

La reunión, organizada por AUSE y la Universidad de Málaga, tuvo lugar en Málaga los días 5 y 6 de Febrero de 2004.

En este documento se recogen las discusiones de las siete mesas de trabajo que funcionaron de forma paralela durante la reunión. La puesta en común se hace desde AUSE pero respeta en gran medida el contenido dado por los coordinadores de mesa.

Este documento ha sido remitido al Ministerio de Ciencia y Tecnología (MCyT) y al Consorcio para la Construcción, Equipamiento y Explotación del Laboratorio de Luz Sincrotrón Español (CELLS) [los patrocinadores principales de la reunión]. Además, se ha puesto en la web de AUSE (www.ause.uma.es) para conocimiento general.

Se prevé las siguientes etapas en el proceso de definición de las líneas de haz de CELLS

- 1.- Realización de “workshops” temáticos en las diferentes áreas identificadas en la reunión de Málaga. Los workshops serán organizados por los coordinadores de área o personas en las que deleguen. Se prevé que estén parcialmente sufragados mediante una Acción Especial del MCyT que solicitará AUSE de forma general para todas las reuniones en Marzo del presente año y utilizando este documento como antecedente. Estas reuniones tendrán lugar probablemente los meses de Septiembre y Octubre de 2004.
- 2.- En Noviembre de 2004 se debe remitir un borrador de cada anteproyecto de línea a CELLS para que se contrasten los requerimientos técnicos. Se establecerá un periodo de iteración entre el personal de CELLS y los redactores del anteproyecto de línea.
- 3.- En Febrero de 2005, se debe presentar los anteproyectos de línea al SAC “Scientific Advisory Committee” del CELLS para su evaluación.
- 4.- Elaboración conjunta de los cinco proyectos de línea (los elegidos para la primera fase) entre los redactores de los anteproyectos y el personal de CELLS. En esta fase se ultimarán los detalles técnicos-ópticos más finos de cada línea.

Los workshops que han sido identificados en la reunión de AUSE en Málaga son:

WS1: Difracción de polvo de alta resolución, microcristales y en condiciones extremas.

WS2: Magnetismo y radiación sincrotrón: espectroscopías y microscopías dependientes de la polarización

WS3: Fotoemisión de alta resolución. Fotoemisión a presiones moderadas.

WS4: Difracción de superficies e interfases.

WS5: Espectroscopías de absorción de rayos X duros.

WS6: Microdifracción SAXS-WAXS.

WS7: Microscopía de rayos-X duros.

WS8: Cristalografía de macromoléculas.

WS9: Generación de rayos gamma en CELLS.

En Málaga a 19 de Febrero de 2004.

Miguel Ángel García Aranda. (g_aranda@uma.es)

Presidente de AUSE. Asociación de Usuarios de Sincrotrón de España.

Informe de la Mesa 1 "Materia Condensada Dura: Estructura"

Coordinadores: Jordi Rius Palleiro (jordi.rius@icmab.es)
Santiago García Granda (sgg@fq.uniovi.es)

Delimitación del tema científico y necesidades expresadas por los usuarios:

En esta mesa, con 33 participantes, se han estudiado las necesidades de la comunidad científica en lo concerniente al uso de la técnica de difracción sincrotrónica en sus diferentes variantes para la caracterización estructural de la materia condensada dura. Se han excluido tanto la difracción de macromoléculas por tratarse en la mesa 6 como la espectroscopia EXAFS por contemplarse en la mesa 4. De acuerdo con la información recibida, la técnica difractométrica más demandada por los usuarios para la caracterización estructural de la materia condensada dura con radiación sincrotrónica es la de difracción de polvo y por ello se tratará en primer lugar. Las técnicas de microcristal y de difracción de polvo en condiciones extremas tienen un número de usuarios parecido y se tratarán a continuación.

1.- Difracción de polvo de ultra alta resolución.

Promotores:

Prof. Jordi Rius Palleiro (ICMAB-CSIC) jordi.rius@icmab.es

Dr. Miguel Angel García Aranda (Universidad de Málaga) g_aranda@uma.es

Dr. Fernando Rey (Instituto de Tecnología Química de Valencia, CSIC-UPV) frey@itq.upv.es

El enorme impacto científico de la difracción de polvo sincrotrónica a nivel mundial es consecuencia directa de las características de dicha radiación. Las principales ventajas en comparación con los rayos X producidos en el laboratorio son:

1/ La menor anchura de la función instrumental como consecuencia de la pequeña divergencia vertical del haz emitido (por debajo del mrad) y la posibilidad de usar analizadores de Si (o Ge). Con ello se reduce el solapamiento de los máximos de difracción en los diagramas de polvo lo cual facilita enormemente la interpretación tanto estructural como microestructural de estos últimos. Asimismo permite trabajar con óptica de geometría paralela la cual minimiza los errores de posicionamiento de la muestras. De este modo es posible indexar los diagramas de polvo de fases cristalinas altamente complejas.

2/ El mayor poder de penetración de la radiación en la materia a causa de su menor longitud de onda (por ejemplo de 0.5Å frente a 1.54Å en los aparatos de rayos X de laboratorio). Ello permite introducir mayor cantidad de muestra en capilares siendo los correspondientes análisis tanto estructurales como cuantitativos más fiables. Asimismo posibilita el análisis de las tensiones residuales presentes en las aleaciones y otros materiales no solo en superficie sino hasta profundidades que llegan a los 3 cm para las aleaciones ligeras o a 0.2 cm para el acero ($\lambda=0.2\text{Å}$).

3/ El elevado flujo y el factor de polarización constante (para goniómetros verticales) reduce considerablemente el tiempo de análisis y mejora la señal pico fondo, lo cual es especialmente importante en el estudio de los compuestos orgánicos y en la reducción de los límites de detección en análisis cualitativos y cuantitativos.

5/ La posibilidad de modificar la longitud de onda de la radiación incidente permite sacar provecho de la difusión anómala de los átomos y estudiar las distribuciones catiónicas, por ejemplo en catalizadores zeolíticos de amplio uso industrial.

6/ Una ventaja muy importante de índole práctica es el mayor espacio disponible para entornos de muestra especiales tales como cámaras de alta - baja temperatura, células de reacción de gases, aplicadores de esfuerzos en estudios de deformación, células electroquímicas, etc.)

7/ Por último un atractivo adicional de la difracción de polvo es la simplicidad de la preparación de la muestra en comparación con otras técnicas.

Uno de los mayores impactos científicos y tecnológicos de la difracción de polvo a nivel mundial es la caracterización de zeolitas tanto por lo que respecta a la determinación de su estructura atómica como al estudio detallado de los metales que se introducen en ellas para optimizar sus propiedades catalíticas. Aunque en ciertos casos se han conseguido microcristales de zeolitas de nueva síntesis, esto no es lo habitual. Sólo al cabo de un cierto tiempo y gracias a la optimización de las condiciones de síntesis es a veces factible la consecución de monocristales. Dada la competitividad en dicho campo es básico poder resolver la estructura cuanto antes y en este sentido la técnica de difracción de polvo brinda una oportunidad única. Recientemente gracias a la colaboración entre dos grupos españoles ha sido posible determinar una zeolita de gran interés tecnológico de 6000\AA^3 de celda unidad que representa la zeolita ordenada más compleja resuelta hasta la fecha con datos de difracción de polvo sincrotrónicos.

La difracción de polvo en combinación con otras técnicas como la resonancia magnética nuclear de sólidos, tiene también un enorme impacto en el sector farmacéutico ya que permite la caracterización de los diversos polimorfos de un fármaco. Frecuentemente un fármaco se encuentra formando diferentes estructuras cristalinas, pudiendo tener éstas actividades muy diferentes o incluso perjudiciales. También su comportamiento físico puede ser muy diferente lo cual es muy importante en el proceso de fabricación. Con frecuencia los polimorfos no dan monocristales, teniéndose que resolver la estructura de la molécula a partir de datos de polvo. Actualmente se está trabajando activamente tanto en la metodología como en el desarrollo de software de determinación de estructuras orgánicas a partir de difracción de polvo debido a sus importantes implicaciones económicas. Finalmente otro sector en donde se trabaja con moléculas de alto valor añadido es en el de los pigmentos.

Otro tema de gran interés perteneciente al campo de los materiales magnéticos es el estudio de sistemas electrónicos fuertemente correlacionados, principalmente óxidos de metales de transición. El objetivo primordial radica en conocer detalladamente la relación entre la estructura y las propiedades eléctricas y magnéticas de estos materiales. En los últimos años se ha visto claramente que en la mayoría de estos sistemas hay inestabilidades intrínsecas de densidad electrónica que tienden a favorecer una separación de las fases electrónicas y eventualmente una ordenación de cargas. En este sentido el ordenamiento orbital es también un resultado novedoso. Como consecuencia de todo ello tienen lugar cambios estructurales sutiles, que requieren una observación detallada y una caracterización que se encuentra en el límite de las técnicas de rayos X convencionales y de neutrones. Para un análisis estructural de este tipo es absolutamente necesario disponer de la técnica de difracción de polvo sincrotrónica de alta resolución, complementada con la información suministrada por otras fuentes (neutrones, etc).

En el campo metodológico se está trabajando en procedimientos físicos de reducción del solapamiento accidental. Los más prometedores que se están desarrollando consisten en medir varios diagramas a diferentes temperaturas o con composiciones ligeramente diferentes o también en inducir la formación de texturas en las muestras.

Del análisis de los perfiles de los usuarios españoles, las aplicaciones científico - técnicas más relevantes requeridas por éstos en el campo de la difracción de polvo se pueden resumir en:

- Caracterización estructural de materiales: indexación, solución de la estructura atómica (compuestos inorgánicos, de coordinación y orgánicos), afinamiento de la estructura a alta resolución. Determinación de superestructuras, estructuras moduladas y de cristales altamente maclados.
- Afinamientos simultáneos con datos a varias longitudes de onda y/o en combinación con datos de difracción de neutrones.
- Identificación de fases cristalinas en mezclas complejas.
- Caracterización microestructural de materiales tanto en superficie como en profundidad (tamaño y forma de cristales, tensiones residuales en superficie y profundidad, texturas).
- Estudio cinético de materiales (transiciones de fase en función de la T y la P).
- Estudio del polimorfismo con especial énfasis en fármacos.
- Estudio de nanoestructuras en función de la temperatura y del campo magnético.
- Estudio de diagramas de equilibrio de fases.
- Estudio de procesos químicos en cámara de ambiente controlado tanto para medidas en vacío como en presencia de una determinada presión parcial de gases a temperaturas moderadas.
- Consecución de límites de detección más bajos que en la difracción convencional lo cual es especialmente importante para la industria farmacéutica y cementera así como en los análisis de contaminación ambiental e industrial.
- Análisis de capas delgadas (composición, espesor, rugosidad)

Para ello se han propuesto los siguientes dispositivos de entorno de muestra:

- Hornos desde temperatura ambiente hasta 1400°C.
- Hornos hasta 1600°C para el estudio de materiales cerámicos.
- Criostatos de nitrógeno y helio líquido (10K).
- Célula electroquímica.
- Reactores para procesos químicos.
- Bobina superconductora de 5 a 6 Teslas.
- Capilares de Pt y de W para estudios a alta temperatura.
- Círculo Euleriano con platina XYZ.
- Celda de yunque de diamante de apertura 2θ de unos 60°.

La línea de difracción de polvo consistiría esencialmente en un ondulator "in vacuum" que suministre suficiente flujo en el rango 15-20KeV y una óptica formada por monocromador de dos cristales de Si(111) (o Ge(111)). El difractómetro de polvo $\theta/2\theta$ estaría fundamentalmente pensado para muestras en capilar pero soportaría también muestras planas y un goniómetro con geometría Euleriana. Los diagramas de alta resolución se medirían con un banco de detectores de centelleo equipado cada uno con un cristal analizador de Si(111) (o Ge(111)). En función de las disponibilidades económicas se podrían montar ya varios detectores o al menos prever su instalación en ampliaciones futuras, a fin de reducir el tiempo de adquisición de datos. En el tramo negativo de 2θ se montaría un detector posicional curvo que abarcaría unos 60-70 grados a fin de hacer el seguimiento de las transiciones de fase. Asimismo sería necesario disponer de un detector bidimensional.

Mediante la inclusión en la línea de dos espejos Kirkpatrick-Baez podría concentrarse el haz en un foco de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$, lo cual permitiría en principio hacer experimentos de difracción en microcristal y de difracción de polvo (resolución de estructuras) hasta presiones de unos 15-20 GPa. La viabilidad de esta opción múltiple tendrá que estudiarse con detalle.

En una ampliación futura podría sustituirse el ondulator "in vacuum" por un ondulator "minigap" en el rango de energías de 30KeV. Con ello se aumentaría el poder de penetración de la radiación

en los experimentos de difracción de polvo (por ejemplo en el caso de capilares de Pt y de W) y a la vez posibilitaría experimentos de difracción de polvo a altas presiones (100GPa).

En el supuesto que no puedan instalarse onduladores "in vacuum" o "minigap", los experimentos de difracción de polvo de ultra alta resolución podrían llevarse a cabo inicialmente con un wiggler de 20KeV.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

A. CORMA, M.J. DIAZ - CABAÑAS, J. MARTINEZ - TRIGUERO, F. REY, J. RIUS – Potential impact in oil refining of a new zeolite ITQ-21 with large cavities and pore windows. *Nature* **418**, 1-AUGUST 2002, 514-517.

J. RIUS – Solution of Patterson-type syntheses with the Direct Methods sum function, Capítulo del libro *Structure Determination from Powder Diffraction* de la IUCr Monographs on Crystallography No.13 editado por Oxford University Press , ISBN 0-19-850091-2 (2002) 219-232.

A. CORMA, F. REY, S. VALENCIA, J.L. JORDA,, J. RIUS – A zeolite with interconnected 8, 10 and 12 ring pores and its unique catalytic selectivity. *Nature Materials* (2003) 493-497.

J. RIUS, E. ELKAIM, X. TORRELLES– Structure determination of the blue mineral pigment aerinite from synchrotron powder diffraction data: The solution of an old riddle. *European Journal of Mineralogy* N° 1/ 2004

A. G. DE LA TORRE, M.A.G. ARANDA Accuracy in Rietveld Quantitative Phase Analysis of Portland Cements. *Journal of Applied Crystallography*, **36** (2003) 1169-1176.

J.A. COLLADO, C. FRONTERA, J.L. GARCÍA-MUÑOZ, C. RITTER, M. BRUNELLI, M.A.G. ARANDA Room Temperature Structural and Microstructural Study for the Magneto-Conducting $\text{La}_{5/8-x}\text{Pr}_x\text{Ca}_{3/8}\text{MnO}_3$ ($0 \leq x \leq 5/8$) series. *Chemistry of Materials* **15** (2003) 167-174.

2.- Difracción en microcristal.

Promotores:

Prof. Santiago García Granda (Univ. Oviedo) sgg@fq.uniovi.es

Prof. Juan Manuel Perez-Mato (Universidad País Vasco) wmpmam@lg.ehu.es

Dra. M^a Grazia Proietti Cecconi (CSIC-ICMA-Univ. Zaragoza). proietti@posta.unizar.es

La obtención de cristales de pequeño tamaño puede ser un hecho limitante para la obtención de la estructura cristalina de compuestos de interés en diversas áreas de investigación estructural. Sin embargo no existe una relación de proporcionalidad entre el tamaño de un cristal y su capacidad de difusión de la radiación, ya que influyen múltiples factores, entre los que merecen destacarse la regularidad en las dimensiones, la composición, la alta mosaicidad o la radiación disponible para ser utilizada, entre otros factores. Existe pues un porcentaje no despreciable de muestras cristalinas que se comportan como cristales débilmente difractantes cuando se utilizan los equipos de difracción existentes en los laboratorios o centros de apoyo a la investigación. Una parte de estos compuestos son sustancias orgánicas que tienen actividad y potencialidad como fármacos, lo cual les confiere un alto valor añadido. Además, en estos casos, el estudio de las interacciones y la determinación precisa de las posiciones de los átomos de hidrógeno es clave para estudiar su comportamiento. La determinación de la estructura absoluta es otra propiedad de extraordinario interés a la hora de caracterizar un producto farmacéutico y esto no siempre es posible con el equipamiento de nuestros laboratorios de investigación. El estudio del polimorfismo es otro campo de aplicación muy

importante relacionado con la estructura de los fármacos y donde se produce una gran variabilidad en el hábito cristalino.

Otro tipo de problemas se plantean en el estudio de materiales inorgánicos, como pueden ser los compuestos zeolíticos u otros zeotipos, cuyos esqueletos pueden estar constituidos por muchos átomos cristalográficamente independientes en la celda cristalina, donde además, pueden coexistir átomos de elevado poder difractante con átomos muy ligeros, en ocasiones desordenados, ocupando cavidades o dispuestos en canales. La determinación de las interacciones que mantienen la estructura es también importante para entender el comportamiento de estos materiales.

También se plantean problemas de poder difractante/tamaño cristalino en el área de la determinación de estructuras de los compuestos organometálicos, de la química de coordinación y bioinorgánica, en particular en el marco de las aplicaciones de los complejos metálicos en catálisis tanto homogénea como heterogénea. En todos los casos se producen situaciones en las que el crecimiento cristalino se ve notoriamente dificultado, obteniéndose entonces cristales de pequeño tamaño ($<1000\mu\text{m}^3$) con insuficiente capacidad dispersora para ser medidos en las infraestructuras convencionales de laboratorio.

En la síntesis de los complejos zeolíticos estas situaciones desfavorables se ven incrementadas por el uso de agentes directores de la estructura cada vez mayores, mientras que para los complejos metálicos estas situaciones se acentúan cuando la complejidad molecular aumenta, en especial para complejos polinucleares o ligandos quirales. Del mismo modo, las moléculas orgánicas utilizadas como fármacos pueden provenir de fuentes naturales, plantas o animales marinos, que pueden producir moléculas de elevado tamaño y complejidad.

Como consecuencia de su brillo, la radiación sincrotrónica permite experimentos de difracción en un microcristal a partir de tamaños de aproximadamente $10\mu\text{m}^3$. De esta manera se pueden medir las intensidades difractadas de manera individual (esto es sin solapamiento a diferencia de lo que ocurre en la técnica de difracción de polvo) lo cual permite aplicar en la solución de las estructuras cristalinas los métodos directos convencionales. Un ejemplo lo tenemos en el afinamiento de gran calidad de la estructura de cristalina de la caolinita medido en la línea ID13 del ESRF a partir de un cristal de tan solo $8\mu\text{m}^3$ de volumen.

De acuerdo con las necesidades de los usuarios de la técnica de difracción de microcristal se necesitaría un foco de $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ y en casos extremos de $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$. Para focalizar vertical y horizontalmente el haz, la tendencia actual es la de usar dos espejos Kirkpatrick-Baez. En el sincrotrón APS estos espejos han suministrado un haz de $1.3 \times 4\mu\text{m}^2$. Conviene recordar al respecto que la línea de difracción de monocristal del SpLine tiene un foco de $70\mu\text{m} \times 70\mu\text{m}$ con una esfera de confusión de $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ con lo cual una estación de difracción de microcristal no entraría en competencia con ella antes bien sería en gran parte complementaria.

Como equipamiento complementario esencial, la estación experimental debería disponer de un goniómetro de varios círculos, un detector CCD, equipos de baja temperatura en el rango del LN_2 y del He.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

JOSÉ MANUEL MONTEJO-BERNARDO, SANTIAGO GARCÍA-GRANDA, MIGUEL SANTOS BAYOD-JASANADA, LUJÁN LLAVONA-DÍAZ AND ISIDRO LLORENTE - X-ray study of the pseudopolymorphism of the azithromycin monohydrate Z. Kristallogr. 218 (2003) 703-707.

BARLUENGA, JOSE; BARRIO, PABLO; LOPEZ, LUIS A.; TOMAS, MIGUEL; GARCÍA-GRANDA, SANTIAGO; ALVAREZ-RUA, CARMEN - Nickel(0)-mediated [3+2+2] and [2+2+2+1] cyclization reactions of chromium fischer carbene complexes and alkynes *Angewandte Chemie, International Edition* (2003) 42(26), 3008-3011.

VAN DER MAELEN URIA, JUAN F.; RUIZ, JAVIER; GARCÍA-GRANDA, SANTIAGO - Theoretical versus experimental geometries in S-bridged manganese carbonyl complexes *Journal of Applied Crystallography* (2003) 36(4) 1050-1055.

RUIZ, JAVIER; QUESADA, ROBERTO; RIERA, VICTOR; VIVANCO, MARILIN; GARCÍA-GRANDA, SANTIAGO; DIAZ, M. ROSARIO - Insertion of thiocyanogen into a P-C bond and subsequent formation of polysulfide derivatives *Angewandte Chemie, International Edition* (2003) 42(21) 2392-2395.

MENENDEZ-VELAZQUEZ, AMADOR; GARCÍA-GRANDA, SANTIAGO - A procedure towards the automatic solution of crystal structures by means of topological analysis of Fourier maps *Journal of Applied Crystallography* (2003) 36(2) 193-205.

3. Difracción de polvo en condiciones extremas.

Promotores:

Prof. Alfredo Segura (Univ. Valencia) alfredo.segura@uv.es

Fernando Rodríguez (Univ. Cantabria) rodriguf@unican.es

Valentín G. Baonza (Univ. Complutense) vgbaonza@quim.ucm.es

La combinación de las técnicas de altas presiones y altas temperaturas con la radiación sincrotrónica ha sido especialmente fructífera en los últimos diez años con la introducción de los sincrotrones de tercera generación. Tanto es así que la mayor parte de los sincrotrones construidos recientemente o en fase de construcción incorporan una línea de difracción especializada en condiciones extremas. En SOLEIL por ejemplo, aparte de la línea de difracción de altas presiones HPXRD, se podrán hacer experimentos en condiciones extremas en otras seis líneas (tres de EXAFS o XMCD, una de SAXS-WAXS, una de espectroscopia IR y otra de dispersión inelástica).

La presión es una variable termodinámica potente que permite el control directo de las distancias interatómicas, y por lo tanto, de los potenciales de interacción. Los resultados obtenidos en experimentos bajo presión (ecuaciones de estado, constantes elásticas, parámetros de Grüneisen, etc) son uno de los tests más exigentes y decisivos de los cálculos de estructura electrónica. En un sentido más aplicado, sólo la presión permite generar las condiciones de síntesis de una gran familia de materiales ultraduros cuya importancia es cada vez mayor. Los temas científicos de mayor interés para una línea de condiciones extremas son:

- Estructura, ecuación de estado y módulos elásticos de materiales naturales en las condiciones termodinámicas en la que se encuentran en la naturaleza (tanto en la corteza terrestre como en el interior de otros planetas)
- Estructura, ecuación de estado, diagramas de fase estructurales (polimorfismo) de materiales de interés tecnológico (semiconductores, dieléctricos, superconductores, materiales magnéticos, etc) como test crucial de los modelos suministrados por los cálculos ab-initio.
- Estudios in-situ de la síntesis de materiales de interés tecnológico del tipo superconductores HTc, perovskitas CMR y materiales ultraduros.
- Cinética de las transiciones de fase y de reacciones inducidas por presión (Estudios con resolución temporal abordables con una nueva generación de detectores de Si).

Desde el año 2000 el número aproximado de publicaciones en revistas internacionales de los grupos españoles que incluyen experimentos con radiación sincrotrónica en condiciones extremas se ha mantenido entre 8-10 por año. Del análisis del total de publicaciones se desprende que las técnicas de radiación sincrotrónica más utilizadas han sido la difracción de polvo en 35 casos, la XAS en 8 casos y una combinación de ambas en 4 casos. Los tipos de material estudiado han sido semiconductores (23 casos), aislantes (15), metales (4) y líquidos/gases (6). Dicho análisis indica asimismo que esta comunidad mantiene una estrecha colaboración con grupos de primera línea en su campo, algunos de ellos promotores de líneas de luz especializadas en sincrotrones como ESRF, APS o SOLEIL.

