad \text{Ondulador}$$

$$\sigma > 1/\gamma \quad K > 1 \quad \text{Wiggler}$$

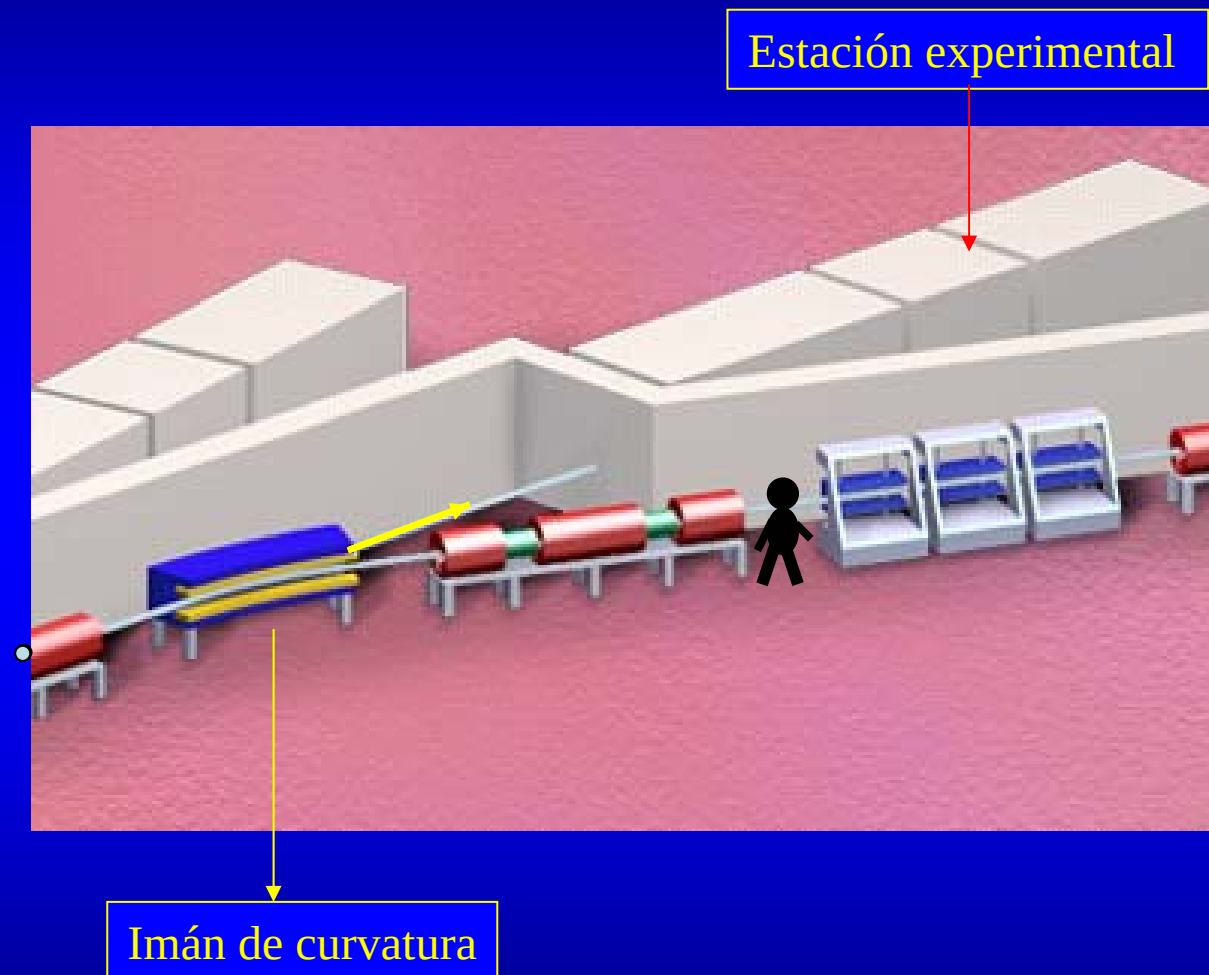
## Sincrotrones: Dispositivo de inserción