Del estudio de las respuestas de los grupos encuestados, se desprende que éstos usarían mayoritariamente celdas de yunque de diamante. El 50% de los grupos necesita poder aplicar presiones del orden de los 100 GPa mientras que el 50% restante requiere presiones inferiores a 20 GPa. De éstos, aproximadamente el 60% de los grupos solicitan presiones moderadas (1-2 GPa). La mayor parte de los encuestados quieren poder aplicar también altas temperaturas (<3000K). En un 50% de los casos, además de resolución angular, se pide la posibilidad de hacer los experimentos resueltos en energía.

Los experimentos de difracción de RX en celda de diamante imponen dos condiciones a la línea:

- a) Por una parte alcanzar presiones superiores a 100GPa exige un tamaño de foco inferior a $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ (idealmente a $5 \times 5 \mu\text{m}^2$). En este sentido sería necesario estudiar la posibilidad de alcanzar tamaños más pequeños en AURORA, como ventaja respecto a SOLEIL o DIAMOND.
- b) Por otra parte la apertura angular de la celda de diamante para el rango de megabares es de unos 20° . La obtención de diagramas de difracción utilizables para resolver estructuras con $2\text{-theta} < 20^\circ$ exige típicamente energías del orden de 30 Kev.

Parece claro que actualmente la opción de dispositivo de inserción más adecuado es un wiggler. Los sistemas de detección en dicho tipo de experimentos de difracción serían un image-plate (para la determinación de estructuras) o un CCD (si solo se pretende obtener la ecuación de estado).

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

J. PELLICER-PORRES, A. SEGURA, V. MUÑOZ, J. ZUNIGA, JP. ITIE, A. POLIAN, P. MUNSCH - "Cinnabar phase in ZnSe at high pressure", Phys. Rev. B **65**, 012109 (2002).

D. ERRANDONEA, B. SCHWAGER, R. BOEHLER, M. ROSS - "Phase behavior of krypton and xenon to 50 GPa", Phys. Rev. B **65**, 214110 (2002)

D. MARTINEZ-GARCIA, C. FERRER-ROCA, Y. LE GODEC, P. MUNSCH, JP. ITIE, V. MUÑOZ-SANJOSE - "X-ray diffraction study of $\text{Cd}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{Te}$ under high pressure and temperature" High Pressure Research **22**, 403 (2002)

F.AGUADO, F.RODRIGUEZ, R.VALIENTE, JP.ITITE, P.MUNSCH - "Pressure-induced closure of the Jahn-Teller distortion in $\text{Rb}_2\text{CuCl}_4(\text{H}_2\text{O})$ " High Pressure Research **23**, 181 (2003)

Informe de la Mesa 2 "Materia Condensada Dura: Propiedades Electrónicas"

Coordinadores: Fernando Bartolomé Usieto (bartolom@unizar.es)
Julio Camarero de Diego (julio.camarero@uam.es)

Esta mesa reunió a un grupo de unas 25 personas representando a un nutrido grupo de centros de investigación españoles. Con una antelación de unos dos meses con respecto a la reunión de Málaga, se difundió entre la comunidad científica potencialmente interesada mediante correo electrónico una invitación a participar en las actividades de la mesa junto con un cuestionario que nos permitiese delimitar el ámbito científico interesado. La difusión se realizó por tres listas de distribución (la de la propia Asociación de Usuarios de Sincrotrón de España, la de la Sociedad Española de Técnicas Neutrónicas y la del Club Español de Magnetismo). Se hizo un esfuerzo importante por evitar omisiones, mediante contacto directo con otros investigadores, especialmente aquellos que llevan a cabo su labor en el extranjero.

Como resultado de ese sondeo, y dado el calendario establecido para las mesas de trabajo, parecía adecuado organizar durante la sesión corta del primer día una presentación de cada grupo con la siguiente estructura: número y escala del personal del grupo, líneas de investigación, experiencia con radiación sincrotrón, planes de futuro y técnicas experimentales que el grupo desearía tener accesibles en el Sincrotrón del Vallés. Esto facilitó el conocimiento mutuo y facilitó la discusión posterior gracias al conocimiento mutuo de la comunidad de usuarios potenciales allí representada.

En la segunda sesión de trabajo se dio la oportunidad a cuatro grupos que están desarrollando ideas o proyectos de líneas de luz que podrían ser del interés de la mesa. Tres de ellos realizaron una exposición de sus proyectos, y el cuarto tan sólo dio noticia de la existencia de un proyecto, que fue presentado en otra mesa de trabajo.

Los proyectos presentados fueron los siguientes:

1. Línea de rayos x blandos polarizados para el estudio de nanoestructuras y materiales.

Promotores

Julio Camarero de Diego, UAM.	julio.camarero@uam.es
Fernando Bartolomé Usieto, CSIC-UZ	bartolom@unizar.es

Este proyecto fue presentado únicamente en la mesa de trabajo nº 2. Se trata de una línea de energía en el rango de los rayos-x "blandos", desde 20 eV hasta 2000 eV.

Puesto que el objetivo es estudiar fenómenos dependientes del espín, se propone como fuente un ondulator helicoidal capaz de generar luz con un 100% de polarización circular o lineal (horizontal o vertical) a demanda. Se propondrá la construcción de dos "ramas" experimentales, a las que llamaremos de "nano-espectroscopía" y de "imán superconductor". En ambas se podrían preparar experimentos mientras la otra se encuentra operativa recibiendo el haz de luz sincrotrón, de modo que se optimizan los tiempos muertos en ambas. La selección de una u otra rama se realizaría de manera simple mediante un espejo (a baja energía hay cristales eficientes y baratos).

En la rama de nano-espectroscopía se instalaría un microscopio electrónico de fotoemisión con capacidad de variar la temperatura de la muestra entre 150K y 1000K. Además, esta cámara podría permitir realizar experimentos de fotoemisión (de resolución moderada) y de absorción de rayos-x con resolución espacial. La posibilidad de variar la polarización de la luz permitirá a su vez la obtención de imágenes con contraste magnético (dicroísmo) y selectividad química, tanto en sistemas ferromagnéticos como antiferromagnéticos.

En la rama del imán superconductor el objetivo es medir dicroísmo circular (XMCD) y/o lineal (XMLD) en la absorción en función de la temperatura y el campo aplicado. Para ello se dispondrá

de una bobina que permita aplicar en la muestra de 0 a 9 T a baja temperatura (de 2K a 300K), con detección de corriente de fuga total y fluorescencia. En esta rama se propone también instalar una estación *flipper* delante del criostato para aquellas situaciones en las que se necesiten pequeños campos y temperaturas moderadas o por encima de ambiente (hasta 1000K). Además se muestra la viabilidad de instalar un goniómetro para poder medir dispersión magnética resonante de rayos-x blandos, S-XRMS.

Para todas las técnicas expuestas se muestra la posibilidad de realizar experimentos tipo *pump-probe* para obtener resolución temporal por debajo del nanosegundo usando para ello la estructura temporal de los paquetes de fotones en el modo *single-bunch*.

El caso científico de esta propuesta incluye temas de actualidad en los que hay grupos españoles activos:

con muestras nano-fabricadas:

canje entre capas ferro/antiferro y nanoestructuras por microscopía electrónica con selectividad en elemento; dinámica en la escala de nanosegundos de la imanación (utilizando la estructura temporal inherente a la radiación sincrotrón) ya sea de láminas delgadas o nanosistemas; nanopartículas magnéticas de alta anisotropía, superficies e intercaras metal/semiconductor (barreras Schotky, discontinuidades de bandas, estados de pozo, estados de superficie), visualización de propiedades magnéticas de nanogotas de metales magnéticos o no sobre superficies semiconductoras, microscopía y espectroscopía de uniones túnel y válvulas de espín, procesos de imanación de nanohilos, nanopartículas de aleaciones amorfas magnéticas, ferrofluidos por suspensión coloidal de nanosistemas, etc.

con muestras masivas:

materiales magnetocalóricos con aplicaciones en refrigeración magnética, óxidos de metales de transición y tierras raras con propiedades conductoras, electrónicas y magnéticas no convencionales (magnetorresistivos, superconductores, con coexistencia de fases electrónicas), estudio de transiciones de fase electrónicas y magnéticas en multitud de sistemas, estudio de la estructura electrónica de multicapas semiconductoras magnéticas, imanes permanentes, imanes moleculares, etc.

La posibilidad que se propone de acceder a energías muy bajas puede abrir una ventana al estudio de propiedades quirales o magnéticas del silicio, el carbono y el oxígeno, ya sea en sistemas tradicionales “con metales” o en sistemas exóticos como grafito, fullerenos polimerizados, nanotubos con o sin metales o derivados de C_{60} dopados con radicales libres. Otros temas de interés son la caracterización estructural y electrónica de láminas delgadas de carbono amorfo “duro” y de polímeros mediante espectroscopía de absorción (NEXAFS y EXAFS) y microscopía de fotoemisión (XPEEM), así como el estudio de la relajación y orientación de la superficie de un polímero previamente deformado.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

“*Magnetic properties of bct Fe_xMn_{1-x} thin-film alloys investigated by linearly polarized soft-x-ray resonant magnetic reflectivity*”, A. Déchelette, J. M. Tonnerre, M. C. S. Lager, F. Bartolomé, L. Sève, D. Raoux, H. Fischer, M. Piecuch, V. Chakarian, and C. C. Kao, Phys. Rev. B 60, 6636-6645 (1999).

“*Orbital Magnetic Moment Instability at the Spin Reorientation Transition of $Nd_2Fe_{14}B$* ” L. M. García, J. Chaboy, F. Bartolomé, and J. B. Goedkoop, Phys. Rev. Lett. 85, 429-432 (2000).

“Large iron orbital magnetic moment at the spin reorientation transition of $Nd_2Fe_{14}B$ ” J.M. Garcia, J.B. Goedkoop, J. Chaboy, F. Bartolomé, Mater. Sci. Forum 373-3, 289-292 (2001).

“Element-selectivity sub-nanosecond magnetisation dynamics in spin-valve systems” M.Bonfim, G. Ghiringheli, F. Montagne, N. B. Brookes, F. Petroff, J. Vogel, S. Pizzini, J. Camarero y A. Fontaine. Phys. Rev. Lett. 86, 3646-3649 (2001).

“X-ray Magnetic Circular Dichroism in the Investigation of Magnetisation Dynamics in the Nanosecond Time Scale” G. Ghiringuelli, M. Bonfim, N.B. Brookes, J. Camarero, K. Mackay, F. Montaigne, T.Niesius, Ph. Ohresser, S. Pascarelli, F. Petroff, S. Pizzini, y A. Fontaine, Lecture Notes in Physics: Magnetism and Synchrotron Radiation, ed E Beaurepaire, F Scheurer, G. Krill, and J.-P. Kappler, Springer-Verlag Berlin, 347-351 (2001)

“Field dependent exchange coupling in NiO/Co bilayers” J. Camarero, Y. Pennec, J. Vogel, S. Pizzini, M. Cartier, F. Ernault, F. Fetta, A. Tagliaferri, N. B. Brookes, y B. Dieny, Phys. Rev. B, Rapid Communication 67, 020413(R)-1-020413(R)-4 (2003)

“Time resolved magnetic domain imaging by X-ray photoemission electron microscopy” J. Vogel, W. Kuch, M. Bonfim, J. Camarero, F. Offi, Y. Pennec, K.Fukumoto, J. Kirschner, A. Fontaine, y S. Pizzini, Appl. Phys. Lett. 82, 2229-2231 (2003)

“Perpendicular interlayer coupling in FeNi/NiO/Co trilayers” J. Camarero, Y. Pennec, J. Vogel, M. Bonfim, S. Pizzini, F. Ernault, F. Fetta, F. Garcia, F. Lançon, L. Billard, B. Dieny, A. Tagliaferri, y N. B. Brookes. Phys. Rev. Lett. 91, 027201-1–027201-4 (2003).

2. Línea de fotoemisión de alta resolución y absorción a presión ambiente.

Promotores

María Dávila, ICMM, CSIC	mdavila@icmm.csic.es
José Ávila, ICMM, CSIC	avila@lure.u-psud.fr
J. F. Sánchez-Royo, ICMM, CSIC	Juan.F.Sanchez@uv.es

Este proyecto de línea fue presentado tanto en esta mesa nº 2 como en la correspondiente a “Superficies e Interfases” y “Química”. Se trataría de una línea que tiene como principal objetivo la medida de la fotoemisión de alta resolución, con instrumentos que permitan realizarla tanto resuelta en ángulo como en espín, y lo que es más novedoso, con la muestra en condiciones de presión ambiente, y no necesariamente de ultra-alto vacío como es habitual en todos los experimentos de fotoemisión gracias a una novedosa cámara de detección de electrones diseñada a este fin. Hay que destacar que parte del equipo que presenta el proyecto ha participado en la construcción de ANTARES, la hasta ahora “línea española del LURE”, dedicada a la medida de fotoemisión de alta resolución.

El caso científico de esta propuesta incluye una gran variedad de temas, entre los que podemos destacar los siguientes: catálisis a presión ambiental en atmósferas de gases diversos, síntesis y catálisis de polímeros, estudio de superficies líquidas, cuya presión natural de vapor las excluye de la fotoemisión clásica, electroquímica, estudio de moléculas orgánicas mediante absorción y fotoemisión en los umbrales del carbono y del oxígeno, excitaciones de baja energía en sistemas complejos, como óxidos magnetorresistivos, superconductores, sistemas electrónicos fuertemente correlacionados, superficies e intercaras de semiconductores, etc.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

“Emergence of multiple Fermi surface maps in angle-resolved photoemission from

Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+d}” M.C. Asensio, J. Avila, L. Roca, A. Tejada, G.D. Gu, M. Lindroos, R.S. Markiewicz and A. Bansil, Phys. Rev. B 67, 014519 (2003).

“Folded bands in photoemission spectra of La-graphite intercalation compounds” S.L. Molodtsov, F. Schiller, S. Danzenbacher, Manuel Richter, J. Avila, C. Laubschat and M.C. Asensio. Phys. Rev. B 67, 0115105 (2003).

Shadow bands at the Fermi surface of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+X} superconductors: structural or antiferromagnetic origin? M. Izquierdo, L. Roca, D.G. Gu, J. Avila and M.C. Asensio. Applied Surface Science 212-213, 67 (2003).

Matrix element effects on the Fermi surface mapping by angle-resolved photoemission from Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+X} superconductors L. Roca, M. Izquierdo, A. Tejada, D.G. Gu, J. Avila and M.C. Asensio. Applied Surface Science 212-213, 62 (2003).

Spectroscopic structural characterization of epitaxial Yb films grown onto W(110) under ultra high vacuum conditions, M.E. DÁvila, S.L. Molodtsov, J. Avila, C. Laubschat and M.C. Asensio. J. of Applied Physics 93(9), 5075 (2003).

3. Línea de difracción de rayos x en láminas delgadas y nanoestructuras

Promotores

Jesús Álvarez

jesus.alvarez@uam.es

M^aJosé Capitán

capitan@iem.cfmac.csic.es

Este proyecto de línea, al igual que el anterior, fue presentado tanto en esta mesa n^o 2 como en la correspondiente a “Superficies e Interfases”. Se trata de una línea en el rango de energías de los rayos X duros, entre 4.5 y 20 keV. Aunque el propósito principal de la línea sería el estudio estructural de láminas delgadas e intercaras, existe un interés creciente en el estudio de cómo las propiedades electrónicas de los materiales varían cuando el tamaño del sistema se reduce hasta la escala nanométrica. La nanociencia interesa a físicos, químicos y a biólogos, dadas las propiedades electrónicas, magnéticas y ópticas de los nanosistemas en estudio. La difracción de rayos X es una herramienta poderosa para la caracterización atómica de láminas delgadas e intercaras. Además se plantea la implementación de la técnica de dispersión de rayos x a bajo ángulo en incidencia rasante (GISAXS), de aplicación en el estudio de nanosistemas. Se pretende combinar así la potencialidad de las técnicas de dispersión tanto a bajo como a más alto ángulo en configuración de incidencia rasante. Como aditamento especialmente interesante para nuestra mesa de discusión, se propone implementar una lámina de cuarto de onda que permita la obtención de altos flujos de luz polarizada circularmente (levo y dextro) con alta frecuencia de cambio entre ambas, y tasas de polarización muy cercanas a la unidad. Esto permitiría el estudio de propiedades dependientes de la polarización (como el magnetismo) en superficies, intercaras y nanosistemas superficiales.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. J. Alvarez, E. Lundgren, X. Torrelles, H. Isern, K.F. Peters, P. Steadman, S. Ferrer “Magnetization of the Pt in the Co/Pt(110) system investigated with surface x-ray diffraction. Evidence for in-plane anisotropy” Phys. Rev. B 60, 10193 (1999).
2. P. Steadman, K. Peters, H. Isern, J. Alvarez, S. Ferrer “Interaction of CO with the reconstructed Au(111) surface near atmospheric pressures” Phys. Rev. B. 62, 2295 (2000).
3. T. Grenet, F. Giroud, J.L. Joulaud and M.J. Capitan “Real time study of the quasicrystal formation in annealed AlCuFe metallic multilayers”. Mat. Sci. Eng. A- Struc. 294 (2000) 838-841

4. M.J. Capitan, et al., "The ID01 beamline at the ESRF: the diffuse scattering technique applied to surface and interface studies" *Physica B* 283, 256 (2000)
5. Capitan MJ, Alvarez J "Icosahedral quasicrystals applied as a harmonic-free crystal analyser", *J. Appl. Cryst.* 33 888 (2000)
6. Alvarez, J.; Paisier, E.; Capitan, M.J., "An automatic attenuator device for x-ray detectors at high counting rate" *Rev. Sci. Instrum.*, 73 (7), 2788-2790 (2002).
7. Robach O, Quiros C, Steadman P, Peters KF, Lundgren E, Alvarez J, Isern H, Ferrer S. "Magnetic anisotropy of ultrathin cobalt films on Pt(111) investigated with x-ray diffraction: Effect of atomic mixing at the interface", *Phys. Rev. B* 65, 054423 (2002).
8. Capitan MJ, Alvarez J, Prejean JJ, et al. "Conductivity and superlattice ordering in an icosahedral Al-Pd-Mn phase", *Phys. Rev. B* 68, 064203 (2003).

Interés de los miembros de la mesa a los distintos proyectos presentados.

La propuesta nº 1 fue apoyada casi unánimemente por todos los grupos de la mesa. Algunos comentarios enfatizaron el interés de aunar en la misma estación experimental absorción y fotoemisión con luz polarizada a demanda, que no estaba contemplada en el proyecto original. Otros pusieron especial énfasis en la disponibilidad de un amplio rango de temperaturas, campos y si fuese posible presiones accesibles, con un buen control de parámetros experimentales. Es un hecho que, aunque el concepto de la línea no es excesivamente novedoso (exceptuando el hecho de bajar muy por debajo de 250 eV en energía), no es nada habitual en las instalaciones de este tipo en Europa, salvo en el ESRF, aunar las características indicadas de la luz incidente con el entorno de muestra habitual en los laboratorios tradicionales de física del estado sólido (baja y alta temperatura, alto campo...) lo que aleja a buena parte de esta comunidad del uso de la radiación sincrotrón para este tipo de medidas.

En conexión con este hecho, se resaltó que el proyecto presentado aún las ventajas de ser una apuesta segura y a la vez de vanguardia. Es una apuesta segura porque daría servicio a una comunidad muy amplia de la física española como es la de magnetismo de sólidos, que verían abiertas el acceso a experimentos de XMCD y XMLD en función de la temperatura y el campo, que ahora se ven cohartados por lo difícil que es acceder a tiempo de haz en la línea ID08 del ESRF. Una buena parte (unos 200 miembros) de esa comunidad se agrupan en el Club Español de Magnetismo (del cual es presidente J.M. Barandiarán, UPV, manub@we.lc.ehu.es) que en su asamblea del 10 de octubre de 2003, celebrada en Lejona, hizo explícito su apoyo tanto a este proyecto como al de una línea de absorción en duros en la que se implementase la medida de dicroísmo magnético en función de la temperatura y el campo magnético. Pero el proyecto es también una apuesta de vanguardia gracias a las estaciones de microscopía de fotoemisión XPEEM y a la de dispersión magnética resonante de rayos-x blandos S-XRMS. En la primera se obtendría la capacidad de realizar experimentos tanto de espectroscopia y dicroísmo con resolución espacial, como de visualización de dominios magnéticos (ferro y antiferro) con selectividad química en sistemas magnéticos complejos. La naturaleza del S-XRMS (se detectan fotones absorbidos y/o dispersados en el borde de absorción del elemento bajo estudio) la convierten en una herramienta única para el estudio de procesos de inversión de imanación o de quiralidad en tiempo real en sistemas multielemento. Adicionalmente, tanto en dicroísmo convencional como en XPEEM y S-XRMS la posibilidad de utilizar la estructura temporal de la luz sincrotrón permite realizar este tipo de estudios con una resolución temporal limitada al ancho temporal del paquete de fotones; que está prevista sea igual o inferior a 100 picosegundos. Todo los factores expuestos unidos a la posibilidad de estudiar los umbrales de elementos ligeros como el silicio, carbono o el oxígeno, hacen de esta propuesta un proyecto atractivo con mucha proyección, que no se quedaría obsoleto anticipadamente.

Los proyectos 2 y 3 recibieron el apoyo de la mesa, aunque el impacto que su implementación tendría sería más hondo en otras comunidades (fundamentalmente “superficies e intercaras”) que en la de propiedades electrónicas de materia condensada dura.

El proyecto sólo anunciado de una línea de absorción en duros (4.5 – 25 keV) en la que se implementase la medida de dicroísmo magnético en función de la temperatura y el campo magnético recibió un apoyo notable desde la comunidad de magnetismo clásico representada en la mesa, aunque también fue refrendada por el resto de participantes.

Por último, hay que reseñar una reflexión y propuesta del Dr. Luis Fernández Barquín, de la Universidad de Cantabria, haciendo notar que una de las líneas de crecimiento del magnetismo de sólidos en la que hay mucho que aprender en los próximos años es el tema de estados vítreos y desordenados, que ha sido relacionados de manera general con la presencia de agregados (*clusters*), redistribuciones de densidad de carga, de espín o de especies atómicas de diversos tipos (*stripes*, fases ricas y pobres en oxígeno en óxidos no estequiométricos, agregados magnéticos, coexistencia de fases [ferro y para] o [ferro y antiferro], etc). Tradicionalmente, este tipo de entidades de tamaño mesoscópico han sido estudiados mediante técnicas de dispersión de neutrones a bajo ángulo (con neutrones polarizados o no). Por lo tanto, una línea de alto interés futuro podría ser la combinación de las técnicas de dispersión de rayos x a bajo ángulo con la dependencia con la polarización de la dispersión de rayos x por materiales magnéticos, en una estación de SAXS con polarización variable.

Informe de la Mesa 3 "Superficies e intercaras"

Coordinadores: José Ángel Martín Gago (gago@icmm.csic.es)
Enrique García Michel (enrique.garcia.michel@uam.es)

Esta mesa ha identificado numerosos casos científicos. En lo que sigue se resumen los más importantes, que agrupamos dentro de 6 áreas:

- 1.- Fotoemisión de baja energía (<100 eV)
- 2.- Fotoemisión de niveles internos y absorción (100-2000 eV)
- 3.- Microscopía de fotoemisión
- 4.- XPS en condiciones de altas presiones (rango de mbar en el entorno de la muestra)
- 5.- Dicroísmo en fotoemisión y absorción
- 6.- Difracción de superficies genérica.

Hemos identificado alrededor de 25 grupos que son usuarios habituales de la radiación sincrotrón y que en total representan a unos 95 doctores. Su actividad es en general muy elevada, ya que gran parte de su investigación se basa en el uso de la radiación sincrotrón. Se trata por tanto de usuarios experimentados, que frecuentemente han realizado estancias prolongadas en laboratorios de radiación sincrotrón, y en algunos casos han participado en el diseño y/o gestión de líneas de luz. Como consecuencia, existe un número considerable de promotores en las diferentes áreas (por promotor entendemos una persona que se implicaría en la concepción técnica de una línea que recoja esa actividad).

1.-Fotoemisión de baja energía (< 100 eV)

Promotores

J.E. Ortega, Nanophysics lab (San Sebastián), ortega@sq.ehu.es
E. García Michel Universidad Autónoma de Madrid, Enrique.Garcia.Michel@uam.es
J.A. Martín-Gago, Instituto Ciencia de Materiales de Madrid. Gago@icmm.csic.es
M. Alonso, Instituto Ciencia de Materiales de Madrid, malonso@icmm.csic.es

Motivación:

Existen muy pocas líneas de luz en la actualidad que permitan trabajar en condiciones de baja energía con un flujo razonable, en particular si consideramos el rango de muy baja energía (7-20 eV). Esto se debe en parte a que en las líneas de luz de fotoemisión genérica se suele primar un rango más alto de energías, debido al uso de monocromadores tipo PGM o TGM. Sin embargo, en la actualidad es técnicamente posible alcanzar estas energías sin detrimento del flujo a energías superiores (e.g. línea SIS del SLS). Se trata de un rango de enorme importancia futura por varias razones. En primer lugar, las altísimas resoluciones energéticas y angulares de los nuevos analizadores (<3 meV y <0.003 Å⁻¹) sólo pueden aprovecharse usando bajas energías. En segundo lugar, en este rango aumenta considerablemente la profundidad de sondeo, lo cual es muy importante en el estudio de propiedades volúmicas. Finalmente, este rango de resoluciones permite acceder a una gran cantidad de fenómenos físicos, según se detalla a continuación.

Casos científicos

1. Sistemas con confinamiento cuántico: sistemas de baja dimensionalidad, estados de pozo cuántico, transiciones de fase en superficies (tipo orden-desorden, desplazativas) estudio de estados colectivos (ondas de densidad de carga, superconductividad, ordenación magnética), sistemas unidimensionales en superficies (hilos, confinamiento de estados electrónicos en superficies escalonadas), nanoestructuración en sistemas bidimensionales.

2. Materiales volúmicos: apertura de zonas prohibidas en superconductores, sistemas altamente correlacionados, manganitas, etc. Efectos de muchos cuerpos, correlación electrónica, fonones, etc.
3. Estudio de la actividad reactiva asociada a defectos superficiales: origen de la reactividad en distintos sitios de superficie (escalones, esquinas, etc), estructura electrónica de los sitios reactivos.
4. Estudio de la banda de valencia con polarización: densidad de estados y grado de polarización de los portadores en función de la temperatura (transiciones de fase estructurales, magnéticas y electrónicas) en materiales en volumen y en láminas delgadas y heteroestructuras policristalinas, epitaxiales y nanoestructuradas con periodicidades laterales tan altas como de unos 100 Å

Requerimientos técnicos

Línea: monocromadores de baja energía (7-40 eV), resolución <1meV, tamaño de haz no crítico. En algunas aplicaciones, el ondulator debe permitir seleccionar la polarización.

Estación: fotoemisión resuelta en ángulo de alta resolución (Scienta), fotoemisión resuelta en espín, cámara de preparación de UHV. Baja temperatura (<30 K) en el entorno de la muestra, con posicionamiento de precisión.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. Mugarza, A. Mascaraque, V. Pérez-Dieste, V. Repain, S. Rousset, F. J. García de Abajo y J. E. Ortega, Phys. Rev. Lett **87**, 107601 (2001).
2. A. Mascaraque, L. Roca, J. Avila, S. Drouard, H. Guyot, M. C. Asensio, Physical Review B **66**, (2002) 115104
3. C. Rogero, C. Koitzsch, M. E. Gonzalez, P. Aebi, J. Cerda y J. A. Martín Gago. Phys. Rev. B **69**, 045312 (2004)
4. J.E. Ortega, S. Speller, A.R. Bachmann, A. Mascaraque, E.G. Michel, A. Närmann, A. Mugarza, A. Rubio, and F.J. Himpsel, Phys. Rev. Lett. **84** (2000) 6110.
5. P. Segovia, D. Purdie, M. Hengsberger, and Y. Baer, Nature **402** (1999) 504.

NOTA:

El instrumental y óptica necesarios para la realización de estos experimentos son compatibles con la comunidad de física atómica y molecular. Esta comunidad es amplia en España, aunque potencial en cuanto al uso de la radiación sincrotrón. Se podrían realizar experimentos de XPS en fase gas con presiones del orden de 10^{-7} mbars en el rango de bajas energías de fotón.

2.-Fotoemisión de niveles internos y absorción de rayos X (100-1500 eV)

Promotores

A. Gutiérrez, Universidad Autónoma de Madrid, a.gutierrez@uam.es

F.J.Palomares, Instituto Ciencia de Materiales de Madrid, fjp@icmm.csic.es

I. Jiménez, Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros de Madrid, ijimenez@icmm.csic.es

E. García Michel, Universidad Autónoma de Madrid, Enrique.Garcia.Michel@uam.es

J.A. Martín-Gago, Instituto Ciencia de Materiales de Madrid. Gago@icmm.csic.es

Motivación:

La Fotoemisión en este rango de energías es una de las técnicas con mayor abanico de aplicaciones. Las líneas en las que se realiza de manera eficiente (alto flujo y resolución) son las más demandadas en todos los sincrotrones y en consecuencia las que presentan un mayor nivel de rechazo. Este tipo de líneas cubre las necesidades de una comunidad muy amplia y pluridisciplinar, activa en ciencia de materiales, física y química. Por otra parte requiere tanto el estudio de muestras in situ como ex

situ. Este rango incluye las espectroscopías de absorción de rayos X blandos, fotoemisión de niveles internos, fotoemisión resonante y difracción de fotoelectrones. Hemos detectado 7 grupos muy activos en los que contamos hasta 54 personas.

Casos científicos:

Caracterización química, electrónica y estructural de superficies, intercaras y nanoestructuras, tanto de materiales o capas delgadas y ultra delgadas depositadas in situ como ex situ, incluyendo el estudio de compuestos de metales de transición (óxidos, nitruros), materiales carbonosos (recubrimientos duros tipo BCN o CN, nanotubos de C, inorgánicos, polímeros y compuestos orgánicos).

Requerimientos técnicos

Rango de energía de la línea: 100- 1500 eV para alcanzar los niveles 3d de las tierras raras. Poder de resolución: 10^4 , capaz de proporcionar fotones con resolución mejor que 100 meV en todo el rango espectral. Tamaño del haz en la muestra: menor de 100 μ m. Posibilidad de bajar la temperatura hasta 40 K, y manipulador con posibilidad de entrada rápida de muestras para posibilitar estudios ex situ.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. D.I. Sayago, P. Serrano, O. Bohme, A. Goldoni, G. Paolucci, E. Román and J.A. Martín-Gago. Phys. Rev. B **64**, 205402 (2001)
2. G.G. Fuentes, P. Prieto, C. Morant, C. Quiros, R. Nuñez, L. Soriano, E. Elizalde, J.M. Sanz. Physical Review B **63** (2001) 075403-1.
3. I. Jiménez, M. Mar. García, J. M. Albella, and L. J. Terminello, Appl. Phys. Lett. **73**, 2911 (1998).
4. Z. Hussain, W.R.A. Huff, S.A. Kellar, E.J. Moler, P.A. Heimann, W. McKinney, C. Cummings, T. Lauritzen, J.P. McKean, F.J. Palomares, H. Wu, Y. Zheng, A.T. Young, H.A. Padmore, C.S. Fadley and D.A. Shirley. Review of Scientific Instruments **67**, 3372(1996)

3.-Microscopía de fotoemisión

Promotores

L. Aballe, ELETTRA- Trieste (Italia), lucia.aballe@elettra.trieste.it
J.A. Martín-Gago, Instituto Ciencia de Materiales de Madrid. Gago@icmm.csic.es
J. Díaz, Universidad de Oviedo, javidiaz@condmat01.geol.uniovi.es
A. Gutiérrez, Universidad Autónoma de Madrid, a.gutierrez@uam.es
I. Jiménez, Instituto de polímeros de Madrid, ijimenez@icmm.csic.es

Motivación

Es una área de gran proyección, con aplicaciones tecnológicas e industriales muy variadas. Aunque no existe una comunidad amplia, es de esperar que el número de usuarios aumente en los próximos años. Por otra parte, las características de AURORA, junto con la escasa disponibilidad de estas técnicas en otros sincrotrones, apoyan el desarrollo de la Microscopía de Fotoemisión.

Caso científico

1. Películas delgadas, efectos de confinamiento cuántico en nanoestructuras, reacciones químicas sobre superficies monocristalinas o microestructuradas.
2. Determinación química de nanoestructuras generadas por bio-chips y por oxidación local con AFM.

3. Caracterización química de superficies, intercaras, capas muy delgadas, multicapas/superredes, “arrays” de nanoestructuras, etc, incluyendo información de perfil de profundidad” y con resolución lateral (Microscopía, PEEM).
4. Heteroestructuras de semiconductores, nanoestructuras magnéticas, electromigración.

Requerimientos técnicos

Con microscopía PEEM se cubre tanto baja como media energía. 7-1000eV.

Polarización circular para estudios magnéticos.

Tamaño del haz muy focalizado (decenas de micras) y flujo alto (10^{13} fot/s), debido a la baja sección eficaz de microscopía en comparación con la fotoemisión convencional.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. T. Schmidt, S. Heun, J. Slezak, J. Díaz, K.C. Prince, G. Lilienkamp, E. Bauer. Surf. Rev. and Lett. Vol. 5 (6) (1998) 1287-1296.
2. Cossy-Favre, J. Díaz, Y. Liu, M.G. Samant, J. Stöhr, S. Anders, H.R. Brown and T.P. Rusell, Macromolecules 31 (1998) 4957-4962.
3. H. Marbach et al, Chem. Phys. Lett. 364 (2002) 207

4.- XPS en condiciones de alta presión (rango de 10-100 mbar en el entorno de la muestra)

Promotores

J.C. Conesa, Instituto de Catálisis y petroquímica (Madrid). jconesa@icp.csic.es

A. Caballero, Universidad de Sevilla. caballero@us.es

J. Sánchez-Royo. Universidad de Valencia. juan.f.sanchez@uv.es

María Dávila, ICMM, CSIC. mdavila@icmm.csic.es

José Ávila, ICMM, CSIC. avila@lure.u-psud.fr

Motivación:

La necesidad de estudiar con resolución química procesos que ocurren a presiones cercanas a la atmosférica y que son de alta relevancia tecnológica es la motivación principal de este proyecto. Sólo existen dos iniciativas de este tipo en funcionamiento en el mundo, la línea 9.3.2 de la ALS y la U49.2 en BESSY. Actualmente existe una tercera en construcción. Es un caso científico pluridisciplinar, con especial impacto en las áreas de catálisis, química de superficies y medio ambiente. La novedad de este campo no tiene aún reflejo en la bibliografía científica. Las particulares características de AURORA (alto brillo y microfoco) hacen que se pueda disminuir el tamaño del poro en el analizador de entrada y por tanto aumentar la eficiencia y la presión de trabajo.

Caso científico

1. Descripción a nivel atómico de las reacciones de superficie en condiciones realistas de presión y temperatura. En particular procesos de corrosión y medio ambiente. Por ejemplo, estudio de sensores de gases en condiciones de funcionamiento
2. Interacción de moléculas con superficies. En particular, separación de la contribución de los átomos de superficie y estudio de sus modificaciones por adsorción o por tratamiento térmico en vacío.
3. Estado químico de especies adsorbidas (CO, NO, hidrocarburos ligeros) sobre materiales catalizadores policristalinos (incl. polvo prensado).
4. En ambos casos es interesante realizar estudios en equilibrio con la fase gaseosa a temperatura controlada.
5. Estudio de material en medio acuoso: Procesos biológicos, membranas, ‘mojado’ de superficies

Requerimientos técnicos

Rango de energía desde 80 hasta 1500 eV; poder de resolución del orden de 10^4 en el monocromador, resolución de al menos 50 meV en el analizador.

Focalización en la muestra, al nivel necesario para no limitar la resolución del analizador (10-100 μm).

Esta aplicación requiere instrumentación muy especial: la cámara en que se encuentre la muestra debe poder situarse durante la medida bajo presión de gas (> 1 mbar), y el sistema debe tener elementos de bombeo diferencial que permitan al analizador de electrones mantenerse en ultra alto vacío

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. A. Fernández *et al.* J. Phys. Condens. Matter **7** (1995) 7781
2. S. R ath, F. Gracia, F. Yubero, J.P. Holgado, A.I. Martin, D. Batchelor, A.R.Gonz alez-Elipse Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B **200** (2003) 248
3. D.F. Ogletree *et al.* Rev. Sci. Instruments **73**, 3872 (2002)

5.- Dicro ismo con fotoemisi n y absorpci n

Promotores

F.J.Palomares. Instituto Ciencia de Materiales de Madrid, fjp@icmm.csic.es

Yves Hutell. Instituto Ciencia de Materiales de Madrid, hutell@icmm.csic.es

Motivaci n:

El estudio de los fen menos magn ticos mediante t cnicas de fotoemisi n y absorpci n es uno de los campos que m s desarrollo ha experimentado en los  ltimos a os. Estas t cnicas permiten combinar una preparaci n controlada y cuidadosa de las muestras en UHV con un an lisis completo de sus propiedades electr nicas y de su ordenaci n magn tica, con la especificidad y sensibilidad que alcanzan las t cnicas de fotoemisi n y absorpci n.

Caso cient fico

Caracterizaci n qu mica de superficies, intercaras, capas muy delgadas, multicapas/superredes, “arrays” de nanoestructuras, etc, incluyendo informaci n del perfil de profundidad” en combinaci n con caracterizaci n magn tica y de estructura electr nica.

Estudio de materiales magn ticos blandos desordenados y policristalinos en l minas delgadas, multicapas, nanop rticulas y en forma de patrones realizados por litograf a

Requerimientos t cnicos

Alto flujo de fotones sobre la muestra. Poder de resoluci n $>10^4$ en toda la gama de energ a. El tama o del haz de al menos 50 μm . El monocromador debe cubrir los bordes de absorpci n $L_{2,3}$ de los principales metales de transici n 3d, por lo que el rango de 100 a 2000 eV es ideal. Gran estabilidad del haz a la entrada de la estaci n experimental y sobre la muestra. Posibilidad de cambiar r pidamente de luz polarizada circularmente a polarizada linealmente. Estaci n experimental con c mara de preparaci n; posibilidad de acoplar una campana de tipo “flipper” para hacer dicro ismo.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relaci n a esta t cnica:

1. Y. Hutell, G. Van der Laan, T. K. Johal, N. D. Telling and P. Bencok.. Physical Review B **68**, 174405 (2003).

2. Y. Huttel, G. Van der Laan, C. M. Teodorescu, P. Bencok, S. S. Dhesi.. Physical Review B 67, Brief Report, 052408 (2003).
3. J. Sánchez.Benítez, A. de Andrés, C. Prieto, J. Ávila, L. Martín-Carrón, J.L. Martínez, J.A. Alonso, M.J. Martínez-Lope and M.T. Casais. enviado Appl. Phys, Lett
4. J. Díaz, N. Hamdan, P. Jalil, Z. Hussain, S. M. Valvidares and J. M. Alameda. IEEE Transactions on Magnetism 38 (2002) 2811-2813

6.- Difracción de superficies genérica

Promotores

M.J. Capitán, Instituto de Química-Física Rocasolano (Madrid), capitán@iem.cfmac.csic.es
 J. Alvarez, Universidad autónoma de Madrid, Jesús.alvarez@uam.es

Motivación:

Una línea que incluya un difractómetro genérico y que considere tanto a una amplia variedad de configuraciones experimentales como de temas científicos, es siempre de alto interés para la comunidad de usuarios de sincrotrón. Esta línea dará cabida a un elevado número de usuarios de diversas especialidades.

Caso científico

1. Determinación estructural mediante difracción de capas y moléculas adsorbidas en celda electroquímica y en solución acuosa (intercaras sólido/líquido)
2. Realización de experimentos de absorción EXAFS sobre líquidos para estudiar moléculas biológicas como proteínas y sus transformaciones.
3. Estudio de óxidos magnetorresistivos, semiconductores magnéticos diluidos (DMS) y metales nanoparticulados
4. Difracción en láminas delgadas epitaxiales y heteroestructura con estructura nanométrica: determinación de la estructura de las láminas, de las interfases y de la superficie. Correlación con las propiedades magnéticas y el magnetotransporte.
5. Tamaño y distancias de correlación en nanopartículas

Requerimientos técnicos

Línea de luz: energía sintonizable en el rango 4.5-30 keV, poder de resolución de 10^4 con alto flujo y baja divergencia.

Estación experimental: goniómetro con geometría fija de la superficie de la muestra respecto al haz, con una configuración abierta para instalar distintos entornos de muestra, como celdas electroquímicas, hornos, criostatos, cámaras de UHV, cámaras de alta presión, etc. Capacidad de operar en configuración vertical y horizontal. Posibilidad de insertar una lámina de cuarto de onda para experimentos de difracción magnética.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

- 1 J. Alvarez, E. Lundgren, X. Torrelles, H. Isern, K.F. Peters, P. Steadman, S. Ferrer “Magnetization of the Pt in the Co/Pt(110) system investigated with surface x-ray diffraction. Evidence for in-plane anisotropy” Phys. Rev. B 60, 10193 (1999).ç
- 2 P. Steadman, K. Peters, H. Isern, J. Alvarez, S. Ferrer “Interaction of CO with the reconstructed Au(111) surface near atmospheric pressures” Phys. Rev. B. 62, 2295 (2000).
- 3 T. Grenet, F. Giroud, J.L. Joulaud and M.J. Capitán “Real time study of the quasicrystal formation in annealed AlCuFe metallic multilayers”. Mat. Sci. Eng. A- Struc. 294 (2000) 838-841
- 4 M.J. Capitán, et al., “The ID01 beamline at the ESRF: the diffuse scattering technique applied to surface and interface studies” Physica B 283, 256 (2000)

- 5 Capitan MJ, Alvarez J "Icosahedral quasicrystals applied as a harmonic-free crystal analyser", *J. Appl. Cryst.* 33 888 (2000)
- 6 Alvarez, J.; Paisier, E.; Capitan, M.J., "An automatic attenuator device for x-ray detectors at high counting rate" *Rev. Sci. Instrum.*, 73 (7), 2788-2790 (2002).
- 7 Robach O, Quiros C, Steadman P, Peters KF, Lundgren E, Alvarez J, Isern H, Ferrer S. "Magnetic anisotropy of ultrathin cobalt films on Pt(111) investigated with x-ray diffraction: Effect of atomic mixing at the interface", *Phys. Rev. B* 65, 054423 (2002).
- 8 Capitan MJ, Alvarez J, Prejean JJ, et al. "Conductivity and superlattice ordering in an icosahedral Al-Pd-Mn phase", *Phys. Rev. B* 68, 064203 (2003).
- 9 C. Vericat, M. E. Vela, G. A. Andreasen, R. C. Salvarezza, F. Borgatti, R. Felici, T.-L. Lee, F. Renner, J. Zegenhagen, J.A. Martín-Gago. *Phys. Rev. Lett.* **90**, 75506 (2003)
- 10 A.de Andrés, J. Rubio, S. Taboada, G. Castro, J.L. Martínez, J. Colino. *Appl. Phys. Lett.* **83**, 713 (2003).
- 11 Esther Barrena, Elisa Palacios-Lidón, Carmen Munuera, Xavier Torrelles, Salvador Ferrer, Ulrich Jonas, Miquel Salmeron, and Carmen Ocal. *J. Am. Chem. Soc.* **126**(1), 385 (2004)
- 12 J. Gustafson, A. Mikkelsen, M. Borg, E. Lundgren, L. Köhler, G. Kresse, M. Schmid, P. Varga, J. Yuhara, Xavier Torrelles, C. Quiros, y N. J. Andersen, *Phys. Rev. Lett.* (2004) (en prensa).

Notas adicionales de la mesa 3

- 1.- Existe un proyecto de línea de luz detallado, presentado por Jesús Alvarez y M. José Capitán y que abarca el caso 6.
- 2.- Existe superposición en las áreas de microscopía y dicroísmo (puntos 3 y 5 de este documento) con otras mesas, particularmente, casos similares se han considerado en la mesa no.2 de estructura electrónica.
- 3.- Un primer análisis de los requerimientos técnicos de los casos expuestos sugiere que son compatibles con dos líneas de luz, una en el rango de energías de varios keV, y otra en el rango de 7-1500 eV.

Informe de la Mesa 4 "Química"

Coordinadores: Adela Muñoz Páez ICMSE, CSIC-Universidad Sevilla (adela@us.es)
Agustín Rodríguez González-Elipse.ICMSE, CSIC-US (arge@icmse.csic.es)

El trabajo de esta mesa se ha centrado en la Espectroscopia de Absorción de rayos X (EARX) en el rango de Rayos X duros ($E > 4$ keV). Aunque por motivos prácticos se mantendrá la denominación de "Química", en el futuro debe darse por entendido que los trabajos de esta mesa se refieren en lo fundamental a la utilización del conjunto de espectroscopias relacionadas con la EARX en ese rango de energías. La comunidad de usuarios de RS española en este campo es una de las más antiguas y numerosa. Durante los trabajos que se desarrollaron en la reunión de Málaga, se contó con una participación muy activa de un número muy amplio de grupos e investigadores y se pudieron identificar tanto a nuevos usuarios como establecer un mapa bastante ajustado de la actividad científica en el tema.

En el ANEXO se incluye una relación de usuarios actuales entendiéndose por esto los que han sido científicos responsables de uno o varios proyectos en fuentes de radiación sincrotrón. Asimismo se indica el número de científicos permanentes asociados con cada uno de ellos. En los casos en que se disponía de la información, se han excluido los proyectos de fuentes de Radiación sincrotrón no correspondientes a EARX. Como se puede observar en dicha tabla, se contabilizan un total de 230 proyectos de investigación concedidos en los últimos 4 años, y un total de 184 científicos de plantilla involucrados en ellos. También se incluyen otros grupos con interés en la EARX pero que todavía no tienen una experiencia directa en la técnica, a los cuales corresponde un 0 en proyectos concedidos en fuente de RS. Los promotores, con un nivel de compromiso más definido en el desarrollo de la EARX en AURORA y que se han interesado y/o responsabilizado del desarrollo de alguno de los temas científicos que se describen en la segunda parte de este documento, figuran al final de la lista. Asimismo, entre los usuarios cualificados hay dos científicas que han sido responsables de estaciones del ESRF, S. Díaz Moreno en la ID24 durante 5 años, y G. Subías en la BM39 durante 2 años. La primera es actualmente científica en la línea de Microfoco de DIAMOND y la última se encarga de la puesta a punto de la parte de ARX de la línea SPLINE, en el marco de un contrato de investigación Ramon y Cajal concedido a tal efecto. Por último, cabe señalar que en esta comunidad los intereses son muy convergentes, y no hay propuestas excluyentes.

Promotores que participan directamente en la elaboración del proyecto científico además de los coordinadores de mesa:

Carlos Prieto. ICMM, CSIC. cprieto@icmm.csic.es.

M^a Luisa Fernández-Gubieda. Universidad del País Vasco. malu@we.lc.ehu.es.

Joaquín García Ruiz. ICMA, CSIC- Universidad Zaragoza. jgr@posta.unizar.es.

Jesús Chaboy Nalda. ICMA, CSIC- Universidad Zaragoza. jchaboy@posta.unizar.es.

José Carlos Conesa Cegarra. ICP, CSIC. jconesa@icp.csic.es.

Casos científicos seleccionados en Espectroscopías de Absorción de Rayos X

Una de las actividades de la mesa de "Química", además de la identificación de los grupos interesados en la utilización de la EARX y de las metodologías específicas necesarias en cada caso, fue la definición de los temas científicos que se abordarían mediante esta técnica en el caso de que estuviese disponible en AURORA. Una apreciación primera de los temas suscitados es que abarcan una gran variedad de campos científicos, planteándose aproximaciones tanto de nivel muy básico como otras de carácter más aplicado. Es muy probable que, dada la gran variedad de temas y proyectos propuestos, una línea de EARX fuese la que abarcara la variedad más amplia de temas y proyectos, tanto en Química como en Física y Biología, entre todas las demás líneas. En este sentido cabe también señalar que los planteamientos que se hicieron no sólo se limitaron a

considerar la investigación que los grupos están actualmente desarrollando sino, sobre todo, las tendencias futuras es esos campos y las necesidades que las mismas plantearán en relación con la utilización de la EARX.