$$\nu_1 = (2\gamma^2/\lambda_0)(1 + K^2/2 + \gamma^2\theta^2)^{-1}$$

$$K = 0.934 B(T) \lambda_0(\text{cm})$$

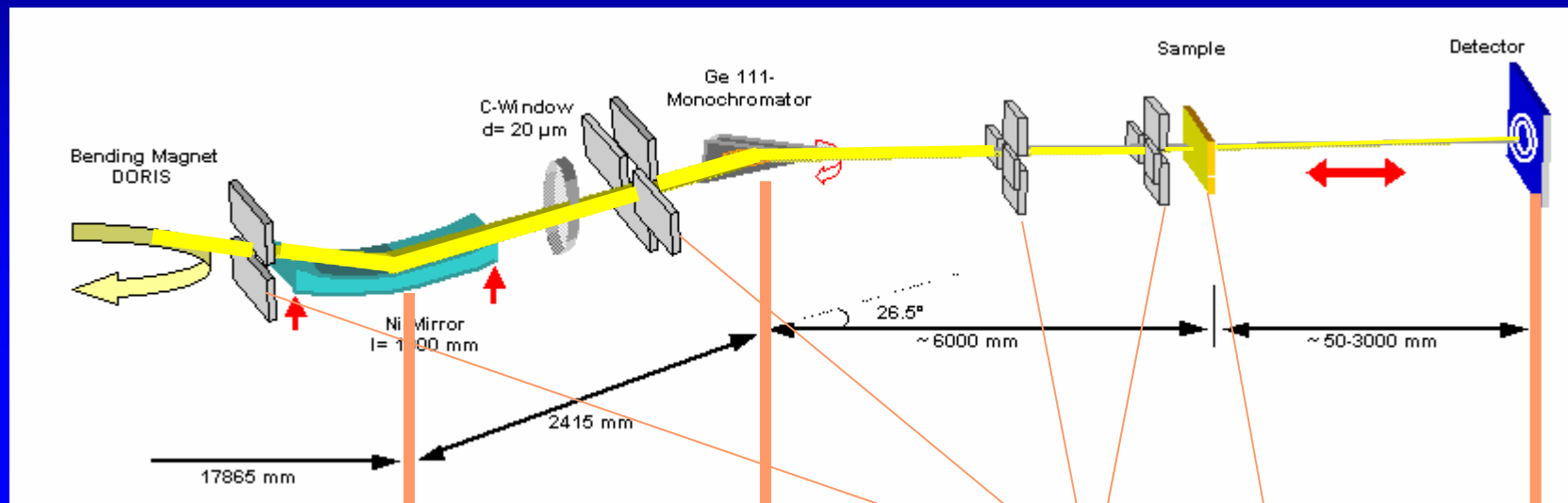


## Luz Sincrotrón: Estaciones Experimentales (Beam lines)



## Sincrotrones: Estaciones experimentales

A2, Hamburg Synchrotron Laboratory (HASYLAB), DESY, Hamburgo, Alemania



Espejo

Monocromador

Rendijas

Muestra

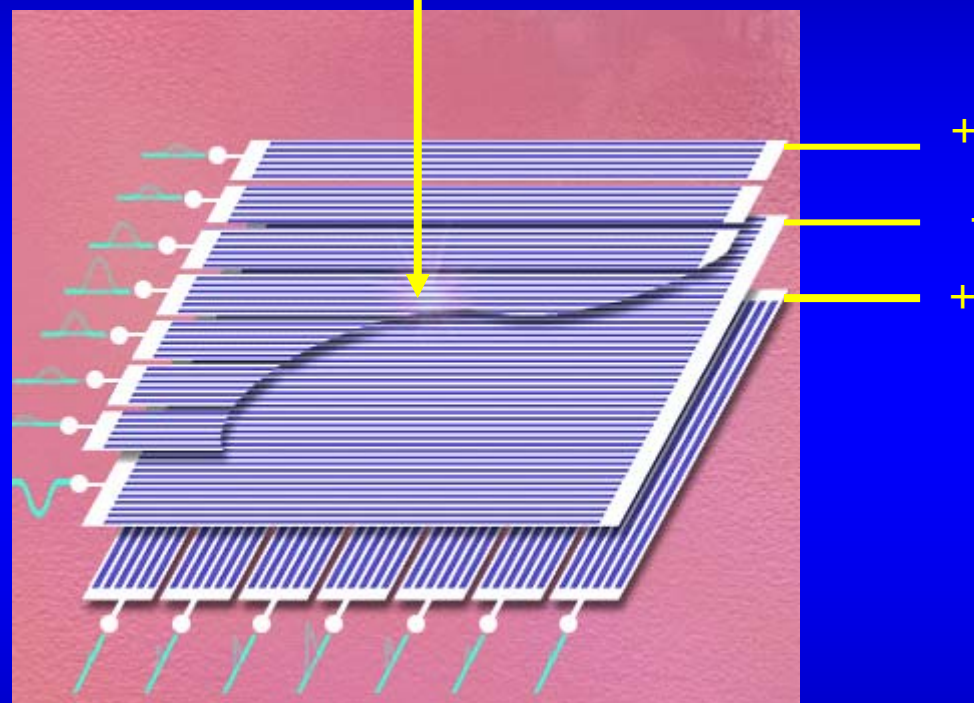
Detector

## Estaciones experimentales :detectores

- **Rango Dinámico:** capacidad para medir señales intensas y débiles  
Relación entre la máxima intensidad detectable y la señal de ruido.
- **Resolución espacial:** Capacidad para detectar señales en puntos espaciales diferentes
- **Resolución temporal:** Capacidad para resolver entre eventos separados en tiempo