Una de la principales conclusiones de esta mesa de trabajo es que las necesidades de la amplia comunidad española trabajando con EARX no puede ser satisfecha con la construcción de una única línea de experimentación. De hecho, la espectroscopía de absorción y las técnicas relacionadas constituyen un núcleo experimental claramente identificado dentro de una instalación de RS. La proposición de esta mesa tiende a considerar un proyecto unitario que evolucione de manera progresiva partiendo de unos mínimos claramente establecidos.

A continuación se hace una breve descripción de los temas científicos que los distintos grupos han propuesto desarrollar mediante la EARX, así como de las innovaciones más significativas que se pretenderían abordar dentro de cada uno de esos campos.

Materiales (MAT)

La EARX es una herramienta ampliamente utilizada por la comunidad científica española que se ocupa del estudio de los materiales. Existen numerosos ejemplos de utilización en campos como los pigmentos, nanopartículas, cerámicas, monocristales dopados, centros de color, metalurgia, etc. En la mayor campo de los casos el interés de la utilización de la EARX es la determinación de los entornos locales de coordinación en torno a elementos metálicos. Aunque las aproximaciones más clásicas implican la caracterización de muestras en forma de polvo, monolitos, etc, en los últimos años se está abriendo más campo la posibilidad de desarrollar estudios “in situ” con el material integrado en el dispositivo donde funciona. Un ejemplo discutido en la reunión de Málaga es el estudio bajo condiciones de operación de *sistemas electroquímicos en estado sólido*. Bajo este concepto se pueden considerar no sólo las pilas y baterías, sino también otros dispositivos como las celdas de combustible o los recubrimientos electrocromicos. En todos estos campos, parece que de nuevo las previsiones de desarrollo futuras pasan por la combinación de la EARX con *técnicas de difracción* y el desarrollo de metodologías específicas que permitan el estudio “in situ” bajo las condiciones de proceso.

Catálisis (CAT)

Los catalizadores, particularmente los heterogéneos, contienen frecuentemente sus elementos activos en muy pequeña cantidad (a veces <1% en peso) y/o en estado desordenado, por lo que su estructura no puede determinarse por difracción o TEM. La EARX, mediante el análisis de su estructura fina (XAFS) permite determinar su entorno atómico o químico y de valencia sin restringirse a condiciones de alto o ultra-alto vacío. De especial relevancia es la posibilidad de realizar tal estudio *in situ*, con el catalizador actuando bajo condiciones análogas de temperatura, presión y mezcla gaseosa que en su aplicación real. Este es un campo de trabajo con una gran tradición entre la comunidad científica española, habiendo grupos de trabajo en los centros del consejo de Madrid Zaragoza, Sevilla, así como en la Universidad de Málaga que trabajan en el desde hace mas de diez años.

Entre los objetivos científicos de futuro reseñados en este campo, cabe mencionar el desarrollo de una tecnología específica para el trabajo “in situ” en condiciones de alta presión y la posibilidad de hacer medidas con una gran resolución temporal.

Láminas delgadas y recubrimientos (LDR).

Uno de los retos de la absorción de rayos X en los sólidos en forma de lámina delgada consiste en el estudio de las propiedades estructurales y electrónicas del material presente en forma de lámina en función de la profundidad o distancia a la superficie. Estos estudios son de gran importancia para la caracterización de una gran variedad de sistemas de interés en campos tanto en la frontera del desarrollo científico como de aplicación tecnológica. Una descripción no exhaustiva de los mismos

incluye a capas o multicapas magnéticas (por ejemplo las válvulas de spin formadas por tres capas, dos ferromagnéticas separadas por una no-ferromagnética), recubrimientos duros, barreras térmicas, la modificación superficial por efecto de la corrosión, etc.

Para el estudio de láminas delgadas, la necesidad fundamental consiste en resolver el problema de la detección de la señal de absorción mediante un sistema de conversión para la colección emisión de electrones. Un método muy innovador consiste en la utilización de la técnica denominada REFLEXAFS en la que se usa el espectro de reflectividad de rayos X de la muestra por encima del ángulo crítico.

Alta presión (AP)

La utilización de la EARX para estudiar sistemas bajo alta presión tiene una gran interés para el estudio de fenómenos como las transiciones de fase (sólido-sólido, líquido-sólido o líquido-líquido), líquidos bajo presión o magnetismo bajo altas presiones. La importancia de este tipo de trabajos es muy grande para una gran variedad de disciplinas como la ciencia de materiales, la geoquímica o, incluso, la astronomía. La información proporcionada por la EARX bajo presión complementa la proporcionada por la difracción de rayos X y se caracteriza por requerir entornos de muestra bien controlados y muy exigentes en cuanto a tamaño de haz, flujo de fotones, etc. La apuesta de futuro de los grupos que apoyan esta propuesta se centra en aplicación de métodos combinados de EARX junto con difracción y en el avance en desarrollo de entornos de muestras para condiciones más extremas.

Magnetismo (MAG)

El objetivo fundamental es la incorporación de la técnica de dicroísmo magnético circular a la absorción de rayos-x (XMCD) junto con la determinación del entorno local propia de la EARX de alta energía. Este método permite detectar selectivamente el momento magnético orbital y de spin del elemento magnético y, a partir de esta información, determinar ciclos de histéresis específicos, la aparición de momentos magnéticos inducidos, la re-orientación de spin, determinar el carácter ferromagnético, estudiar el acoplamiento spin-órbita que determina la anisotropía magnética, etc. Para todos estos estudios, la necesidad de utilizar altas energías procede de la alta energía de enlace de los niveles electrónicos a lo largo de los elementos de la tabla periódica.

Desde un punto de vista instrumental y de desarrollo, una línea de XMCD es totalmente compatible con una de EARX convencional, requiriendo la incorporación de una lámina de cuarto de onda para polarizar la luz a izquierda y derecha. El énfasis vino puesto sobre el desarrollo de metodologías innovadoras y estaciones experimentales finales donde el control magnético y de los tratamientos de la muestra sea más exigente. La potencialidad y flexibilidad de este tipo de espectroscopia es tal, que permitiría la instalación junto al XMCD de otras técnicas relacionadas como pueden ser el XRMS (x-ray resonant magnetic scattering) y la microscopía de fotoemisión (XPEEM).

Química en disolución (QD, QC)

La aplicación de la EARX al estudio de especies en disolución, con la única restricción de que el sistema objeto de estudio sea un elemento pesado ($Z > 20$), ha proporcionado un conocimiento más realista de lo que hasta ahora se suponía una simple réplica de la estructura en estado sólido cristalino. Así por ejemplo ha revelado que el proceso de disolución puede inducir grandes cambios estructurales tales como la modificación drástica de la primera esfera de coordinación. Al no haber limitaciones respecto al disolvente y poder trabajar en un amplio rango de temperaturas y concentraciones, los campos de aplicación son muy variados, estando la mayor parte de ellos aun por explorar. Por otro lado, la posibilidad de estudiar especies discretas permite hacer desarrollos metodológicos impensables de momento en otras áreas tales como catálisis heterogénea o materiales, donde el tamaño y la complejidad de las especies involucradas lo hacen inviable. Entre estos desarrollos cabe señalar la combinación con métodos numéricos tales como dinámica

molecular y cálculos mecano cuánticos. Por ejemplo, la combinación de la espectroscopia EXAFS con DM puede permitir la obtención de manera independiente los factores de desorden. En cuanto a incidencia de los desarrollos metodológicos y técnicos, cabe señalar que la posibilidad de registrar espectros con resolución temporal abre la posibilidad de resolver las estructuras de intermediatos de reacción y arroja nueva luz sobre el estudio de los mecanismos de reacción, mientras que la optimización de los métodos de focalización y detección que permiten trabajar en sistemas ultra diluidos, expande el campo de estudio a especies escasamente solubles o inestables. Ambos desarrollos instrumentales, resolución temporal y sistemas ultra diluidos son de aplicación directa en campos cuyo objeto de estudio es la estructura de especies en disolución tales como catálisis heterogénea, sistemas biológicos o medio ambiente en la vertiente del estudio de contaminación de aguas y suelos.

Sistemas biológicos (SB)

La aplicación de la EARX a elementos pesados integrantes de sistemas biológicos se limita en España a los últimos 2-3 años, en los cuales han realizado experimentos grupos de Zaragoza, Sevilla y Madrid. Un ejemplo clásico es la caracterización estructural de los sitios de unión de cationes en proteínas. Frente a los métodos convencionales de difracción, la EARX presenta la ventaja de no requerir la cristalización de las muestras y la de poder estudiar los sistemas biológicos en condiciones fisiológicas de pH, T y fuerza iónica, pudiendo alterarlas durante la medida si el experimento lo requiriese. Algunos ejemplos típicos de grupos españoles que pueden mencionarse son el Diseño de biosensores o el Nanopartículas Metálicas funcionalizadas con moléculas orgánicas. Las características más singulares de este tipo de experimentos son el trabajo con muestras diluidas que requiere una condiciones de luz muy exigentes en flujo y la posibilidad de realizar experimentos resueltos en tiempo al variar las condiciones del entorno de muestras.

Medio ambiente (MA)

Los trabajos de la mesa han puesto de manifiesto el gran interés que despierta la utilización de la EARX para el estudio de problemas relacionados con la contaminación medioambiental. El objetivo de estos trabajos es la determinación de los mecanismos de fijación de especies químicas (generalmente cationes de metales de transición y pesados) a determinadas fases. Otros temas relacionados que surgieron fueron el estudio de óxidos de hierro amorfos o el desarrollo de sistemas específicos de detección. En la mayor parte de los casos un problema fundamental en este campo suele ser el de los límites de detección que deben hacerse muy exigentes para poder analizar con precisión muestras con contenidos muy bajos de contaminantes.

El desarrollo futuro en este campo se centra en el estudio de procesos en interfases líquido-sólido y en poder realizar estudios dinámicos en función del tiempo. Todo ello requerirá el desarrollo de instrumentación y metodologías específicas, así como grandes exigencias de haz.

Desarrollos instrumentales y/o metodológicos (DIM)

La evolución futura de la investigación futura utilizando la EARX y su aplicación a los distintos campos y temas de trabajo va a venir estrechamente ligada con el desarrollo de nuevas metodologías científicas. En este sentido la mesa de "Química" se planteó cuales serían en un futuro los campos en los que se debería incidir para colocar la investigación española usando la EARX en la frontera del desarrollo a escala mundial. Algunas de los nuevos proyectos que se pretenden introducir giran en torno a la incorporación de las metodologías científicas que se mencionan a continuación. Conviene hacer notar en este sentido que en este primer resumen de actividades de la mesa de "Química" no se han pretendido reflejar las implicaciones que esos nuevos desarrollos en la definición de las características técnicas de posibles líneas de luz, sino plantear el proyecto científico que la comunidad española pretender desarrollar utilizando la EARX en AURORA.

-*Medidas combinadas de EARX y difracción de rayos X* (mencionado en MAT, AP, CAT)

-*Medidas resueltas en tiempo* (mencionado en CAT, MAT y MAG, SB)

-*Microscopía de absorción de rayos X.* (MRX) Se planteó este desarrollo como una posibilidad de gran interés futuro al permitir hacer mapas de composición/coordenación e, incluso nanotomografía hasta escalas de 500nm de resolución. El estudio de tejidos celulares, partículas extraterrestres, otros materiales exóticos o de detección de daño en circuitos integrados fueron algunas de las posibles aplicaciones que se discutieron en la reunión, junto con una breve discusión de dificultades técnicas y las ventajas que aporta (por ejemplo esta microscopía no precisa trabajar en vacío).

-*Espectroscopia de emisión de rayos X.* (XES). La detección con gran resolución de los rayos X emitidos después de la fotoionización primaria de los elementos está abriendo paso a una gran variedad de posibilidades técnicas que permiten tanto ampliar la calidad de los espectros de absorción como abrir nuevas posibilidades para caracterizar la estructura electrónica de materiales y compuestos. La posibilidad de amortiguar la dispersión inelástica, la mejora de la resolución en los espectros de absorción, la incorporación de espectroscopias resonantes, la realización de XANES resuelto en spin, especiación en catálisis, etc. son algunas de las aplicaciones que se discutieron en la mesa y que suscitaron un gran interés, tanto por parte de los presentes con especialización mas fundamental como de los que tienen un carácter mas aplicado.

- *Medida de elementos trazas: Espectrometría de fluorescencia de rayos X para* (EFR), de la que hasta la fecha sólo existe experiencia en Spring-8, dado que exige la utilización de luz de un sincrotrón de tercera generación. Alternativamente se estan realizando medidas de elementos traza empleando sistemas de focalización especiales tales como el de la estación X27 A de la fuente NSLS. Ambas técnicas son de gran interés para los grupos de química analítica y medioambiental así como por los que trabajan en materiales y gases.

Lineas propuestas

Como se ha comentado y detallado anteriormente, las necesidades de la comunidad de usuarios española de EARX no pueden ser satisfechas mediante la construcción de una única línea experimental. La primera de ellas, para los estudios “convencionales” de absorción de rayos-x y REFLEXAS, se podría instalar sobre un wiggler dado que requiere un alto flujo de fotones para el rango de energía de 4-24 keV . Asimismo, la evolución de nuevas técnicas, hace patente la necesidad de construir una segunda línea a partir de un ondulator lineal para satisfacer las necesidades de alto flujo necesarias para la detección en sistemas ultradiluidos, así como de espectroscopía de emisión de Rayos X (XES) y absorción magnética XMCD (con sus técnicas relacionadas como XRMS e incluso XPEEM). Podríamos incluso sugerir la construcción de una línea sobre un ondulator lineal para el estudio de sistemas ultradiluidos y XES, mientras que los experimentos de magnetismo serían instalados a partir de un ondulator helicoidal, pero queremos resaltar que esta mesa pretende aunar esfuerzos y optimizar los recursos del futuro sincrotrón. Por ello, resulta evidente la necesidad de coordinación con la dirección del sincrotrón incluso antes de comenzar la realización de los proyectos de línea que se presentarán al SAC.

Finalmente, queremos añadir que esta mesa ha determinado el creciente interés en la realización de experimentos resueltos en tiempo, para lo cual la construcción de una línea con óptica en modo dispersivo es necesaria. Las características de este tipo de línea harían factible la realización de experimentos bajo presión, etc. Sin embargo, basándonos en las intervenciones escuchadas en la Mesa, sería necesaria una definición más precisa de esta línea.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

- *Limitation of Extended X-ray Absorption Fine Structure analysis for structural determination: the role of multielectron excitations at the Y and Br K-edge* J. Chaboy, Adela Muñoz-Páez and Sofia Díaz-Moreno *Chemistry: A European Journal* 7, 1102 (2001).

- *Characterization of trace Nd and Ce site preference and coordination in natural melanites: a combined X-ray diffraction and high energy XAFS study* S. Quartieri, F. Boscherini, J. Chaboy, M.C. Dalconi, R. Oberti, A. Zanetti., *Phys. Chem. Minerals* 29, 495-502 (2002) .
- *Modification of the magnetic properties of the R₂Fe₁₄B series (R= rare-earth) driven by hydrogen absorption.*J. Chaboy and C. Piquer. *Phys. Rev. B* 66, 104433 (2002).
- *Relationship between hydriding and Nd magnetic moment in Nd₂Fe₁₄B.* J. Chaboy, C. Piquer, N. Plugaru, H. Maruyama, N. Kawamura, M.Suzuki.*J. Appl. Phys.* 93, 475 (2003)
- M. C. Sánchez, G. Subías, J. García and J. Blasco. *Phys. Rev. Lett.* **90** 045503/1-4 (2003)
- J García, G Subías, M G Proietti, H. Renevier, Y. Joly, J. L. Hodeau, J. Blasco, M. C. Sánchez and J. F. Bézar J F, *Phys. Rev. Lett.* **85** 578 (2000).
- L. M. García, J. Chaboy, F. Bartolomé, J.B. Goodkoop *Phys. Rev. Lett.* **85**, 429 (2000).
- *Influence of the Short Range Structural Properties on the Elastic Constants of Si/Ge Superlattices*”, C. Prieto, A. de Bernabé, R. Castañer, A. Muñoz-Martín, R.J. Jiménez-Rioboó, M. García-Hernández and A. de Andrés, *J. Phys.: Condens. Matt.*, 12, 2931-2943 (2000).
- *Magnetic behavior of oxidized iron thin films prepared by at very low temperatures* A. Muñoz-Martín, C. Prieto, C. Ocal, J.L. Martínez and J. Colino, *Surf. Sci.* 482-485, 1095-1100 (2001).
- *Angle dependence of the O K edge absorption spectra of TiO₂ thin films with preferential texture* S. Rãth, F. Gracia, F. Yubero, J.P. Holgado, A.I. Martin, D. Batchelor, A.R. González-Elipe, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 200 (2003) 248-254.
- *Low-temperature preparation and structural characterization of Pr-doped ceria solid solution* E. López-Navarrete, A. Caballero, A. R. González-Elipe, M. Ocaña, *J. Mater. Res.* 17 (2002) 797-804.
- *Molecular Dynamics based investigation of scattering path contributions to the EXAFS spectrum: The Cr³⁺ aqueous solution case.* P.J. Merklng, A. Muñoz-Páez, J. M. Martínez, R.R.Pappalardo, E. Sánchez Marcos.*Physical Review B.* **64** 012201 (2001).
- *Exploring de Capabilities of X-ray Absorption Spectroscopy for determining the structure of electrolyte solutions: Computed spectra fro Cr³⁺ and Rh³⁺ in water based on molecular dynamics,* P.J. Merklng, A. Muñoz-Páez E. Sánchez Marcos, *J. Amer. Chem. Soc.* **124**, 10911 (2002).
- *Experimental evidences of new nitrogen containing phases of alloyed elements in hardened ferritic steels.* A. Muñoz-Páez, J. I. F. Peruchena, J. P. Espinós, A. Justo , F. Castañeda, S. Díaz -Moreno, D. T. Bowron, *Chemistry of Materials* **14**, 3220 (2002).
- *Behavior of Bimetallic Pd-Cr/Al₂O₃ and Pd-Cr/(Ce,Zr)O_x/Al₂O₃ Catalysts for CO and NO Elimination* M. Fernández-García, A. Martínez-Arias, A. Iglesias-Juez, A.B. Hungría, J.A. Anderson, J.C. Conesa, J. Soria, *J. Catalysis* 214 (2003) 220.
- *Nature and Catalytic role of Active Silver Species in the lean NO_x Reduction with C₃H₆ in the presence of Water* A. Iglesias-Juez, A.B. Hungría, A. Martínez-Arias, A. Fuerte, M. Fernández-García, J.A. Anderson, J.C. Conesa, J. Soria; *J. Catalysis* 217 (2003) 310.
- *Direct experimental evidence of an anomalous Co segregation in CoCu granular alloys and its influence on magnetoresistance* M.L. Fdez-Gubieda, A. García Prieto, A. García-Arribas, C. Meneghini, S. Mobilio, *Europhysics Letters* **59** (6) (2002) 855-861.
- *Correlation among the structural and magnetic properties of CoCu granular alloys* García Prieto, M.L. Fdez-Gubieda, C. Meneghini, A. García-Arribas. *Journal Applied Physics*, vol. 91 n.10 8596-8598 (2002).
- *Microstructural and magnetic evolution upon annealing of ginat magnetoresistance melt-spun Co-Cu granular alloys* García Prieto, M.L. Fdez-Gubieda, C. Meneghini, A. Gracia-Arribas, S. Mobilio. *Physical Review B* **67** (2003) 224415 - 224426.

Informe de la Mesa 5 "Materia Condensada Blanda y Materiales Biológicos"

Coordinadores: Tiberio Ezquerro Sanz (imte155@iem.cfmac.csic.es)
José López Carrascosa (jlcarras@cnb.uam.es).

Los coordinadores de la mesa han realizado un trabajo previo que ha permitido detectar una serie de temas científicos en las áreas de Materia Condensada Blanda y Materiales Biología que justificaban trabajar en la elaboración de dos propuestas de línea para AURORA.

En la reunión de la mesa durante la Reunión Nacional de Usuarios de Radiación Sincrotrón (Málaga, Febrero 2004) se planteó ante la comunidad de materia condensada blanda y materiales biológicos las diferentes alternativas. Se trató de detectar otras posibilidades en base a los casos científicos que se podrían plantear en ambas comunidades. Tras una discusión abierta se definieron las siguientes posibilidades:

1) Propuesta de línea de Microdifracción SAXS-WAXS

2) Propuesta de línea de Microscopía de rayos X (energía dura)

La descripción de estas dos propuestas se detalla más adelante.

Asimismo, en el contexto de la discusión general aparecieron otras propuestas.

A) Microscopía Infrarroja+Fluorescencia temporal (tiempo de vida)

La combinación de la radiación sincrotrón con la microespectroscopia IR permite obtener espectros IR con una alta relación señal/ruido, y con alta resolución espacial al límite de difracción ($\approx \lambda/2$ en un sistema confocal). Se comentaron el gran abanico de aplicaciones científicas que existen en la actualidad, destacando en particular las aplicaciones a materiales biológicos y medicina, y materiales poliméricos, y se resaltó la versatilidad de la técnica. Así mismo, se habló sobre la posibilidad de la combinación de IR con experimentos de fluorescencia en tiempo real en una misma línea, debido a la proximidad de los intervalos de energía en las dos técnicas así como la posibilidad de aprovechar la naturaleza pulsada del haz de luz sincrotrón para estudios de tiempo de vida..

Se acordó que ambas ideas fueran trabajadas por sus proponentes (Gary Ellis y Fermín Morales) para evaluar su viabilidad como futuras propuestas de línea.

B) Microscopía de baja energía (ventana del agua)

En el contexto de la discusión sobre aplicaciones de microscopía de rayos X, se propuso el estudio de las posibilidades de aplicaciones de microscopía de baja energía (ventana del agua) para las comunidades de polímeros, coloides y biólogos estructurales.

Se propuso un calendario de actuaciones que consiste en:

- 1) Se distribuirán entre los asistentes a la mesa redonda las propuestas ya definidas y los materiales de apoyo para la discusión de las otras posibilidades discutidas en la mesa. Estos documentos se distribuirán también entre toda la comunidad científica a la que se tenga acceso.
- 2) Hasta el mes de Junio se promoverán discusiones que puedan sustentar las posibles propuestas de manera que se definan las líneas de actuación para convocar una Reunión de Trabajo en el mes de Octubre.
- 3) En la reunión de trabajo se presentarán casos científicos que justifiquen las líneas en discusión. Se tratará de invitar a ponentes especialistas que puedan aportar información necesaria para la definición de las propuestas de línea para AURORA.
- 4) La reunión de Octubre deberá definir las propuestas concretas que se presentaran en el SAC de AURORA al comienzo de 2005.

I. Materia condensada blanda y luz sincrotrón

Promotores:

Tiberio Ezquerro. IEM, CSIC. imte155@iem.cfmac.csic.es

Mari Cruz García. IEM, CSIC. imtc304@iem.cfmac.csic.es

Aurora Nogales. IEM, CSIC. emnogales@iem.cfmac.csic.es

La investigación en materia condensada blanda supone un campo de investigación de carácter interdisciplinario que abarca diversas disciplinas que incluyen la física, la química, la biología y la ciencia de materiales. Esta comunidad incluye temas que van desde los coloides y fluidos complejos hasta polímeros y biopolímeros entre muchos otros.

1. Nanoestructuras en sistemas tensioactivos: control y aplicaciones biológicas

Los tensioactivos forman parte de multitud de productos actualmente comercializados. Su extraordinario interés radica en su amplia y versátil aplicación como solubilizantes, dispersantes, emulsionantes, humectantes, desinfectantes, conservantes, etc. Además, están implicados en numerosos procesos de fabricación industrial y biológicos. Las transformaciones estructurales que tienen lugar en sistemas tensioactivos son de gran importancia tanto en los procesos de preparación como de aplicación, en particular en su interacción con sistemas biológicos. Con el fin de establecer relaciones entre las propiedades, la estructura y la función de los sistemas tensioactivos, especialmente aquellos que contienen tensioactivos biocompatibles, conviene un estudio físico-químico que permita el diseño, desarrollo y caracterización de estos sistemas. Los resultados esperables son de gran importancia para campos tan diversos como: modelización in vitro de interacciones membrana-tensioactivo, formulación y vectorización de fármacos y comprensión de los mecanismos de preparación.