- Detectores de gas
- Cámaras CCD
- Image Plates

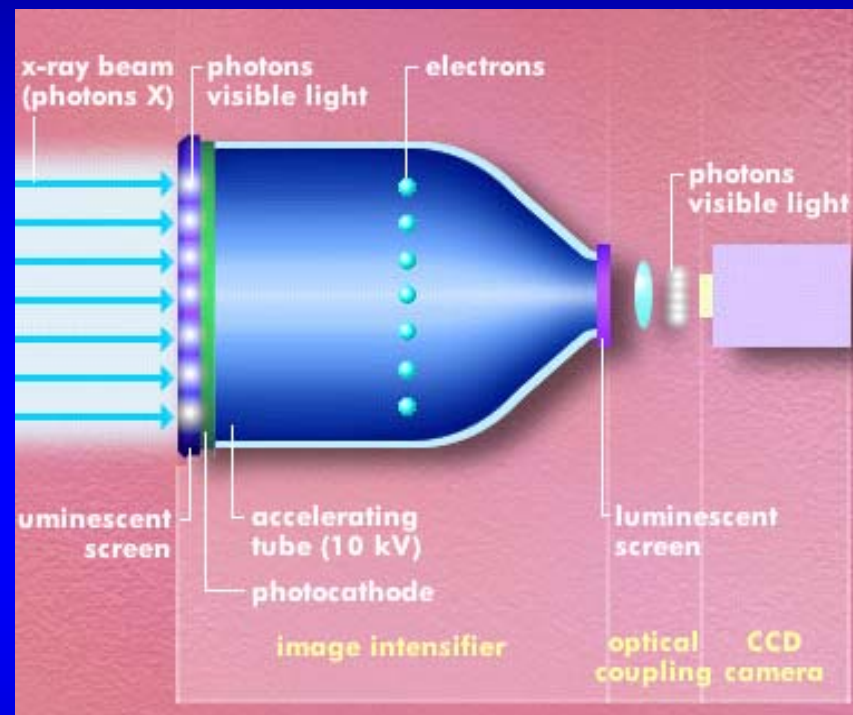
## Detectores de gas





## Cámara CCD

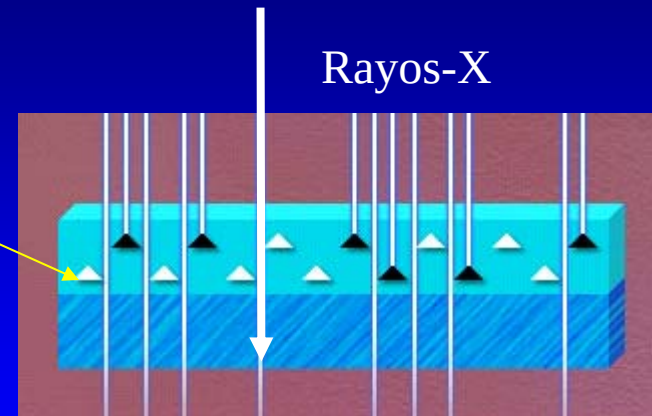
### CCD: Charge Coupling Device



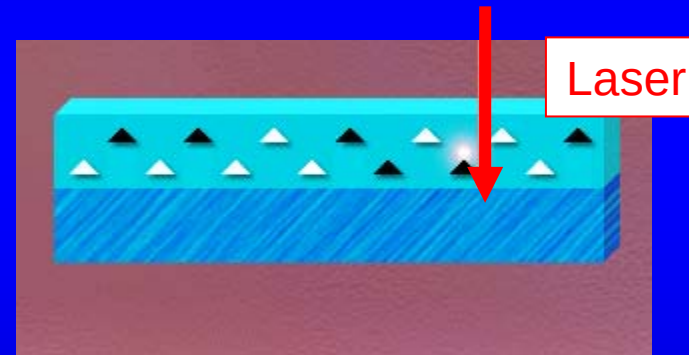
# Image Plates

Cristales de Fósforo  
fotosensibles

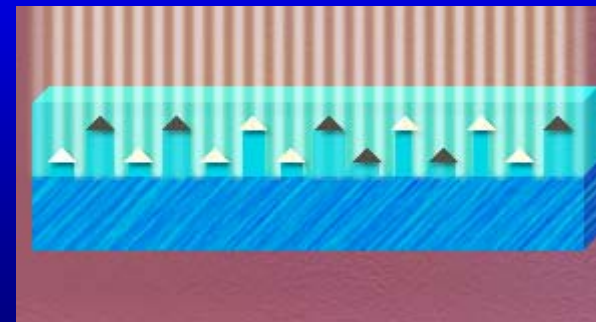
Exposición



Lectura



Borrado



## Sincrotrones en el Mundo

### Synchrotrons in the world

#### NORTH AMERICA

##### Canada

CLS (Saskatoon)

##### United States

ALS (Berkeley)

APS (Argonne)

CAMD (Baton Rouge)

CHESS (Cornell)

NSLS (Brookhaven)

SRC (Stoughton)

SSRL (Stanford)

SURF (Gaithersburg)

#### SOUTH AMERICA

##### Brazil

LNLS (Campinas)



## Sincrotrones en el Mundo

### Synchrotrons in the world

#### ASIA

##### CIS

SSRC (Novosibirsk)

##### South Korea

PLS (Pohang)

##### China

IHEP (Beijing)

NSRL (Hefei)

##### Inde

INDUS (Indore)

##### Japan

HSRC (Hiroshima)

NANO-HANA (Chiba)

NEW SUBARU (Himeji)

PHOTON FACTORY (Tsukuba)

SPRING8 (Himeji)

UVSOR (Okazaki)

VSX (Tokyo)

##### Singapore

HELIOS 2 (Singapour)

##### Taiwan

SSRC (Hsinchu)

##### Australia

BOOMERANG





## Sincrotrones en el Mundo

### Synchrotrons in the world

#### EUROPE

##### Germany

ANKA (Karlsruhe)  
BESSY (Berlin)  
DELTA (Dortmund)  
ELSA-II (Bonn)  
HASYLAB (Hamburg)

##### Denmark

ASTRID (Aarhus)

##### Spain

LSB (Barcelona)

##### France

ESRF (Grenoble)  
LURE (Orsay)  
SOLEIL

##### Italy

DAFNE (Frascati)  
ELETTRA (Trieste)

##### United Kingdom

DIAMOND (Didcot)  
SRS (Daresbury)

##### Sweden

MAX (Lund)