Así es imprescindible el uso de técnicas de elucidación de estructuras con elevada resolución espacial y temporal tales como la microdifracción de RX SAXS y/o WAXS que permitan el establecimiento de las estructuras iniciales de equilibrio u otras de pseudoequilibrio.

En este sentido, los problemas científicos fundamentales donde el uso de la luz sincrotrón está incidiendo de forma decisiva incluyen:

- a) Emulsificación por cambios de temperatura y composición
- b) Solubilización de liposomas y emulsiones
- c) Reconstitución de vesículas
- d) Transiciones fuera del equilibrio

2. Hacia una mejor comprensión y diseño de sistemas poliméricos nanoestructurados

La utilización de materiales poliméricos se ha venido incrementando de forma sustancial a las últimas década a la vez que se ha convertido en una de las principales actividades industriales de Europa empleando a más de 1.2 millones de personas. La producción industrial de polímeros se concentra en un 99 % en los polímeros standard, principalmente poliolefinas y de ingeniería.

Consecuentemente, adicionalmente al desarrollo de nuevos materiales poliméricos, existen algunas tendencias claras desde un punto de vista de la innovación científica y tecnológica:

- 1) Control de la arquitectura molecular y optimizado de los métodos de procesado de los materiales actuales.
- 2) Síntesis de nuevos materiales poliméricos para aplicaciones específicas: electroópticas, copolímeros en bloque, polielectrolitos, materiales inteligentes, etc.
- 2) Control de las propiedades a nivel molecular (autoensamblaje, nanoestructuración controlada etc) buscando nuevas aplicaciones.

3. Nanoestructuración intrínseca y jerarquía en los sistemas poliméricos

Debido a su gran longitud molecular las cadenas poliméricas que constituyen un polímero se auto-organizan jerárquicamente a distintos niveles estructurales (fig.m5). A escala molecular los cristales poliméricos(2a) forman: laminillas(2b) cristalinas separadas por fases amorfas que a su vez se organizan en esferulitas(2c). Las propiedades físicas de los polímeros vienen controladas de forma directa por la naturaleza y extensión de la estructura volúmica que desarrollan por lo que es fundamental una caracterización estructural precisa que requiere varias técnicas complementarias.

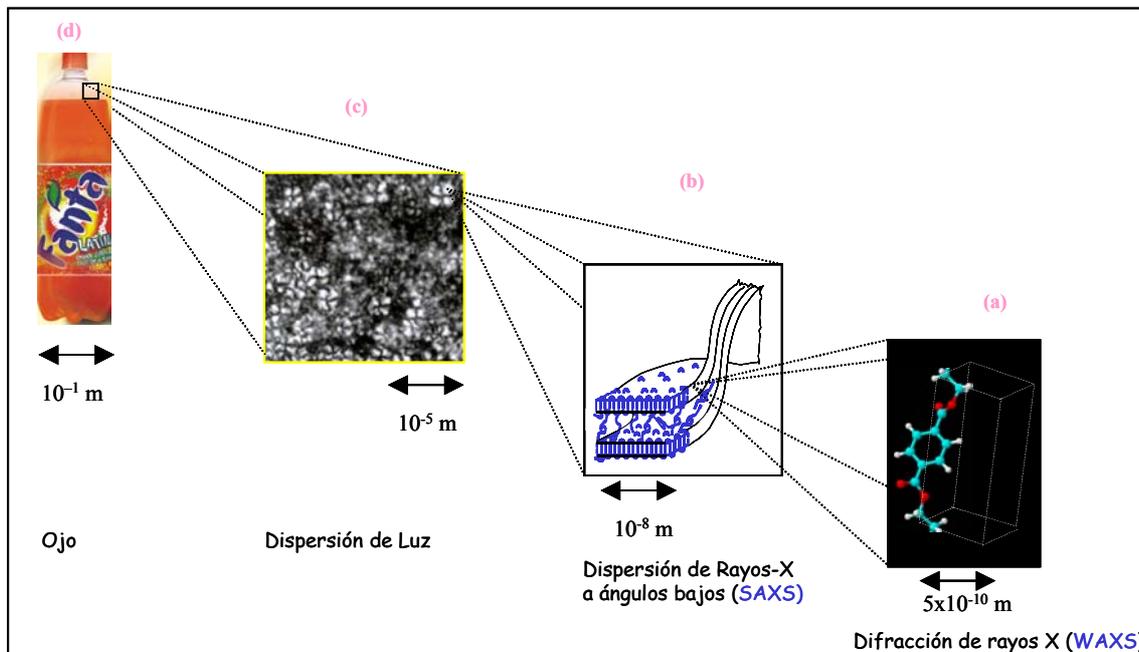


Fig.m5. Jerarquía de estructuras involucradas en los materiales poliméricos indicando diferentes técnicas necesarias para su caracterización en volumen

El uso de luz sincrotrón se ha revelado en los últimos años de absoluta necesidad para cumplir este objetivo por varias razones:

1. Posibilidad de simultanear medidas estructurales (Small and Wide angle X-ray scattering) con otras técnicas: Tracción mecánica, Reología, dispersión de luz, Calorimetría DSC, Espectroscopía infrarojo/raman, Espectroscopía dieléctrica etc.
2. Realización de experimentos con resolución temporal (10^{-3} s)
3. Posibilidad de realizar los experimentos anteriores con resolución temporal espacial: Microfoco
4. Caracterización y Optimización de procesos de procesamiento industriales "in situ".

El interés de la comunidad científica española de polímeros en la luz sincrotrón ha sido creciente en los últimos años. La gran labor de investigación realizada en este campo se ve reflejada en la gran cantidad de experimentos realizados en los diversos sincrotrones europeos (DESY, ESRF, Daresbury) y las publicaciones correspondientes así como por la calidad y cantidad de contribuciones presentadas en la última conferencia europea sobre el tema que tuvo lugar en Sheffield, UK (SRPS-2002) y donde se dieron cita los más reputados científicos internacionales. En particular, los problemas científicos fundamentales donde el uso de la luz sincrotrón está incidiendo de forma decisiva incluyen:

- a) Fenómenos de cristalización,
- b) Transiciones de fase en cristales líquidos y polímeros ferroeléctricos.
- c) Fenómenos de separación de fase en copolímeros y aleaciones poliméricas.
- d) Nanofilms y nanorecubrimientos (nanocoatings) poliméricos de aplicación en microelectrónica y sensores biológicos.

- e) Nanocomposites: Materiales poliméricos compuestos con nanoaditivos
- d) Biopolímeros y polímeros biodegradables
- f) Fibras de carbono activado

4. Necesidades experimentales en AURORA.

1. Una línea de microdifracción para SAXS y WAXS simultáneo con resolución espacial en el rango de 10^{-6} m. Rango de energía (8-15 keV, optimizado a 13 keV).

4. Grupos de Investigación

La comunidad de radiación sincrotrón en materiales condensada blanda tiene una larga tradición de más de veinte años. De todos los afiliados a la AUSE se han identificado un sub-conjunto de casi cincuenta personas interesadas y/o usuarias de SAXS. De entre todos los asistentes a la reunión de la AUSE (Málaga Febrero 2004), y sin menoscabo de que se pueda ampliar la lista siguiente, se han identificado los grupos específicamente interesados en participar en la elaboración de la propuesta que se detallan en el anexo.

5.- Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

1. *Morphological Alterations Induced by Temperature and Humidity in Ethylene-Vinyl Alcohol Copolymers*, A. López-Rubio, J.M. Lagaron, E. Giménez, D.Cava, P. Hernandez-Muñoz, T. Yamamoto, R. Gavara, *Macromolecules* 2003, 36, 9467-9476
2. *Supramolecular Layered Structures of Comb-like Poly(β -peptide)s Showing Thermochromic Properties*, S. Muñoz-Guerra, F. López-Carrasquero, C. Alemán, M. Morillo, V. Castelletto, I. Hamley, *Adv. Mater.* 2002, 14, No. 3,
3. *Drawing-Induced Mesophase in Amorphous Poly(ethylene naphthalate) Revealed by X-ray Microdiffraction* M. C. García-Gutiérrez, J. Karger-Kocsis, C. Riekkel, *Macromolecules* 2002, 35, 7320-7325.
4. *Polymorphic Transitions in Oligo(aryl ether ketone)s Studied by Real Time X-ray Scattering*. D.R. Rueda, F. Ania, F.J. Baltá-Calleja, I. Sics, *Macromolecules*, 22, 514, 2000.
5. *Synchrotron X-ray study of the phase transitions in liquid crystal polyesters derived from p,p'-bibenzoic acid and meso and R-3-methyl-1,6-hexanediol*, E. Pérez, A. del Campo, A. Bello and R. Benavente, *Macromolecules* 33, 3023-3030 (2000).
6. *Effect of the comonomer content on the permeation behavior in polyolefin films synthesized with metallocene catalysts*, M. F. Laguna, M. L. Cerrada, R. Benavente, E. Pérez, *J. Membrane Sci.* 212, 167-176 (2003)
7. *Direct Crystallization of Synthetic polymers by low-molar-mass self-assembled templates*, A. Nogales, R.H. Olley, G.R. Mitchell, *Macromol. Rapid Commun.* 2003,24, 496-502.
8. *Cold crystallization of poly(ethylene naphthalene-2,6-dicarboxylate) by simultaneous measurements of X-ray scattering and dielectric spectroscopy*, I. Sics T.A. Ezquerro, A. Nogales, Z. Denchev, S.S. Funari, *Polymer*, 1045-1049, 2003.
9. *Real-time WAXS study of induced orientation in a liquid crystalline polyester under the influence of a magnetic field*. F. Ania, A. Flores, H.R. Kricheldorf, F.J. Baltá-Calleja. *Polymer* 44 (2003) 5909–5913.
10. *Isothermal crystallization of iPP/Vectra blends by DSC and simultaneous SAXS and WAXS measurements employing synchrotron radiation*.,F.J. Torre, M.M. Cortazar, M.A. Gómez, G. Ellis, C. Marco, *Polymer*, 44, 5209 (2003)
11. *The study of heterogeneous polymer systems by synchrotron infrared microscopy*.G. Ellis, C. Marco, M.A. Gómez, E.P. Collar, J.M. García-Martínez *J. Macromol. Sci. Phys.*, B43, 189-203 (2004)
12. *Characterization of pore distribution in activated carbon fibers by microbeam small angle X-ray scattering*. D. Lozano-Castelló, E. Raymundo-Piñero, D. Cazorla-Amorós, A. Linares-Solano, M- Müller, C. Riekkel. *Carbon* 40, 2727-2735 (2002).

II. Microscopía de Rayos-X: Estudio de procesos dinámicos en material biológico mediante el uso de marcadores específicos.

Promotores:

José L. Carrascosa. Centro Nacional de Biotecnología (CNB), CSIC. jlcarras@cnb.uam.es

José M. Carazo. Centro Nacional de Biotecnología (CNB), CSIC. carazo@cnb.uam.es

Cayetano González. Centro Nacional de Investigaciones Oncológicas (CNIO). cgonzalez@cnio.es

Susana Castell. Universitat de Barcelona. susana@giga.sct.ub.es

Senén Vilaró. Universitat de Barcelona. svilaro@ub.edu

La determinación de la estructura y las relaciones topológicas y dinámicas de los componentes celulares son objetivos prioritarios de la Biología Celular moderna, y dependen en buena medida del desarrollo de abordajes experimentales que permitan estudiar el material biológico “*in toto*” en condiciones fisiológicas. La microscopía confocal facilita este tipo de abordajes y a ello debe su éxito en este campo. Las ventajas fundamentales de la microscopía confocal se resumen en su capacidad de observar marcadores moleculares específicos con suficiente resolución temporal y con un aumento considerable (respecto a la microscopía óptica convencional), de la resolución tanto lateral como entre diferentes planos focales. Todas estas características hacen posible la reconstrucción espacial y temporal de los marcadores observados dentro del objeto en estudio y a lo largo del tiempo.

La principal limitación actual de la microscopía confocal es la resolución espacial. Una solución obvia a esta limitación es el uso de radiaciones con menor longitud de onda. La microscopía electrónica es una buena alternativa, y gracias a ella se han obtenido datos fundamentales de la estructura subcelular. Sin embargo, la microscopía electrónica tiene a su vez dos limitaciones importantes. La primera viene impuesta por el reducido espesor que ha de tener la muestra, que impide la visualización de células completas. La segunda es la imposibilidad de obtener series temporales de muestras vivas.

Una posible solución para superar las limitaciones anteriormente descritas es la adaptación de la microscopía de rayos X a la observación de procesos biológicos. El uso de haces de rayos X permite obtener una resolución espacial cercana a los 50 nm, notablemente superior a la de la microscopía óptica, en muestras de hasta 10 μm de grosor, mucho mayor del que es posible con microscopía electrónica. La preparación del material a observar con este tipo de microscopía no requiere fijación ni contraste químico lo que permite preservar el estado nativo de las células en estudio. Esta circunstancia, unida al hecho de que el daño producido por la radiación en el material biológico sea muy bajo, hace posible la observación extendida en el tiempo de células en estado fisiológico. La geometría típica de las estaciones de muestra de un microscopio de rayos X facilita esta labor porque permite el diseño y uso de celdas experimentales complejas para controlar y modificar las condiciones de observación del material biológico y adecuarlo a distintas condiciones experimentales.

Sin lugar a dudas, el éxito de la aplicación de la microscopía de rayos X a la observación de procesos biológicos ‘*in vivo*’ estará ligado al desarrollo de marcadores moleculares específicos que, como las proteínas fluorescentes en microscopía confocal, puedan ser expresados (fusionados a proteínas endógenas) en las células en observación. Un desafío de enorme interés científico es la posibilidad de que el uso de rayos X permita plantear el diseño de marcadores de tamaño molecular ó atómico, susceptibles de ser detectados por fluorescencia, que hagan posible la detección de moléculas aisladas e, incluso, partes de moléculas en un entorno completamente fisiológico.

La base de esta propuesta es la construcción de una línea en AURORA para realizar microscopía de Rayos X en material biológico “*in vivo*”. Se propone la construcción de dos microscopios: Uno de Whole Field para estudios mayoritariamente cinéticos, y otro de Scanning para optimizar el

parámetro resolución en aquellos estudios que no requieran recolección secuencial rápida de datos. La definición de las características de la línea y la puesta en marcha de la propuesta se realizarán sobre sistemas experimentales modelo que presenten la mayor importancia biológica y que sean compatibles con los requerimientos iniciales de la técnica. La propuesta incluye así mismo el desarrollo de marcadores atómicos apropiados para este tipo de microscopía y compatibles con la observación “*in vivo*”.

Sistemas Experimentales.

La propuesta irá acompañada de un plan científico que coordina la construcción de la línea con la producción de sistemas experimentales adecuados, así como el diseño e implementación de marcadores moleculares y atómicos constitutivos en los sistemas escogidos. Los sistemas sobre los que proponemos poner en marcha la propuesta se centrarán en temas claves en la Biología celular actual: Sistemas de señalización celular, movimiento de orgánulos, división celular y relación de la célula con el entorno. La llegada de moléculas portadoras de información (ligandos) sobre sus correspondientes receptores a nivel de la membrana de las células provoca una cascada de procesos de señalización en el interior celular, procesos que van acompañados de cambios estructurales definidos por la agrupación de distintas moléculas, movimiento vinculado ó no al citoesqueleto celular, cambios morfológicos en las membranas celulares, etc. El movimiento de orgánulos es un tema también de especial interés en áreas como la neurobiología, y podrían ser sistemas susceptibles de estudio. Por otra parte, el análisis de los procesos que desembocan en cambios sustanciales en el estado del ciclo celular es un tema de creciente importancia. El estudio del control de la división celular y el análisis detallado del papel de los componentes del citoesqueleto en este proceso son aspectos del máximo interés en la Biología Celular actual, tanto por su importancia intrínseca como por sus evidentes proyecciones en Medicina. La microscopía de rayos X también puede jugar un papel clave en los estudios dinámicos de la relación célula- matriz extracelular (migración celular, motilidad, etc.), en especial si se generan marcadores específicos que permitan identificar la posición temporal y la topología de proteínas concretas. Por otra parte, proponemos el estudio de la distribución de metales en plantas como un sistema que permite el análisis inmediato de marcadores metálicos, así como por la importancia intrínseca de este tema para la fisiología vegetal y en problemas de gran trascendencia socio-económica, como la fitorremediación, etc.

Por otra parte, una línea de Microscopía de Rayos X permitiría explorar las posibilidades de la tomografía tridimensional en el contexto celular aprovechando el poder de penetración de los rayos X para hacer un puente con los recientes desarrollos en el campo de la tomografía electrónica a nivel subcelular. La complementariedad de ambas aproximaciones es evidente y supondría una extensión natural a las iniciativas que se están desarrollando a nivel internacional en este campo. Cabría destacar que, además de la evidente complementariedad en cuanto al tamaño de las muestras a estudiar, existe también la oportunidad metodológica y tecnológica de explorar la posible incorporación en tomografía de rayos X de muchas de las nuevas aproximaciones de procesamiento de imagen en tomografía electrónica. Esta sinergia tecnológica ha sido una fuente de nuevos avances en el pasado, y todo apunta a lo mismo de cara al futuro. En concreto, sería interesante explorar modelaciones más precisas del mecanismo de formación de imagen, modelos luego que se podrían incorporar en las ecuaciones de la reconstrucción tridimensional. De igual forma cabría pensar con técnicas de alineamiento de imágenes, de segmentación, etc.

Descripción de la línea.

De modo muy sucinto la línea de luz en la que se instalarían los microscopios estaría instalada en una sección mini beta del anillo para tener el mínimo tamaño posible de la fuente luminosa. Los fotones serían generados por un ondulator plano diseñado *ad-hoc* para el rango de energías conveniente. El primer elemento de la óptica serían dos espejos planos no dispersivos para absorber energía del haz de radiación. A continuación un monocromador de dos cristales de Si seleccionaría la longitud de onda. La absorción de radiación por los espejos sería tal que no sería

necesario que los microscopios se encontraran en una cabina de paredes de plomo, lo cual facilitaría enormemente la manipulación de las muestras. La focalización del haz de rayos x se llevaría a cabo con lentillas de Fresnel o con dos espejos en configuración Kirkpatrick-Baez.

Se utilizarán mesas convencionales de traslación a base de piezoeléctricos para barrer la muestra con relación al haz. Los detectores serian fotodiodos cuando se opere en transmisión, detectores de Silicio o Germanio para coleccionar la fluorescencia o detectores bidimensionales en el caso de adquisición rápida de imágenes.

El estado del arte de la microscopia X sitúa la resolución lateral de la técnica entre 50 y 100 nm con visos de mejorar en los próximos años.

Una idea de la sensibilidad en la detección de trazas la da el siguiente ejemplo proveniente del ESRF (C. David et al. Appl. Phys. Lett. 77, 3851 (2000)): Un film de ZnS de 26 nm de espesor fue investigado con una resolución lateral de $90 \times 90 \text{ nm}^2$ por pixel. Cada píxel contenía 3×10^{-16} gramos (300 atogramos) de S que eran detectables en 100 ms con un detector de fluorescencia obteniéndose una relación señal / ruido de 10:1 aproximadamente. La masa de azufre referida corresponde a 5×10^6 átomos.

Grupos de apoyo.

Carlos Martínez y Antonio Serrano. CNB CSIC, Madrid.

Xavier Fernández-Busquets. Laboratorio de Nano-Bioingeniería (CREBEC), Parc Científic, Barcelona.

Ernest Giralt. Instituto de Investigación Biomédica (IRBB). Parc Científic, Barcelona.

Dolors Ludevid. CID-CSIC. Barcelona.

Jesús Avila y Félix Hernández. Centro de Biología Molecular (CBMSO), CSIC-UAM, Madrid.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

J.R. Castón, S.A. Gabriel, D. Jiang, G. Rivas, C. Alfonso, R. Roca, D. Luque and J.L. Carrascosa (2003). Three-dimensional structure of Penicillium chrysogenum virus: A double-stranded RNA virus with a genuine T=1 capsid. J. Mol. Biol. 331, 417-431.

J. Martín-Benito, J. Boskovic, P. Gómez-Puertas, J. L. Carrascosa, C. Simons, S. A. Lewis, F. Bartolini, N. J. Cowan y J. M. Valpuesta (2003). Structure of eukaryotic prefoldin and of its complexes with unfolded actin and the cytosolic chaperonin CCT;. EMBO Journal 21, 6377-6386.

Alicia Guasch, Joan Pous, Borja Ibarra, F. Xavier Gomis-Ruth, Jose Maria Valpuesta, Natalia Sousa, José L. Carrascosa and Miquel Coll. (2002). Detailed architecture of a DNA Translocating machine: The high-resolution structure of the bacteriophage f29 connector particle. J. Mol. Biol. 315, 663-676.

Rebollo,E., Llamazares,S, Reina, J. and C. Gonzalez, C. (2004). The contribution of non-centrosomal microtubules to spindle assembly in Drosophila spermatocytes. PLoS Biology 2:54-64.

Tavosanis, G. Gonzalez, C. (2003) β -tubulin function during female germ-cell development and oogenesis in Drosophila. PNAS 100:10263-10268.

Rebollo,E and Gonzalez, C. (2000) Visualising the spindle checkpoint in Drosophila. EMBO reports. 1:65-70 . M. G. Gomez-Lorenzo, M. Valle, J.Frank, C.Gruss, C.O.S. Sorzano, X.S. Chen, L.E. Donate, J.M. Carazo. Large T antigen on the SV40 origin of replication: a 3D snapshots prior to DNA replication. EMBO Journal. 22 No.23. 6205-6213 (2003)

Marabini, R., Rietzel, E., Rchroeder, R., Herman, G.T. and Carazo, J.M. Three-dimensional reconstruction from reduced sets of very noisy images adquired following a single-tilt axis schema: Application of a new three-dimensional reconstruction algorythm and objective comparison with weighted backprojection. *J.Structural Biology*. Vol. 120. 363 -371. (1997).

Pascual-Montano A., Taylor K.A., Winkler H., Pascual-Marqui R.D. and Carazo J.M. Quantitative Self-Organizing Maps for Clustering Electron Tomograms. *Journal of Structural Biology*. Volumen: 138. 114-122. (2002).

Castel S, Pagan R, Garcia R, Casaroli-Marano RP, Reina M, Mitjans F, Piulats J, Vilaro S. Alpha v integrin antagonists induce the disassembly of focal contacts in melanoma cells. *Eur J Cell Biol*. 2000 Jul;79(7):502-12.

Castel S, Pagan R, Mitjans F, Piulats J, Goodman S, Jonczyk A, Huber F, Vilaro S, Reina M. RGD peptides and monoclonal antibodies, antagonists of alpha(v)-integrin, enter the cells by independent endocytic pathways. *Lab Invest*. 2001 Dec;81(12):1615-26.

Olmeda D, Castel S, Vilaro S, Cano A. Beta-catenin regulation during the cell cycle: implications in G2/M and apoptosis. *Mol Biol Cell*. 2003 Jul;14(7):2844-60. Epub 2003 Apr 04.

Informe de la Mesa 6 "Biocristalografía"

Coordinador: Miquel Coll (mcoll@ibmb.csic.es)

Promotores del anteproyecto de línea:

Miquel Coll (mcoll@ibmb.csic.es)
F. Xavier Gomis-Rüth (xgrcri@ibmb.csic.es)
Juan A. Hermoso (xjuan@iqfr.csic.es)
Guillermo Montoya (gmontoya@cniio.es)

Asesores externos:

Andrew Thompson (Soleil)
Clemens Schulz-Briese (SLS)

Se propone la construcción de una línea de cristalografía de macromoléculas para grandes celdas unidad y alta resolución.