##### Switzerland

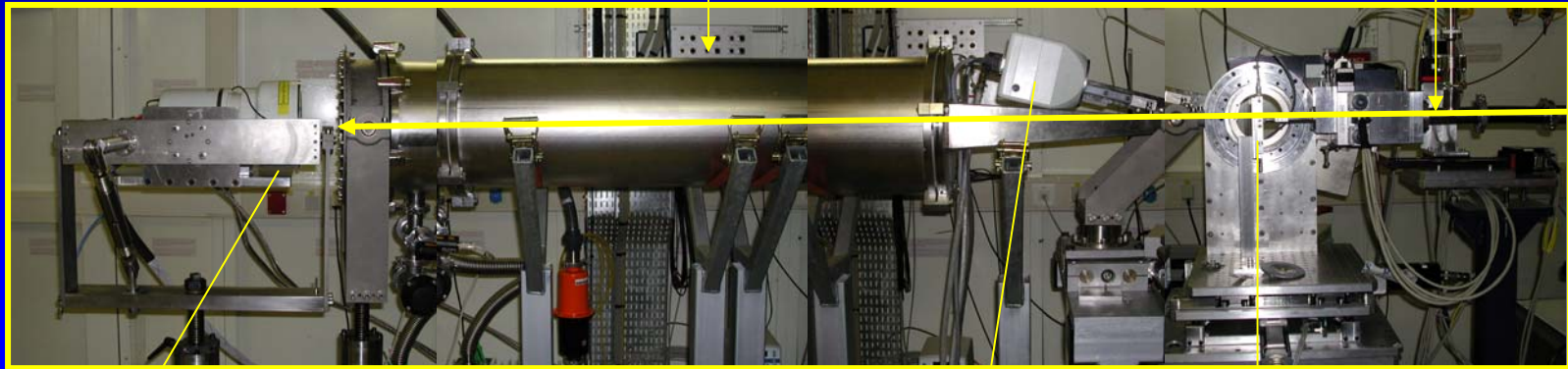
SLS (Villigen)



## BM16: Línea española en ESRF

Tubo de vacío

Haz rayos X



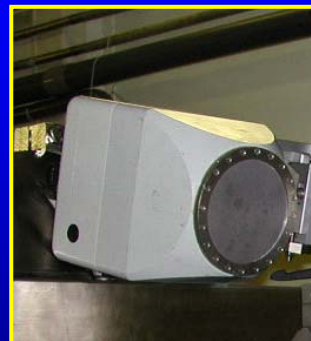
Detector SAXS

Detector WAXS

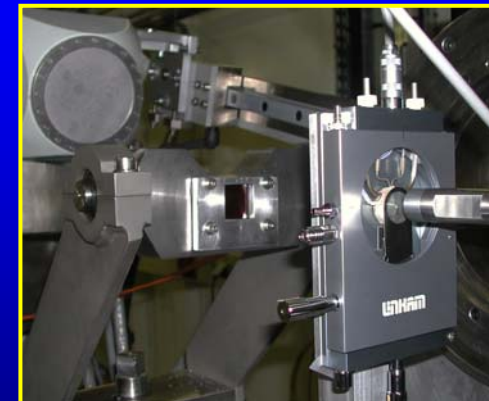
Portamuestras



CCD

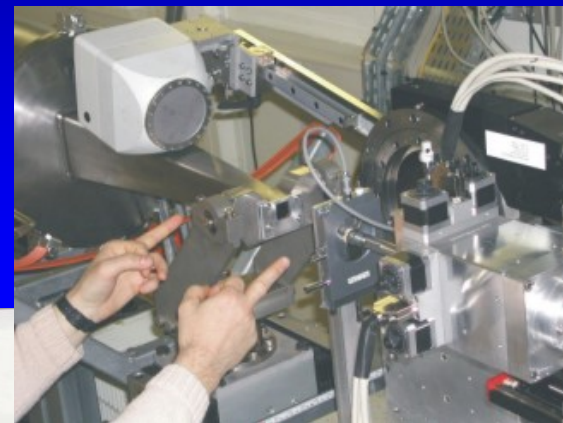


CCD



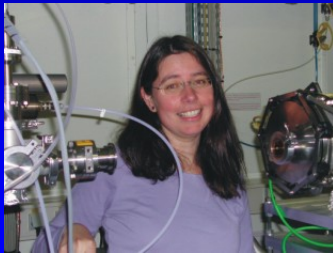
BM16: Línea española en ESRF

WAXS commissioning. May 2005





## The BM16 Team



Ana Labrador



Edmundo Fraga



David Beltran



Felisa Berenguer

## The Happy "Users"





## Sincrotrones en el Mundo Barcelona, España



Energía : 3 GeV  
Circunferencia: 268.8 m  
Corriente: 400 mA  
Emitancia: 4.3 nm.rad

Operativo en: 2010