Necesidades actuales y futuras

Los últimos desarrollos de la biología, incluida la secuenciación del genoma humano y de diversos organismos, han proporcionado una información ingente y masiva. Integrar toda esta información y entender como interaccionan los diversos componentes o macromoléculas dentro de la célula es el reto que se plantea en los próximos años para comprender finalmente como funcionan los seres vivos. Desde este punto de vista, y en lo que concierne a la biología estructural y, más concretamente a la cristalografía de macromoléculas, creemos que la investigación más novedosa en los próximos años implicará el estudio de complejos, ensamblados y máquinas subcelulares (de los que algunos ejemplos ya están apareciendo en la literatura: el ribosoma, el proteosoma, blue tongue virus, etc.). Grupos españoles de cristalografía de proteínas están en esta línea o pretenden entrar próximamente en este campo. Estos son algunos ejemplos de investigaciones de grandes estructuras iniciados en España: Metabolón de la arginina (V. Rubio, IBV); Termosoma (J. Hermoso, IQFR); Complejos de remodelación de la cromatina (G. Montoya, CNIO); Complejo lumazina sintasa/riboflavina sintasa (F. Otálora, IACT); Virus TRV (D. Guerín, UPV); Calicivirus virus PCV (N. Verdaguer, IBMB); Picornavirus (I. Fita, IBMB); Receptores virales (J.M. Casasnovas, CNB); Complejos de translocación del DNA, complejos transcripcionales (M. Coll, IBMB); Superhélices de DNA (J.A. Subirana, UPC); Complejos multiproteína implicados en transmisión de señal (A. Albert, IQFR), Metaloproteínas de membrana (F.X. Gomis-Rüth, IBMB); Fibras fago T4 (M.J. van Raaij, US), Grandes agregados enzimáticos (J. Sanz-Aparicio, IQFR).

Por otra parte, los espectaculares avances en genómica y la posibilidad de obtener proteínas masivamente hacen prever un crecimiento espectacular tanto de los grupos de cristalografía de proteínas como de la cantidad de muestras a analizar. El crecimiento de grupos de cristalografía de proteínas ha sido exponencial y es previsible que esta tendencia continúe, tal y como ha ocurrido en otros países. Actualmente tenemos censados 25 Investigadores Principales (Proyectos financiados) (ver figura m6.1), en un total de 12 centros distribuidos a lo largo de la geografía nacional (8 comunidades autónomas), lo que implica que el número de usuarios supera ampliamente el centenar (ver Anexo).

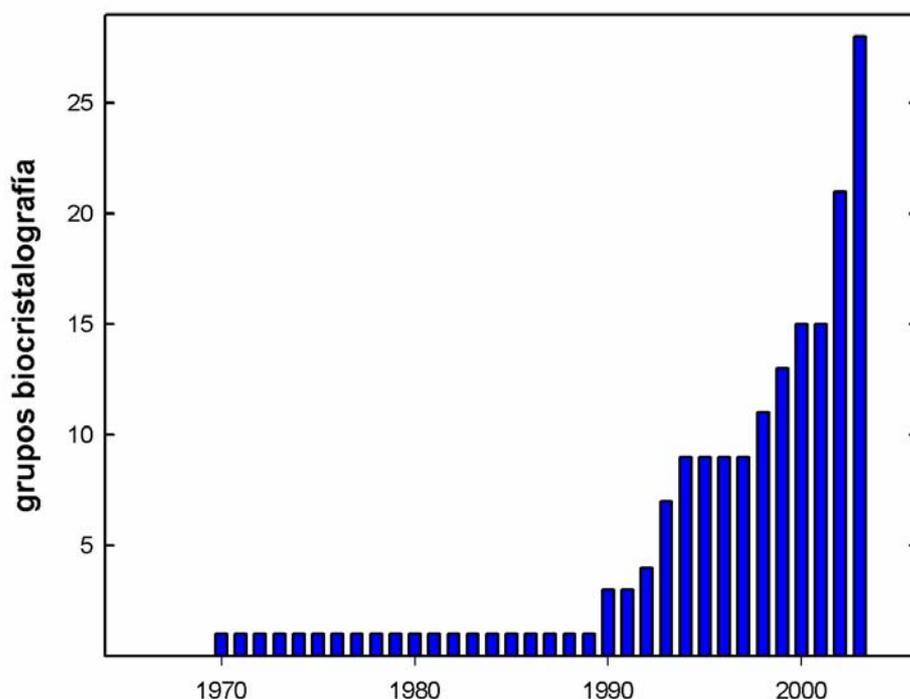


Figura m6.1: Evolución del número total de investigadores principales en Biocristalografía en España (incluidos investigadores del programa *Ramón y Cajal*).

Todos ellos son usuarios habituales de las instalaciones de radiación de sincrotrón (ESRF, DESY, BESSY, ALS, ELETTRA, LURE, SRS) y en todos los casos, la investigación es fuertemente dependiente de la disponibilidad de este tipo de radiación. Además la saturación actual de la fuente europea de radiación sincrotrón (ESRF) con aproximadamente el doble de solicitudes que de tiempo concedido, así como las limitaciones de la línea española (BM16), provocan que no sea posible utilizar esta instalación con la frecuencia que sería necesaria en un campo tan competitivo como éste. Por otro lado, el carácter de la investigación en Biología Estructural, normalmente realizada en colaboración con grupos de Bioquímica, Biología Molecular o centros de la salud, implica la existencia de un número muy importante de grupos que serían beneficiarios indirectos de la línea de cristalografía de proteínas en AURORA. Una primera valoración muestra que aproximadamente un total de 244 grupos de investigación tanto nacionales como internacionales serían usuarios/beneficiarios indirectos de esta línea.

Recientemente se están realizando grandes esfuerzos para dotar a España de las infraestructuras y de grandes centros que sean pioneros en distintos campos de la Biología o la Salud. Así, cabe mencionar nuevos centros en reciente funcionamiento como el Centro Nacional de Investigaciones Oncológicas (CNIO) de Madrid, los futuros centros de enfermedades cardiovasculares en Madrid y en Barcelona, el Centro de Investigación del Cáncer en Salamanca, el Parc Científic de Barcelona, el nuevo Instituto Citológico en Valencia o el proyecto de un centro en Bilbao CIC-biogune. Todos estos centros que, bien están comenzando a desarrollar su actividad investigadora o bien estarán funcionales en un futuro muy próximo suponen una gran perspectiva de crecimiento dentro de la Biología Estructural, por lo que es previsible un incremento muy notable.

Características generales de la línea.

La investigación de grandes estructuras o complejos por difracción de rayos X plantea dificultades: aparte de las propias de la preparación de las muestras y la obtención de cristales, estos suelen ser

pequeños, difractan débilmente y presentan celdas unidad de gran tamaño (incluso mayores de 1000 Å). Una línea de luz apropiada para estas muestras y que permita tomar datos de alta resolución es lo que estamos planteando en esta propuesta. En tal línea el flujo debe ser alto, la divergencia del haz baja y el tamaño del haz en la muestra debería poderse reducir hasta unos 50 µm.

La línea debe ser sintonizable en un rango de energías que incluye los átomos dispersores anómalos más usuales para la determinación de las estructuras por MAD o SAD.

La línea debe también disponer de un microdifractómetro así como de un detector de gran superficie que permita tomar datos de alta resolución. Además del sistema criogénico, es importante la instalación de un intercambiador robotizado de muestras pues, aparte de acelerar uno de los pasos tediosos del experimento, permite chequear rápidamente toda una serie de cristales para escoger el de mejor difracción.

Esta línea, obviamente, también es adecuada para celdas unidad de menor tamaño, particularmente útil cuando estos cristales son pequeños o de débil difracción. Las nuevas técnicas de cristalización robotizada con nanogotas, que reducen la cantidad de proteína necesaria y, por tanto, aceleran el proceso de determinación estructural, implican que los cristales son también de menor tamaño. Por tanto es previsible una reducción del tamaño de las muestras en los próximos años.

No solapamiento con otras líneas.

Esta propuesta cubre un gran rango de experimentos que son imposibles de llevar a cabo en BM16 debido, tanto a su diseño general, como al hecho de estar instalada en un *bending magnet*. Para varios grupos españoles, la mayoría de sus proyectos no son abordables en esta línea que precisa cristales de tamaño relativamente grande y que difracten no débilmente. Además celdas unidad como las que estamos planteando tampoco son abordables.

Hay que resaltar también que la línea que sea planteada no es una línea microfoco en sentido estricto (tipo ID13 del ESRF). Este tipo de línea puede ser útil en algunos casos particulares (cristales muy pequeños, agujas), pero la divergencia del haz hace imposible la toma de datos de cristales con grandes celdas unidad. Además, el deterioro de los cristales es dramático en este tipo de líneas, siendo necesario mover los cristales para exponerlos en distintas zonas sucesivamente o emplear varios cristales. Esto hace que sea prácticamente imposible realizar experimentos MAD y, en muchas ocasiones, los datos, tras el *merging*, sean de muy baja calidad.

Optical arrangement

Source – Calculations based on wigglers / undulators considering old (1998) published material on the CELLS web site provide a curve similar to the one below. But in the above, magnet gaps for ID's (Insertion device) are limited to 20mm which limits to use high power wigglers. Every other modern PX line under construction is built on an undulator. There is need for input from the AURORA machine group to redo this properly.

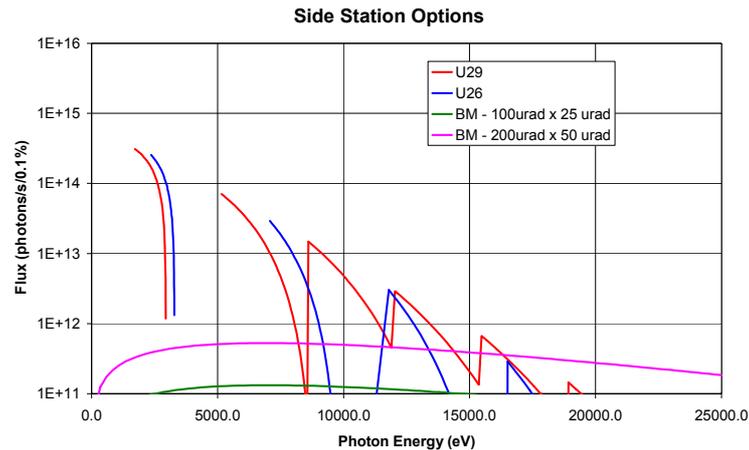


Figure m6.2. – Representation of flux against energy for different undulators and bending magnets. The figure highlights the differences. An undulator offers the possibility of a high flux at different range of energies.

The plot provides evidence that a short undulator, will significantly out-perform a Diamond bending magnet (Soleil case).

Optics – Experienced people recommend an energy range of 5.5 KeV ($\sim 2.25 \text{ \AA}$) to 14.5 KeV (0.85 \AA). This includes all common absorption edges (Se 12.658 KeV, Fe 7.112 KeV, Hg L3 12.284 KeV, Pt L3 11.564 KeV, Cu K 8.979 KeV, Zn K 9.659 KeV etc etc). The limits are chosen:

- a) To include the Kr K edge at the hard energy end (14.326) and
- b) to allow S SAD at a fairly long wavelength

Bandpass - 1.5×10^{-4} for MAD measurements. This is needed for reasonable sampling of the absorption edge.

Convergence - If a variable beam size optics is employed (KB or sagittal focussing monochromator plus mirror) this parameter can vary. 0.1 mrad is needed for big (1000 \AA) cell constants, 0.5 mrad is adequate for normal usage. 0.3 mrad is suggested for the present proposal as a compromise.

Energy stability – A reasonable value is 0.25 eV, which gives an f' stability of about 10% at the point of inflexion of the Se edge.

Beamsize at sample – Expert suggestions propose $75 - 250 \text{ \mu m}$. Upon receipt of more recent information on the characteristics of AURORA, these values, together with the convergence, will be reassessed. 50 \mu m would be a desirable beamsize.

Beam stability and intensity – [valor beam stability] and a flux of $\gg 10^{12}$ ph/s into the 1.5×10^{-4} bandpass over the whole energy range.

Goniostat - Either a 3-circle diffractometer with 5 micron sphere of confusion or single rotation axis with 2 micron.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

- E. Thomassen, G. Gielen, M. Schuetz, G. Schoehn, J.P. Abrahams, S. Miller, M.J. van Raaij: The structure of the receptor-binding domain of the bacteriophage T4 short tail fibre reveals a knitted trimeric metal-binding fold. Journal of Molecular Biology 331, 361-373 (2003)

- F.X. Gomis-Rüth, K. Maskos, M. Betz, A. Bergner, R. Huber, K. Suzuki, N. Yoshida, H. Nagase, K. Brew, G.P. Bourenkov, H. Bartunik & W. Bode (1997). Mechanism of inhibition of the human matrix metalloproteinase stromelysin-1 by TIMP-1. *Nature* , 389, 77-81.
- Karathanassis D, Stahelin RV, Bravo J, Perisic O, Pacold CM, Cho W, Williams RL. Binding of the PX domain of p47^{phox} to phosphatidylinositol 3,4-bisphosphate and phosphatidic acid is masked by an intramolecular interaction. *EMBO J.* (2002) 21(19):5057-68.
- Ramón-Maiques, S., Marina, A., Gil-Ortiz, F., Fita, I. y Rubio, V. (2002) "Structure of acetylglutamate kinase, a key enzyme for arginine biosynthesis and a prototype for the amino acid kinase family, during catalysis". *Structure* 10, 329-342.
- Crystal structure of the NG domain of the signal recognition particle receptor of *E. coli* (FtsY). G. Montoya, C. Svensson, J.Luirink & I. Sinning. *Nature* (1997) 385, pp 365-368.
- Mancheño, J.M., Martín-Benito, J., Martínez-Ripoll, M., Gavilanes, J.G. and Hermoso, J.A. (2003) *Structure* 11, 1319-1328.
- Sanchez-Barrena MJ, Martinez-Ripoll M, Galvez A, Valdivia E, Maqueda M, Cruz V, Albert A. Structure of bacteriocin AS-48: from soluble state to membrane bound state. *J Mol Biol.* (2003), 334, 541-549.
- Sperm Coating Mechanism from the 1.8 Å Crystal Structure of PDC-109 with Bound 0-Phosphorycholine. Wah, D.A., Fernández-Tornero, C., Sanz, L., Romero, A. & Calvete, J.J. *Structure* 10 (2002) 505-514
- Otalora F, Garcia-Ruiz JM, Gavira JA, Capelle B "Topography and high resolution diffraction studies in tetragonal lysozyme" *JOURNAL OF CRYSTAL GROWTH* 196 (2-4): 546-558 JAN 1999.
- González, B. Pajares, M.A., Hermoso, J., Guillerm, G. and Sanz-Aparicio, J. Crystal structure of methionine adenosyl-transferase complexed with substrates and products reveal the methionine-ATP recognition and give insights into the catalytic mechanism. *J. Mol. Biol.* (2003) 331, 407-416
- Gomis-Rüth, F.X., Moncalián, G., Pérez-Luque, R., González, A, Cabezón, E., de la Cruz, F. & Coll, M. (2001). The bacterial conjugation protein TrwB resembles ring helicases and F1-ATPase. *Nature* 409, 637-641.
- Trypsin as a model for high resolution X-ray diffraction in proteins. José Antonio Cuesta Seijo & Santiago García-Granda (2002). *Boletín RSEHN. Sección Geológica*, 97(1-4) 123-129
- Martinez-Cruz LA, Dreyer MK, Boisvert DC, Yokota H, Martinez-Chantar ML, Kim R, Kim SH. Crystal structure of MJ1247 protein from *M. jannaschii* at 2.0 Å resolution infers a molecular function of 3-hexulose-6-phosphate isomerase. *Structure (Camb)*. 2002 Feb; 10(2): 195-204.
- The X-ray Structure of the FMN-binding Protein AtHal3 Provides the Structural Basis for the Activity of a Regulatory Subunit Involved in Signal Transduction. Albert, A., Martinez-Ripoll, M., Espinosa-Ruiz, A., Yenush, L., Culiañez-Macia, F.A. and Serrano, R. *Structure* (2000) 8, 961-969

- Casasnovas JM, Larvie L and Stehle T (1999). Crystal structure of two CD46 domains reveals an extended measles virus binding surface. *The EMBO Journal*, 18, 2911-2922.
- Marina A, Mott C, Auyzenberg A, Hendrickson WA, Waldburger CD. Structural and mutational analysis of the PhoQ histidine kinase catalytic domain. Insight into the reaction mechanism. *J Biol Chem*. 2001 Nov 2; 276(44): 41182-90.
- Atomic (0.94 Å) Resolution Structure of an Inverting Glycosidase in Complex with Substrate. D.M.A. Guérin, M.B. Lascombe, M.D. Costabel, H. Souchon, V. Lamzin, P. Beguin, P.M. Alzari. *J. Mol. Biol.*, Vol 316 (5), pp 1061-1069 (2002).
- Verdaguer *et al.*, *Journal of Virology* 77, 9780-9789, (2003)
- De Pereda JM, Waas WF, Jan Y, Ruoslahti E, Schimmel P, Pascual J. (2004) Crystal structure of a human peptidyl-tRNA hydrolase reveals a new fold and suggests basis for a bifunctional activity. *JBC* (2004), en prensa
- Juan A. Hermoso, Begoña Monterroso, Armando Albert, Beatriz Galán, Oussama Ahrazem, Pedro García, Martín Martínez-Ripoll, José Luis García, Margarita Menéndez: Structural Basis for Selective Recognition of Pneumococcal Cell Wall by Modular Endolysin from Phage Cp-1. *Structure*, (2003). Vol. 11, 1239-1249

Informe de la Mesa 7 "Otros"

Coordinador: **José L. Taín (Jose.Luis.Tain@ific.uv.es)**

En la Mesa de Trabajo no. 7 se presentaron las siguientes propuestas:

- 1) Propuesta para la construcción de “Una línea de haz de rayos gamma para física nuclear y aplicaciones en AURORA”, presentada por diversos grupos y coordinada por José L. Taín del CSIC-Valencia y A. Lallena de la U. Granada.
- 2) Propuesta para la “Posible utilización de AURORA para litografía de rayos X”, por parte del Instituto de Microelectrónica de Barcelona, presentada por Joan Bausells.
- 3) Propuesta para la utilización de “Sistemas de detección ultrarrápida” en experimentos con radiación sincrotrón, presentada por Luis Roso de la Universidad de Salamanca.

Se trata de propuestas disjuntas por su propia naturaleza. La tercera propuesta se refiere más bien a una técnica aplicable a distintos tipos de experimentos.

1.- Línea de haz de rayos Gamma para Física Nuclear y Aplicaciones en AURORA

Promotores:

José L. Taín. Instituto de Física Corpuscular, CSIC-Univ. Valencia. Jose.Luis.Tain@ific.uv.es
Antonio Lallena. Universidad de Granada. lallena@ugr.es

Se propone la construcción de una línea de haz de rayos gamma con energías de hasta ~500 MeV, producidos por retro-dispersión de luz láser en los electrones del anillo. Se trata de una línea de uso múltiple, para ser empleada en experimentos de Física Nuclear y diversas aplicaciones. Sería la primera línea de estas características en Europa y competiría a nivel internacional con otras instalaciones similares.

Introducción.

La optimización de los recursos científico-técnicos disponibles, hace muy deseable el aprovechamiento de la infraestructura que se creará en el Laboratorio de Luz Sincrotrón del Válfes, para otros usos que no sean los tradicionales en un sincrotrón de estas características. Nosotros proponemos la construcción de una línea de haz de rayos gamma energéticos asociada al sincrotrón AURORA, que encontraría su aplicación en el campo de la Física Nuclear Básica o Aplicada. Existen algunas instalaciones de este tipo en el mundo, pero en Europa no existe ninguna con las características que proponemos, lo que la convertiría en una instalación competitiva a nivel internacional.

Descripción de la línea

Los rayos gamma se producen por retro-dispersión Compton de luz láser en los electrones circulando por el anillo. En un estudio preliminar¹ hemos mostrado las principales características que tendría el haz producido. Los fotones del láser se hacen colisionar con los electrones en una de las secciones rectas del anillo, entre dos imanes deflectores. Los rayos gamma resultantes están “enfocados” en la dirección de los electrones. El haz producido tiene un espectro de energías “blanco” entre cero y una energía máxima definida por la energía de los electrones y la longitud de onda del láser. Además, el haz puede polarizarse fácilmente, tanto lineal como circularmente, a través del láser. El uso de distintas fuentes láser permite por tanto optimizar distintos tipos de medidas.

¹ “A Photo-nuclear Physics Facility for the Laboratory of the Synchrotron at Barcelona”, J.L. Taín, Report IFIC 96/57, 1996

La selección de la energía de los rayos gamma se realiza de dos modos distintos. A bajas energías se utiliza el método de colimación. En este caso la mejor resolución se obtiene para 0° y el uso de un láser de longitud de onda variable nos permitirá obtener un haz casi-monocromático de energía variable. A altas energías se utiliza el método del etiquetado, en que se mide la energía del electrón dispersado. Esto se lleva a cabo por análisis magnético, usando el siguiente imán deflector del anillo y colocando a su salida un detector sensible a la posición (por ejemplo, un detector de silicio de microbandas) próximo al haz.

De este modo se puede obtener, sin perturbar el funcionamiento de la máquina, un haz de rayos gamma polarizados muy intenso ($I_\gamma > 10^9 \gamma/s$) a bajas energías ($E_\gamma^{\max} < 40 \text{ MeV}$), y con intensidad moderada ($I_\gamma \sim 10^7 \gamma/s$) a altas energías ($E_\gamma^{\max} < 500 \text{ MeV}$). En comparación con las fuentes de rayos gamma alternativas de tipo *bremsstrahlung*, este tipo de haz poseería la ventaja de un espectro de energías casi-blanco frente al característico $1/E$ de la fuente de *bremsstrahlung*, y el mayor grado de polarización tanto lineal como circular, fácilmente invertible además. Ambas características lo convierten en una herramienta única para distintos experimentos y aplicaciones.

Interés científico-técnico

El amplio rango energético de un haz de rayos gamma con estas características permite cubrir un abanico de aplicaciones diversas.

Experimentos de interés en Física Nuclear. Podríamos mencionar: 1) estudios de la estructura nuclear de estados ligados a bajas energías, mediante excitaciones dipolares (y cuadrupolares) usando la técnica de la fluorescencia resonante, 2) estudios de resonancias gigantes (modos colectivos nucleares) mediante la detección de partículas (n , p , α , ...) emitidas, 3) medidas de reacciones de tipo (γ, X) de interés en astrofísica nuclear, 4) estudio de corrientes mesónicas de intercambio mediante reacciones de emisión de nucleones a energías intermedias, 5) estudio de efectos sub-nucleónicos en reacciones de emisión de piones, y 6) estudio de la interacción pión-materia nuclear, en átomos piónicos.

Obtención de datos nucleares para aplicaciones. Durante la última década, agencias internacionales como la IAEA y la NEA han puesto de manifiesto la necesidad de completar las importantes lagunas existentes en las bases de datos de reacciones foto-nucleares, de gran interés para la tecnología nuclear (fisión y fusión), así como la dosimetría y la protección radiológica.

Aplicaciones en Medicina. Investigación de aspectos de la terapia con fotones casi-monocromáticos. Investigación de técnicas de terapia con reacciones foto-nucleares. Producción de neutrones para terapia por captura en boro.

Aplicaciones industriales. Podríamos destacar: 1) la inspección interna y no-destructiva de objetos usando un haz casi-monocromático de $\sim 10 \text{ MeV}$, con máxima penetración en la materia, mediante técnicas de gamma-grafía y tomografía computerizada, y 2) el análisis elemental no-destructivo de objetos usando un haz de espectro "blanco" de baja energía mediante la técnica de la fluorescencia resonante nuclear.

Instrumentación. Un haz de rayos gamma intenso y casi-paralelo, con un espectro energético "blanco" o, alternativamente, casi-monocromático, es una herramienta ideal para comprobar o calibrar detectores de fotones para Física Nuclear y de Partículas, Astrofísica y otras aplicaciones.

Conclusiones

Diversos grupos españoles, del CIEMAT, el CSIC, la U. A. de Madrid, la U. de Barcelona, la U. C. de Madrid, la U. P. de Cataluña, la U. de Granada, la U. de Huelva, la U. de Salamanca, la U. de Santiago de Compostela, la U. de Sevilla y la U. de Valencia entre otros, están interesados en

explotar las posibilidades científicas y técnicas que proporcionaría una línea de haz de estas características. Se ha formado un grupo de trabajo que incluye también expertos en láseres, detectores y aceleradores (ver lista preliminar en el Apéndice) para elaborar una propuesta detallada. El diseño definitivo de la línea depende del diseño definitivo del trazado del sincrotrón y se está haciendo en conjunción con los especialistas de la máquina. Se están estudiando diversas posibilidades de fuentes de luz láser, en particular fuentes de longitud de onda continuamente variable. Así mismo se están estudiando las alternativas de detectores sensibles a la posición para el sistema de etiquetado, susceptibles de soportar las altas dosis de radiación en la proximidad del haz. Se está elaborando una lista de experimentos o aplicaciones que puedan ser acometidos de forma inmediata y otros que puedan serlo en desarrollos posteriores, así como la infraestructura requerida para llevarlos a cabo.

Publicaciones seleccionadas de los promotores en relación a esta técnica:

A. Algora, B. Rubio, D. Cano-Ott, J.L. Tain et al., “Fine structure of the Gamow-Teller resonance revealed in the decay of ^{150}Ho 2- isomer”, *Physical Review C* 68 (2003) 034301

E. Farnea, ..., J.L. Tain et al., “Isospin Mixing in the $N=Z$ nucleus ^{64}He ”, *Physics Letters B* 551 (2003) 56

J.L. Tain, F. Gunsing, D. cano-Ott, et al. “Accuracy of the pulse height weighting technique for capture cross section measurements”, *Journal of Nuclear Science and Technology Suppl.* 2 (2002) 689.

M. Anguiano, G. Co' and A.M. Lallena, “A model for two-proton emission induced by electron scattering”, *Journal of Physics G* 29 (2003) 1119

M. Anguiano, G. Co', A.M. Lallena and S.R. Mokhtar, “Short-range correlations and meson exchange currents in photonucleon emission”, *Annals of Physics (N.Y.)* 296 (2002) 235

M. Vilches, J.C. Zapata, D. Guirado, D. Fernandez, D. Burgos and A.M. Lallena, “A method to determine the in-air spatial spread of clinical electron beams”, *Medical Physics* 26 (1999) 550

2.- Línea de litografía de rayos X

Promotor:

Joan Bausells. Instituto de Microelectrónica de Barcelona–Centro Nacional de Microelectrónica. CSIC. Joan.Bausells@cnm.es

Introducción

Ante la oportunidad que ha generado la puesta en marcha del proyecto del sincrotrón AURORA, el IMB-CNM se ha planteado el estudio de la viabilidad de definir una estación experimental para la realización de litografía de rayos X. Un valor añadido para el IMB-CNM es la facilidad tanto de interacción con el consorcio CELLS como de utilización futura por su ubicación en el entorno del campus de la UAB.

La litografía de rayos X puede utilizarse tanto en tecnología microelectrónica para la fabricación de circuitos integrados, como en tecnología de microsistemas para obtener microestructuras mecánicas, como en nanofabricación para definir estructuras con dimensiones submicrométricas. Su empleo permite notables mejoras con respecto a la técnica tradicional de fotolitografía ultravioleta, básicamente con respecto a dos aspectos, que no necesariamente se utilizan a la vez: un aumento de

la penetración de la luz en la resina fotosensible y una disminución en la resolución en las dimensiones laterales.

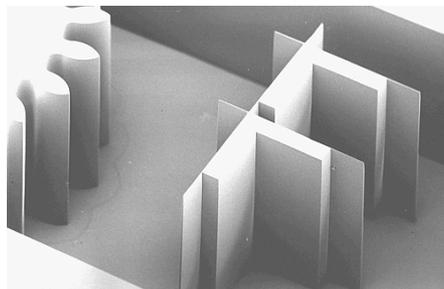
En estos momentos no se ha realizado aún un estudio detallado de los requerimientos técnicos, la viabilidad y el interés global de las posibles aplicaciones. Dicho estudio se abordará en un inmediato futuro. Se citan a continuación algunas consideraciones preliminares.

Posibles aplicaciones

Inicialmente se contemplan dos posibles aplicaciones:

A) LIGA

LIGA es un acrónimo alemán de “litografía, electrodeposición y moldeo”, y se refiere a una técnica de fabricación de microestructuras mecánicas tridimensionales, es decir, con un espesor similar a su longitud y anchura. Esto difiere de las técnicas microelectrónicas tradicionales, basadas en capas delgadas, y por tanto básicamente bidimensionales. La característica principal de la técnica es que se basa en la exposición de una fotoresina con un espesor del orden de 100-500 μm , con grandes relaciones de aspecto. Esto sólo se consigue con la utilización de rayos X provenientes de un sincrotrón, por su gran intensidad, penetración y paralelismo. La resolución lateral es del orden de 0,5 μm .

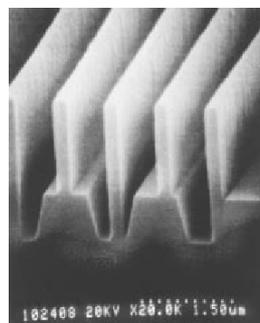
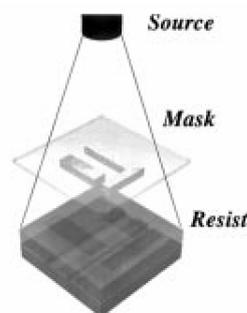


Resist structure of 500 μm in height irradiated at ANKA
(minimum bar width 5 μm)

(IMT-FZK)

B) Nanolitografía

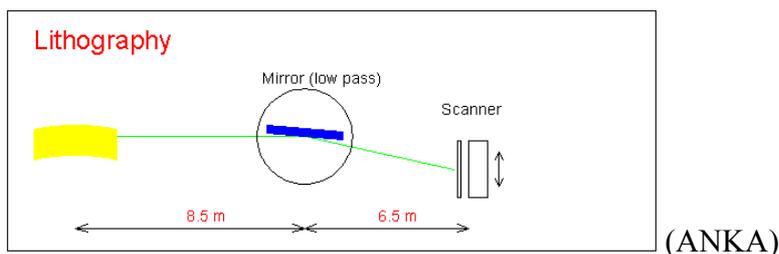
Los procesos fotolitográficos estándar utilizan luz ultravioleta (con fotoresinas de 1 μm o menos de espesor), por lo que no sirven para definir estructuras con dimensiones laterales ≤ 100 nm. Una de las posibilidades existentes para obtener estas dimensiones es el empleo de rayos X con una longitud de onda del orden del nanómetro. El parámetro importante no es en este caso la profundidad de penetración sino la resolución lateral. La estructura a definir en la fotoresina debe obtenerse primero en una máscara en la que existan zonas “transparentes” y “opacas” a escala 1:1. Estas máscaras se fabrican a partir de litografía con haz de electrones. Una vez fabricada una máscara, puede utilizarse mediante el proceso fotolitográfico para definir la misma estructura muchas veces, en los distintos chips de una oblea de silicio, y para muchas de estas obleas.



Características de la línea

La estructura de las líneas para litografía de rayos X es similar para las dos aplicaciones consideradas. En general constan de un espejo en el haz y un dispositivo de barrido de la muestra en la estación experimental. Utilizan una ventana estándar de berilio para aislar el vacío. Típicamente

el espejo produce un haz de sección rectangular (p.ej. de 120 x 10 mm en ANKA), que se utiliza para la exposición de la oblea de silicio (de diámetro 100 mm en nuestro caso) mediante un barrido unidimensional de la misma.



Una línea típica para LIGA utiliza un rango de energías entre 3 y 8 keV, mientras que una línea típica para nanolitografía utiliza una longitud de onda del orden de 1 nm (energías 1 - 2 keV). No se descarta que mediante la utilización de un sistema de barrido más complejo pudiera utilizarse una línea diseñada para alguna aplicación más “convencional”.

Instalaciones similares

En Europa ANKA dispone específicamente de 3 líneas para LIGA a distintas energías (distinto espesor de fotoresina utilizable). Existe alguna otra línea en alguno de los sincrotrones nacionales. ESRF no dispone de líneas para litografía.

La utilización de rayos X para nanolitografía se ha restringido por el momento a aplicaciones de investigación, ya que la industria microelectrónica se ha basado en los últimos años en la utilización de técnicas ópticas especiales que han permitido obtener estructuras mucho menores que la longitud de onda utilizada. Para la industria de semiconductores, la utilización de un sincrotrón externo en lugar de un equipo “in situ” en la fábrica es un grave inconveniente. Uno de los sincrotrones que ha mantenido un programa importante de investigación en nanolitografía de rayos X es Aladdin, en la Universidad de Winsconsin.

Una de las cuestiones poco definidas por el momento es la magnitud de la comunidad de usuarios que podría utilizar una instalación de este tipo en AURORA, y el tiempo de utilización requerido. En España existe una comunidad notable en microelectrónica, pero la única instalación capaz de procesar completamente circuitos integrados de silicio es el IMB-CNM, por lo que a priori parecería el único utilizador directo. Se evaluará por tanto la incidencia que puedan tener las colaboraciones con grupos nacionales y la posible utilización por grupos extranjeros.

Anexo:

Independientemente de la temática que se discute en este documento, se han identificado como posibles utilizaciones adicionales de AURORA por parte de investigadores del IMB-CNM la medida de la resistencia de dispositivos electrónicos a la radiación y la caracterización de sensores de radiación. Posiblemente estas aplicaciones puedan utilizar alguna de las líneas “estándar”.

3.- Sistemas de Detección Ultrarrápida

Luis Roso. Departamento de Física Aplicada, Universidad de Salamanca. roso@usal.es

Se propone considerar la posibilidad de sistemas de detección ultrarrápida (femtosegundo y attosegundo) que permitan explotar procesos dinámicos con técnicas novedosas. La idea, totalmente estándar en otros rangos de tiempos, es usar una sonda que sea el pulso más corto y que “congele” por decirlo así la dinámica al ser la que abra y cierre el detector. Nuestra propuesta es emplear como sonda un pulso láser X de femtosegundo o incluso más corto.

Actualmente existen ya láseres de rayos X (basados en la generación de armónicos de orden elevado) en la ventana del agua y con brillantez comparable o incluso superior a la del sincrotrón, pero con duraciones inferiores a los 10 femtosegundos (los más cortos son de 100 attosegundos). El avance de estos láseres está siendo enorme. En España esta tecnología está ya introducida a través del Servicio Láser de la Universidad de Salamanca.

En el horizonte del 2010 es razonable suponer que estén bien desarrollados láseres de X en la región de hasta 1 nanómetro de longitud de onda y con brillantez por encima de los 10^{30} , eso sí, con duraciones de 10-100 attosegundos.

Esto abre nuevas vías de detección dinámica ultrarrápida en biología, química y física, siendo posible la creación con el sincrotrón de vacantes en las capas atómicas internas y el seguimiento temporal de la recombinación y la disociación posterior.

ANEXO Mesa 1.

1.1. La relación de usuarios identificados hasta la fecha de la técnica de difracción de polvo con radiación sincrotrónica son:

- 1) Prof. Miquel Àngel Cuevas Diarte, Universidad de Barcelona
Grupo de Aleaciones Moleculares (7 miembros)
- 2) Prof. Flaviano García Alvarado (Ulises Amador). Universidad San Pablo- CEU
Grupo de Química del Estado Sólido (5 Prof. + 4 doctorandos)
- 3) Dr. Miguel Àngel Salvadó Sánchez. Universidad de Oviedo
Grupo de Química y Estructura del Estado Sólido (5 permanentes + 2 contratados + 1 becario)
- 4) Dr. Miguel García Aranda. Universidad de Málaga
Grupo de Cristalografía de Sólidos (6 plantilla + 6 becarios)
- 5) Prof. Eduardo Ruíz-Hitzky (Dr. Miguel Camblor). CSIC-ICMM
Grupo de Materiales Porosos y Compuestos de Intercalación (4 plantilla+2contratados+5 becarios)
- 6) Dr. José Antonio Alonso Alonso. CSIC-ICMM
Grupo de síntesis a altas presiones (6 plantilla + 3 doctorandos)
- 7) Prof. Jordi Rius Palleiro. CSIC-ICMAB
Grupo de Difracción de Rayos X (2 plantilla + 1 contratado + 1 becario)
- 8) Dr. José Luis García Muñoz (C. Frontera). CSIC-ICMAB
Grupo de Cristalografía de óxidos electrónicos y magnéticos (1 plantilla+2 contratados+1 becario)
- 9) Dra. M^a Rosa Palacín. CSIC-ICMAB
Grupo de Química del Estado Sólido (Materiales para baterías) (1 plantilla + 3 becarios)
- 10) Prof. Xavier Solans Huguet. Universidad de Barcelona
Grupo de Cristalografía (4 miembros)
- 11) Prof. Avelino Corma (Dr. Fernando Rey, Dr. Jose Luis Jordá). CSIC – U.P. de Valencia
Instituto de Tecnología Química de Valencia (7 miembros de plantilla)
- 12) Prof. Salvador Galí Medina. Universidad de Barcelona
Grupo de Química y Difracción de Cemento (3 plantilla + 1 becario)
- 13) Prof. Manuel Elices (Dr. Jesús Ruiz Hervías, Dr. José Miguel Atienza Riera). U.P. Madrid
Dpto. de Ciencia de Materiales (10 permanentes + 5 contratados + 3 becarios + 4 técnicos)
- 14) Prof. Francisco Javier Zúñiga. Universidad del País Vasco
Dpto. de Física de Materia Condensada (6 miembros)
- 15) Prof. José Luis Pizarro. Univ. del País Vasco, UPV/EHU
Dpto. de Mineralogía y Petrología (5 miembros)
- 16) Prof. Miguel Angel Ciria.
Departamento de Física de la Materia Condensada. Univ. de Zaragoza
- 17) Prof. Daniel Beltrán-Porter. Universidad de Valencia
Instituto de Ciencia de Materiales de Valencia (8 miembros)
- 18) CIDETEC- San Sebastián: Elena Arroyo
- 19) Marcos Fernandez
CSIC- Instituto de Catálisis y Petrolequímica (Campus UAM)
- 20) Prof. Salvador de Aza (Miguel Angel Rodríguez). CSIC- Instituto de Cerámica y Vidrio
Departamento de Cerámica (5 miembros)
- 21) M^a Asunción Fernández. CSIC- Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla.
- 22) Marta Maria Castellote. CSIC- Instituto "Eduardo Torroja" Ciencias de la Construcción
- 23) Prof. Santiago García Granda. Universidad de Oviedo
Departamento de Química Física y Analítica (5 miembros)
- 24) Joaquín García, Jesús Javier Campo, Carmen Morón.
CSIC- Universidad de Zaragoza-Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón
- 25) Luis Fernandez, Fernando Rodríguez
Dpto. CITIMAC Facultad de Ciencias. Univ. de Cantabria
- 26) M. Antonia Señarís-Rodríguez, M. Sanchez Andujar. Univ. de A Coruña
- 27) Myriam H. Aguirre, Valentín García, Emilio Morán. Universidad Complutense de Madrid
- 28) Angeles Hernández. IACT-CSIC. Univ. de Granada
- 29) M^a Luisa Gubieda. Dpto. de Electricidad y Electrónica. Univ. del Pais Vasco
- 30) Josu Mirena Igartua. Dpto. de Física Aplicada. Univ. del Pais Vasco

Seguidamente se exponen a título informativo algunos grupos que utilizan normalmente la difracción de polvo de laboratorio en sus investigaciones y que son pues usuarios potenciales:

CSIC-Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid: José Luis Martínez, Francisco Javier Palomares
CSIC-Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid: Jesús Sanz
CSIC- Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla: M^a Dolores Alba Carranza
CSIC- Instituto "Jaime Almera" de Ciencias de la Tierra: Ignaci Queralt, Feliciano Plana
ESRF: Monica Amboage, Gema Martinez
UB: Dra. Lourdes Mestres Dpto. de Química Inorgánica
UB: Dpto. de Física Fundamental: Aleaciones Metálicas: Prof. Luis Mañosa
UB-Servicios Científico-Técnicos: Xavier Alcobé, Josep Bassas
UAB: Dpto. de Geología, Angel Alvarez, Eugenia Estop, Aureli Alvarez, J.M^a Briansó
UAB:Dpto. de Física: Física Aplicada I: J.Rodríguez-Viejo, M.T. Claveguera-Mora
UAB:Dpto. de Física: Física Aplicada II: M^a Dolors Baró
UAB: Dpto. de Química: Química Inorgánica: Josefina Pons
UAB: Dpto. de Química: Química Orgánica: Marcial Moreno
Univ. Carlos III de Madrid: Dpto. de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica: Alejandro Varez.
Univ. Jaume I: Dpto. de Química Inorgánica y Orgánica: Vicente Esteve, M^a Angeles Tena
Univ. Jaume I: Dpto. de Química Inorgánica Medioambiental y Materiales cerámicos: Teófilo Sanfeliu
Univ. de Oviedo: Facultad de Ciencias: Jesús Blanco
Univ. Pais Vasco: Departamento de Química Inorgánica: Maribel Arriortua
UPC: Facultat de Nautica: Antonio Isalgué
UPC: Dpt. de Ciència de Materials i Enginyeria Metalúrgica: Prof. Marc Anglada
Univ. Rovira Virgili: Dpto. de Física y Cristalografía de Materiales: Magdalena Aguiló, Francesc Díaz
Univ. Rovira Virgili: Servicios Científico-Técnicos: Francesc Guirado
Univ. de Sevilla-CSIC: Dpto. de Química Inorgánica: Ana Isabel Becerro
Univ. de Valencia:Dpto. de Geología: Jose M^a Amigó, José Luis Ochando
Univ. de Valencia:Dpto. de Física Aplicada: Daniel Errandonea, Domingo Martínez
Univ. de Valencia: Ed. de Investigación. Julio Pellicer

1.2. La relación de usuarios interesados en la técnica de difracción de microcristales es:

Prof. Santiago García Granda. Universidad de Oviedo
Dr. Fernando Lahoz. CSIC- Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón
Prof. Enrique Gutierrez-Puebla. CSIC- Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid
Dr. Fernando Rey. CSIC-UPV Instituto de Tecnología Química de Valencia
Dr. Miguel Maestro Saavedra. Universidade da Coruña
Prof. Joaquín García Ruíz (M^a Grazia Proietti Cecconi). CSIC-Universidad de Zaragoza

Además han mostrado explícitamente su interés los siguientes grupos:

Prof. Pilar Gomez Sal. Universidad de Alcalá
Prof. Joan Francesc Piniella. Universidad Autónoma de Barcelona
Prof. Ernesto Carmona. Sevilla; a través de Eleuterio Alvarez
Prof. Pascual Lahuerta. Universidad de Valencia
Prof. Xavier Solans. Universidad de Barcelona
Profes. Jordi Rius, Jaume Veciana, Elies Molins. CSIC - Instituto de Ciencia de Materiales de Barcelona
Prof. Larry Falvelo. Universidad de Zaragoza
Prof. Juan Manuel Perez-Mato .Universidad del País Vasco

Si bien el número de grupos con experiencia es aún limitado, es de prever, por analogía a lo que ya está sucediendo en otros sincrotrones como por ejemplo el de Daresbury, un rápido aumento en el número de usuarios.

1.3. Los grupos que tienen experiencia en la difracción de polvo en condiciones extremas son:

1. Prof. Alfredo Segura. Dpto. de Física Aplicada. Universidad de Valencia. **
Grupo de Semiconductores y Altas Presiones (7 miembros)
- 2.- Dr. Fernando Rodríguez. Universidad de Cantabria
DCITIMAC- Grupo de Propiedades Ópticas de Materiales (5 miembros)
- 3.- Prof. Emilio Morán. Universidad Complutense
Grupo de Química del Estado Sólido-Lab. complutense de altas presiones (4 miembros)
- 4.- Dr. Angel Vegas. CSIC- Instituto de Física "Rocasolano"
Grupo de estructuras de óxidos (2 miembros).
- 5.- Prof. Alfonso Muñoz Gonzalez. Univ. de La Laguna
Dpto. de Física Fundamental II (4 miembros).

** Hay un científico contratado Ramon y Cajal (Daniel Errandonea) en el Dpto. de Física Aplicada de la Universidad de Valencia que ha participado en la construcción de una línea de alta presión en Advanced Photon Source y se ofrece para colaborar en el diseño de la óptica.

Además de estos cinco grupos con experiencia en medición en sincrotrones, hay los siguientes que han manifestado su interés en usar dicha técnica:

Valentín García Baonza: Dpto. de Química Física I - Universidad Complutense
Pedro Sanz Martínez: Dpto. de Ingeniería- CSIC-Instituto del Frío
José Manuel Recio Muñiz: Dpto. de Química, Física y Analítica - Universidad de Oviedo
José Luis García Muñoz: Instituto de Ciencia de Materiales de Barcelona - CSIC
Gotzon Madariaga Menéndez: Dpto. Física de la Materia. Universidad de País Vasco
Javier Gonzalez-Platas: Dpto. Física Fundamental II. Universidad de "La Laguna"
Mercedes Cáceres Alonso: Dpto. Química Física I, Universidad Complutense
Ramón Catalá Moragrega: Instituto de Agroquímica y Tecnología de los Alimentos (CSIC) Valencia
Francisco Javier Manjón Herrera: Dpto. Física Aplicada. Universidad Politécnica de Valencia
Jose Alonso Alonso : Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid - CSIC
M^a Dolores Alba Carranza: Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, CSIC
Olga Prieto Ballesteros: Lab. de Geología Planetaria. Centro de Astrobiología. INTA-CSIC.
Avelina Fernández García: Centro Federal de Investigación en Nutrición y Alimentos (Karlsruhe)
Buenaventura Guamis Lopez: CER Planta Tecnología de Alimentos. UAB.
José Antonio Real Cabezos: Dpto. de Química Inorgánica. Universidad de Valencia.

ANEXO Mesa 2.

Los grupos de investigación que participaron directamente en la mesa han sido los siguientes: (se indica el nombre del representante del grupo que presentó al mismo y entre paréntesis el número de personas de que consta cada grupo de investigación)

- 1 Intercaras y Crecimiento ICMM, CSIC - IMA, Renfe-UCM. F. Javier Palomares (10).
- 2 Grupo de magnetoóptica, Universidad de Oviedo. Javier Díaz (10).
- 3 Depto. Fis. Mat. Condensada, U. Autónoma de Madrid. Julio Camarero (20)
- 4 Intercaras y Crecimiento ICMM, CSIC y ANTARES, LURE: José Avila (5)
- 5 Grupo de Magnetismo, U. del País Vasco, M^a L. Fernández-Gubieda (14)
- 6 Nanofabricación, IMM-CNM, e Intercaras Crecimiento ICMM, CSIC; Yves Huttel
- 7 LRN – Depto. Física Aplicada, U. Autónoma de Madrid: Pilar Prieto (10)
- 8 Grupo de Magnetismo, Universidad de Oviedo: Pedro Gorria (6)
- 9 Propiedades Físicas de Materiales, ICMM, CSIC : Alicia de Andrés (16)
- 10 CITYMAC, U. de Cantabria, Luis Fernández Barquín (9)
- 11 Depto de Física del Estado Sólido, ICMA, CSIC - U. de Zaragoza: Luis M. García (15)

Además, han expresado su interés y apoyo otros muchos grupos de investigación. En particular los siguientes nos han hecho llegar información que ha podido ser reflejada tanto en la reunión de la mesa 2 como en este documento.

- 12 Física de Materiales, ICMAB (CSIC): Benjamín Martínez (12)
- 13 Departamento de Física de la Materia Condensada, UB, Xavier Batlle (6).
- 14 Institut für Experimentalphysik, Freie Universität Berlin; Jose Emilio Prieto (7)
- 15 Laboratori de Mesures Magnètiques i Tèrmiques, U. Autònoma Barcelona, Dolors Baró (8)
- 16 Dept. d'Estructura i Constituents de la Materia U. de Barcelona, Lluís Manosa (9)
- 17 Dept. Nanoestructuras Magnéticas, IMM-CNM; Alfonso Cebollada [7]
- 18 Grup d'Electromagnetisme, Universitat Autònoma de Barcelona; Josep Nogués
- 19 Van der Waals Zeeman Institute, University of Amsterdam; Jorge Miguel [4]
- 20 Department of Physics, University of Uppsala; Arantxa Fraile [4].
- 21 SPINTEC (URA 2512 CNRS/CEA) Francia; Jordi Sort.
- 22 BESSY, Berlín, Alemania; Sergio Valencia.
- 23 ESRF, Manuel Valvidares Suárez.

ANEXO Mesa 3.

Abreviaturas utilizadas:

UPS: Espectroscopía de Fotoemisión Ultravioleta

XPS: Espectroscopía de Fotoemisión de Rayos X

XPs-AP: XPS a Alta Presión

MXPS: Microscopía XPS.

SXRD: Difracción de Rayos X de Superficie.

D: Dicroísmo.

Hemos identificado un total de 23 grupos con aproximadamente 95 doctores.

Persona de contacto	Número de doctores que representa	Áreas en las que ha mostrado interés	Filiación
J. Avila	5	XPS-AP	ICMM-LURE
J. Díaz	7	UPS,XPS, XPS-AP,MXPS	Univ. de Oviedo
L. Aballe	4	UPS,XPS, MXPS	ELETTRA-Trieste
M. Alonso	5	UPS,XPS, MXPS,SXRD,D	ICMM-CSIC
E. García Michel	3	UPS,XPS,,SXRD	Univ. Autónoma Madrid
J. A. Martín-Gago	7	UPS,XPS, MXPS,SXRD	ICMM-CSIC
I. Colera	1	UPS,XPS,,SXRD	Univ. Carlos III Madrid
I. Jiménez	6	UPS,XPS, MXPS	ICTP-CSIC
A. Gutiérrez	6	UPS,XPS, MXPS	Univ. Autónoma Madrid
A. Mascaraque	2	UPS,XPS,XPS-AP,SXRD	Univ. Complutense Madrid
J.C. Conesa	3	XPS,XPS-AP	Inst. de Catálisis y Petroquímica-CSIC
Y. Hutel	3	UPS,XPS, MXPS, D	ICMM-CSIC
J.E. Ortega	3	UPS	Univ. del País Vasco
D. Ruiz	3	UPS,XPS	ICMBA-CSIC
J. Feliu	3	SXRD	Univ. de Alicante
X. Torrelles	2	XPS-AP, SXRD	ICMBA-CSIC
A. de Andrés	5	UPS,XPS, MXPS,SXRD,D	ICMM-CSIC
T. Cuberes	2	XPS	Univ. de Castilla-La Mancha
A. Caballero	6	XPS, XPS-AP	Univ. de Sevilla, ICMS-CSIC
L. Galán	2	XPS,UPS	Univ. Autónoma Madrid, ICMM-CSIC
G. Castro	3	XPS,XPS-AP,SXRD	ESRF
J. A. Sans	4		Univ. de Valencia
M. Gabán	5		Univ. de Málaga

ANEXO Mesa 4.

NOMBRE	TEMA TRABAJO	CENTRO	Nº PROYEC.	MIEMBROS GRUPO
Afonso Carmen N	MAT, LDR	CSIC, IOptica	1	8
Alonso Jose Antonio	MAT	CSIC, ICMM	3	3
Arroyo Elena	MAT	CEU	3	4
Avila Jose	MAT, LDR	CSIC, ICMM	8	2
Blasco Teresa	CAT	ITQ-(CSIC-UPV)	2	4
Caballero Martinez Alfonso	CAT, MAT	CSIC-U Sevilla, ICMSE	8	5
Camblor Miguel	MAT	CSIC, ICMM	2	4
Casero Junquera Elena	QC, QD	UAM	4	3
Castro Isabel	QD, QC	U Valencia	0	8
Cazorla Amoros Diego	CAT, MA	U Alicante	6	7
Coronado Eugenio	MAT, MAG, QC	U Valencia	(3)	3
Cuberes Teresa	MAT, LDR	U Cast-La Mancha	1	1
De Pablo Joan	MA, QD	U Pol. Cataluña	5	5
Díaz Moreno, Sofia	QC, QD	DIAMOND	6	1
Esteve Cano Vicente	MA	uji	0	3
Fernandez Camacho, Asuncion	MAT, LDR	CSIC-U Sevilla, ICMSE	2	2
Fernandez Barquin Luis	M	U Cantabria	1	4
Fernandez Garcia Marcos	CAT	CSIC, ICP	14	4
Freile Rodriguez A.	LDR	U.Uppsala	17	0
Garcia Granda Santiago	MAT, MA, QC, SB	U Oviedo	1(11)	12
Gorria Pedro	MAT, MAG	U Oviedo	2	4
Grive Mireia	MA, QC, QD	Enviros Spain-Barcelona	5	3
Hernando Maria	MAT	U Complutense Madrid	1	3
Jimenez Garcia Hermas	SB	U Valencia	0	2
Lahoz Diaz Fernando	CAT, QC, QD	CSIC, ICMA	3	7
Martinez-Criado	Microscopia RX	ESRF	2	1
Miravilles Carlos	M, EFR	ICMB-CSIC		
Moran Miguelez Emilio	MAT	U Complutense Madrid	2	4
Pellicer Porres Julio	AP	U Valencia	26	6
Prieto de Castro Jose Emilio	MAG, LDR	UAM	5	3
Proetti, M ^a Grazia	LDR, SB, MAG	CSIC, ICMA	2	2
Quiñones Diez Javier	QC, QD	U Valencia/ CIEMAT	0	8
Rives Arnau Vicente	CAT	U Salamanca	1	5
Rodriguez Castellon Enrique	CAT	U Malaga	2	7
Ruiz Ana Isabel	MAT	U Complutense Madrid	0	3
Señaris Rodriguez M Antonia	MAT	U, A Coruña	0	2
Soriano de Arpe Leonardo	M, LDR	UAM	11	4
Suarez Mercedes	MAT	U Salamanca	2	3
Tena Gomez M ^a Angeles	MAT	U Jaime I Castellon	0	5
Valiente Manuel	MA	U Autonoma Barcelona	6	3
Rodriguez Gonzalez-Elipe, Agustin	MAT, LDR, CAT	ICMSE, CSIC-U. Sevilla		
Muñoz Paez, Adela	QC, SB, LDR	U. Sevilla-CSIC, ICMSE	6	4
Chaboy Jesus	MAT, MAG (XAS)	CSIC, ICMA	18	2
Conesa Cegarra Jose Carlos	CAT	CSIC, ICP	14	4
Fdez-Gubieda M ^a Luisa	MAT, MAG, LDR	U Pais Vasco	7	6
Garcia Ruiz, Joaquin	CAT, MAG, MAT, QD	CSIC, ICMA	24	6
Prieto Carlos	MAT, LDR, MAG	CSIC, ICMM	8	5
TOTAL			230	184

ANEXO Mesa 5.

5.1 Grupo de apoyo directo a una línea de microdifracción SAXS-WAXS:

1. *Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros CSIC*. Personas de contacto: Ernesto Pérez Tabernero(ernestop@ictp.csic.es); Marian Gómez (magomez@ictp.csic.es); Gary Ellis (gary@ictp.csic.es); Mercedes Pérez Mendez(perezmendez@ictp.csic.es); María Luisa Cerrada (mlcerrada@ictp.csic.es); Marta Fernández-García.(martafg@ictp.csic.es).
2. *IATA,CSIC, Valencia*, Persona de contacto: José María Lagarón. (lagaron@iata.csic.es); Rafael Gavara (rgavara@iata.csic.es)
3. *Universidad Jaume I, Dept. Tecnología, Area de Materiales, Castellón*. Persona de contacto: E. Giménez .
4. *Universitat Politècnica de Catalunya*. Personas de contacto: Jordi Puiggali Bellalta (Jordi.Puiggali@upc.es); Sebastián Muñoz- Guerra(sebastian.munoz@upc.es
5. *Instituto de Estructura de la Materia, CSIC*. Personas de contacto: Araceli Flores (imtf305@iem.cfmac.csic.es); F.J. Baltá Calleja (embalta@iem.cfmac.csic.es); Daniel Rueda (emdaniel@iem.cfmac.csic.es)
6. *Universidad de Alicante, Dept. de Química Inorgánica*. Persona de contacto: Diego Cazorla-Amorós (cazorla@ua.es)
7. *IIQAB-CSIC, Barcelona*. Personas de contacto: Olga López Serrano (oloosl@cid.csic.es); Ramón Pons Pons (rppten@iiqab.csic.es)
8. *Universidad Autónoma de Barcelona*, Persona de contacto: Manel Sabés Xamaní (Manel.Sabes@uab.es)
9. *AURORA, Barcelona*. Persona de contacto: Agneta Svensson (svensson@ifae.es)

Así mismo también han mostrado interés explícito por la propuesta:

1. *Dpto. Física de la Materia Condensada, Universidad de Valladolid*. Persona de contacto: José Carlos Rodríguez Cabello (cabello@eis.uva.es)
2. *Facultad de Química Depto. de Ciencia y Tecnología de Polímeros.UPV San Sebastián*. Persona de contacto: Mila Cortazar (popcodim@sq.ehu.es)
3. *Instituto de Estructura de la Materia, CSIC*. Persona de contacto: Javier Matínez de Salazar Gascuñana(jmsalazar@iem.cfmac.csic.es)
4. *Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Universidad Politécnica de Madrid*. Persona de contacto: Cristina Álvarez Sancho (calvarezs@etsii.upm.es).

5.2 Grupos que han expresado de forma explícita su deseo de ser usuarios de la línea de microscopía de rayos-X duros:

Aldea Martí. Dept. Ciències Mèdiques Bàsiques. Universitat de Lleida
Alarcón Sánchez, Balbino. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC-UAM, Madrid
Alché, Juan de Dios. Estación Experimental del Zaidín. CSIC. Granada
Alonso Varona, Ana. Facultad de Medicina y Odontología. Universidad del País Vasco. Bilbao
Alsina, Berta. Grup de Biologia del Desenvolupament. CEXS, UPF. Barcelona
Asumendi Mallea, Aintzane. Dpto. Biología Celular e Histología. UPV/EHU. Bizkaia
Aviles, Manuel. Depto. Biología Celular. Universidad de Murcia
Ayala, Juan A. Centro de Biología Molecular « Severo Ochoa » (CSIC-UAM) Madrid
Bassols, Anna. Dept. de Bioquímica i Biologia Molecular. Universitat Autònoma de Barcelona
Bernal Carrasco, Juan. Endocrinología Molecular. Inst. Investigaciones Biomédicas. CSIC-Madrid
Blasi Cabús, Joan. Laboratorio de Neurobiología Celular y Molecular. Universidad de Barcelona
Bueno i Torrens, David. Departament de Genètica. Universitat de Barcelona
Burgal, María. Dpto. Microscopía Confocal. Instituto de Investigaciones Citológicas. Valencia
Cajaraville, Miren P. Biologia Zelularra eta Histologia Lab. Euskal Herriko Unibertsitatea. Bilbao
Campanero Miguel R. Instituto de Investigaciones Biomédicas. CSIC – UAM. Madrid
Cano, Amparo. Dpto Bioquímica Instituto de Investigaciones Biomedicas CSIC-UAM. Madrid
Cervera, Javier. Lab. Reconocimiento Molecular. Inst. Invest. Citol. FVIB. Valencia

Chiva Royo, Manel. Dpt. Ciències Fisiològiques II, Universitat de Barcelona
 Correas Isabel. Centro de Biología Molecular Severo. Universidad Autónoma de Madrid.
 Cuberes, Teresa. Universidad de Castilla-La Mancha.
 Cuezva, Jose M^a. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC-UAM, Madrid
 de Cabo de la Vega, Carlos. Lab. Neurociencias. Complejo Hospitalario Universitario de Albacete.
 de Castro Soubriet Fernando. Inst. de Neurociencias de Castilla y León. Universidad de Salamanca
 de Felipe, M^a. Rosario. Centro de Ciencias Medioambientales. CSIC, Madrid
 De La Rosa, Enrique J. Centro de Investigaciones Biológicas. CSIC, Madrid
 Diez-Guerra, F Javier. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC-UAM, Madrid
 Egea, Gustavo. Dept. Biologia Cel·lular i Anatomia Patològica. Univ. Barcelona
 Egozcue, Josep. Dept. Biologia Celular, Fisiologia e Immunologia. Edifici M. Bellaterra. Barcelona
 Enrich, Carlos Grup de Senyalització i Proliferació Cel·lulars. Universitat de Barcelona
 Esquerda, Josep E. Departament de Ciències Mèdiques Bàsiques. Universitat de Lleida.
 Esteban Francisco J. Departamento de Biología Experimental. Universidad de Jaén
 Fabregat, Isabel. Dept. de Bioquímica y Biología Molecular. Universidad Complutense de Madrid
 Fernández Busquets, Xavier. Laboratorio de Investigación en Nanobioingeniería. Barcelona
 Ferrus, Alberto. Instituto Cajal. CSIC. Madrid
 Franco, Rafael. Centres de Recerca de Neurociència i Biomedicina. Universitat de Barcelona
 Fuster, Carme. Departament de Biologia Cel·lular, Universitat Autònoma de Barcelona
 García de Herreros, Antonio. Institut Municipal d'Investigació Mèdica. Universitat Pompeu Fabra
 García Ballesta Juan P. Centro de Biología Molecular « Severo Ochoa » (CSIC-UAM) Madrid
 García García Maria. Jefe de Sección del Servicio de Microscopia. Universidad de Murcia
 Garcia Verdugo, Jose Manuel. Instituto Cavanilles. Universidad de Valencia
 Garcia, Ricardo. Instituto de Microelectronica de Madrid, CSIC Madrid
 Gil, Xavier. Centre de Recerca en Enginyeria Biomèdica. Universitat Politècnica de Catalunya
 Gómez Ramos, Pilar. Departamento de Morfología. Universidad Autónoma de Madrid.
 González Fernández, Africa. Inmunología. Facultad de Ciencias. Universidad de Vigo
 Gonzalez-Reyes, Acaimo. Instituto de Parasitología y Biomedicina. Granada
 Hernández Pérez Félix. Centro de Biología Molecular "Severo Ochoa". UAM, Madrid
 Hierro Ferran. Serveis Científicotècnics. Universitat de les Illes Balears. Palma de Mallorca
 Guadaño Ferraz Ana. Instituto de Investigaciones Biomédicas "Alberto Sols", CSIC-UAM. Madrid
 Guerrero, Flora. Histología Veterinaria. Universidad de Santiago de Compostela.
 Gutierrez, Crisanto. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC-UAM. Madrid
 Jorcano, Jose Luis. CIEMAT. Madrid
 Llorca Oscar. Centro de Investigaciones Biológicas-CSIC. Madrid
 Lluch, M^a Ángeles. Departamento de Tecnología de Alimentos. Universidad Politécnica de Valencia
 Malagón, María M. Dpt. de Biología Celular, Fisiología e Inmunología. Universidad de Córdoba.
 Manso Rafael. Centro de Biología Molecular « Severo Ochoa » (CSIC-UAM). Madrid
 Manzanares Miguel. Instituto de Investigaciones Biomédicas CSIC-UAM. Madrid
 Marco, Roberto. Instituto de Investigaciones Biomédicas "Alberto Sols". CSIC-UAM. Madrid
 Marsal, Jordi. Laboratori de Neurobiologia Cel·lular i Molecular. Universitat de Barcelona
 Martín-Perez Jorge. Instituto de Investigaciones Biomédicas, CSIC. Madrid
 Martínez Menarguez, José Angel. Departamento de Biología Celular. Universidad de Murcia
 Medina, Francisco Javier. Centro de Investigaciones Biológicas (CSIC). Madrid
 Modolell, Juan. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC y UAM. Madrid
 Morales, Fermín. Aula Dei, CSIC. Zaragoza.
 Mozo-Villarías Angel. Universitat de Lleida
 Muñoz-Cánoves, Pura. Center for Genomic Regulation (CRG).Barcelona
 Olmedilla, Adela. Estación Experimental del Zaidín (CSIC). Granada
 Ponsà, Montserrat. Depto. Biología Celular. Universidad Autònoma de Barcelona
 Quintanilla, Miguel. Instituto de Investigaciones Biomédicas Alberto Sols, CSIC-UAM. Madrid
 Real, Francisco. Unitat de Biologia Celular. Institut Municipal d'Investigació Mèdica. Barcelona
 Ribera Joan. Biologia Cel. Universitat de Lleida
 Risco, Cristina. Centro Nacional de Biotecnología-CSIC. Madrid
 Rodríguez, M^a Isabel. Estación Experimental del Zaidín (CSIC). Granada
 Rueda Joaquín. Dpto. de Histología y Anatomía. Universidad Miguel Hernández
 Sabater, Sergi. Departament de Ciències Ambientals. Girona

Sagarra Conde, Rosa. Facultad de Medicina de la UAM. Madrid
Sánchez Pina, Amelia. Dpt. Mejora y Patología Vegetal. CEBAS-CSIC. Murcia
Sanchez, Marina P. Laboratorio de Neurología. Fundación Jimenez Diaz
Serratos, Joan. Dept. Farmacología i Toxicología. IIBB-CSIC, IDIBAPS. Barcelona
Solsona Carles Depto. Biología Celular y Anatomía Patológica. Universidad de Barcelona
Soriano Eduardo. IRBB. Parc Científic Barcelona
Timoneda Timoneda Joaquín. Universidad de Valencia
Toribio, María Luisa. Centro de Biología Molecular Severo Ochoa. CSIC y Universidad Autónoma
Vallejo Carmen G. Instituto de Investigaciones Biomédicas, CSIC.
Valpueda, José M^a. Centro Nacional de Biotecnología. C.S.I.C.
Vidal-Vanaclocha, Fernando. CEO&CSO Dominion-Pharmakine Ltd. Bizkaia Technology Park,
Villalobo, Antonio. Instituto de Investigaciones Biomédicas. CSIC & Univ. Autónoma de Madrid
Villarroya Gombau, Francesc. Universitat de Barcelona
Wierzbicki, Jacek. Universitat de Lleida

ANEXO Mesa 6.

6.1. Asistentes a la mesa de biocristalografía:

Vicente Rubio (IBV-CSIC) Valencia
Mark van Raaij (U. Santiago) Santiago
Diego Guerin (UIB-CSIC) Bilbao
Nicola Abrescia (U. Oxford) Oxford
Javier López Jaramillo (LEC-CSIC) Granada
Lourdes Campos (UPC) Barcelona
Daniel Badia (IBMB-CSIC) Barcelona
Cristina Ferrer (IBMB-CSIC) Barcelona
Nuria Verdaguer (IBMB-CSIC) Barcelona
Fernando Gil (IBV-CSIC) Valencia
Jordi Juanhuix (Aurora) Barcelona
Xavier Gomis-Rüth (IBMB-CSIC) Barcelona
Juan A. Hermoso (IQFR-CSIC) Madrid
Guillermo Montoya (CNIO) Madrid
Maria Sola (IBMB-CSIC) Barcelona
Fermín Otalora (LEC-CSIC) Granada
Miquel Coll (IBMB-CSIC) Barcelona
Santiago García Granda (U. Oviedo) Oviedo
Alicia Guasch (IBMB-CSIC) Barcelona
Ana Labrador (Aurora) Barcelona

6.2 Grupos españoles de investigación en biocristalografía (Investigadores principales):

1.	A. Albert	Rocasolano-CSIC	Madrid
2.	J. Bravo	CNIO	Madrid
3.	J.M. Casasnovas	CNB	Madrid
4.	D. Guerin	Univ. País Vasco	Bilbao
5.	J.A. Hermoso	Rocasolano-CSIC	Madrid
6.	A. Llamas	Univ. Santiago de C.	Santiago de C.
7.	J.M. Mancheño	Rocasolano-CSIC	Madrid
8.	M. Martínez Ripoll	Rocasolano-CSIC	Madrid
9.	G. Montoya	CNIO	Madrid
10.	V. Rubio	IBV-CSIC	Valencia
11.	J.A. Subirana	UPC	Barcelona
12.	A. Romero	CIB- CSIC	Madrid
13.	J. Sanz	Rocasolano-CSIC	Madrid
14.	M. van Raaij	Univ. Santiago de C.	Santiago de C.
15.	J.J. Calvete	IBV-CSIC	Valencia
16.	A. Martínez	Univ. Navarra	Navarra
17.	A. Marina	IBV-CSIC	Valencia
18.	S. Garcia-Granda	Univ. de Oviedo	Oviedo
19.	J.M. Garcia Ruiz	IACT-CSIC	Granada
20.	F. Otalora	IACT-CSIC	Granada
21.	J.M. de Pereda	CIC-CSIC	Salamanca
22.	F.X. Gomis	IBMB-CSIC	Barcelona
23.	M. Coll	IBMB-CSIC	Barcelona
24.	N. Verdaguer	IBMB-CSIC	Barcelona
25.	I. Fita	IBMB-CSIC	Barcelona
26.	I. Usón	IBMB-CSIC	Barcelona

ANEXO Mesa 7.

Listado preliminar de participantes en el grupo de trabajo de la línea de rayos gamma.

Centro	Departamento	Apellidos	Nombre
CIEMAT	Dpto. Fisión Nuclear	Cano Ott	Daniel
CSIC	Inst. d'Estudis Espacials de Catalunya	Hernanz Carbo	Margarita
CSIC	Inst. d'Estudis Espacials de Catalunya	Álvarez Pastor	José Manuel
CSIC	Inst. d'Estudis Espacials de Catalunya	Martinez Pinedo	Gabriel
CSIC	Inst. Estructura de la Materia	Moya Valgañón	Elvira
CSIC	Inst. Estructura de la Materia	Garcia Borge	Maria Jose
CSIC	Inst. Estructura de la Materia	Tengblad	Olof
CSIC	Inst. Física Corpuscular	Marti Garcia	Salvador
CSIC	Inst. Física Corpuscular	Taín Enríquez	José Luis
CSIC	Inst. Física Corpuscular	Rubio Barroso	Berta
Hospital General Universitario Gregorio Marañón	Dpto. Medicina Experimental	Vaquero	Juan José
Hospital Universitario San Cecilio	Serv. Radiofísica	Vilches Pacheco	Manuel
Universidad Autonoma de Madrid	Dpto. Física Teorica	Jungclaus	Andrea
Universidad Autonoma de Madrid	Dpto. Física Teorica	Robledo Martin	Luis Miguel
Universidad Complutense de Madrid	Dpto. Física Atomica, Molecular y Nuclear	Udias Moinelo	Jose Manuel
Universidad Complutense de Madrid	Dpto. Optica	Guerra Perez	Jose Manuel
Universidad de Granada	Dpto. Física Moderna	Amaro Soriano	Jose Enrique
Universidad de Granada	Dpto. Física Moderna	Lallena Rojo	Antonio M.
Universidad de Huelva	Dpto. Física Aplicada	Martel Bravo	Ismael
Universidad de Huelva	Dpto. Física Aplicada	García Ramos	José Enrique
Universidad de Salamanca	Dpto. Física Aplicada	Roso Franco	Luis
Universidad de Salamanca	Dpto. Física, Ingeniería y Radiología Médica	Fernández González	Francisco
Universidad de Santiago de Compostela	Dpto. Física de Particulas	Garzon Heydt	Juan Antonio
Universidad de Santiago de Compostela	Dpto. Física de Particulas	Cortina Gil	Dolores
Universidad de Santiago de Compostela	Dpto. Física de Particulas	Benlliure Anaya	Jose
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica Molecular y Nuclear	Gómez Camacho	Joaquín
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica, Molecular y Nuclear	Caballero Carretero	Juan Antonio
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica, Molecular y Nuclear	Espino Navas	José Manuel
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica, Molecular y Nuclear	Alonso Alonso	Clara Eugenia
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica, Molecular y Nuclear	Quesada Molina	José Manuel
Universidad de Sevilla	Dpto. Física Atómica, Molecular y Nuclear	Gallardo Fuentes	Isabel
Universitat Autonoma de Barcelona	Dpto. Física	Corbalán Yuste	Ramón
Universitat Autonoma de Barcelona	Dpto. Física	Orriols Tubella	Gaspar
Universitat de Barcelona	Dpto. Estructura i Constituents de la Materia	Ramos Gomez	Angels
Universitat de Barcelona	Dpto. Estructura i Constituents de la Materia	Polls Marti	Arturo
Universitat de Valencia	Dpto. Física Teorica	Oset Baguena	Eulogio
Universitat de Valencia	Inst. Física Corpuscular	Faus Golfé	Angeles
Universitat Politécnica de Catalunya	Inst. Técnicas Energeticas	Calviño	Francisco
Universitat Politécnica de Catalunya	Inst. Técnicas Energéticas	Koubychine	Yuri