

# El uso de Grandes Instalaciones Científicas en la investigación de la Materia Condensada Blanda

**Mari Cruz García Gutiérrez**

**Grupo SOFTMATPOL, IEM-CSIC**

[maricruz@iem.cfmac.csic.es](mailto:maricruz@iem.cfmac.csic.es)



XVIII Curso de Iniciación a la Investigación en  
Estructura de la Materia

Madrid, 5-7 abril 2022



# Índice

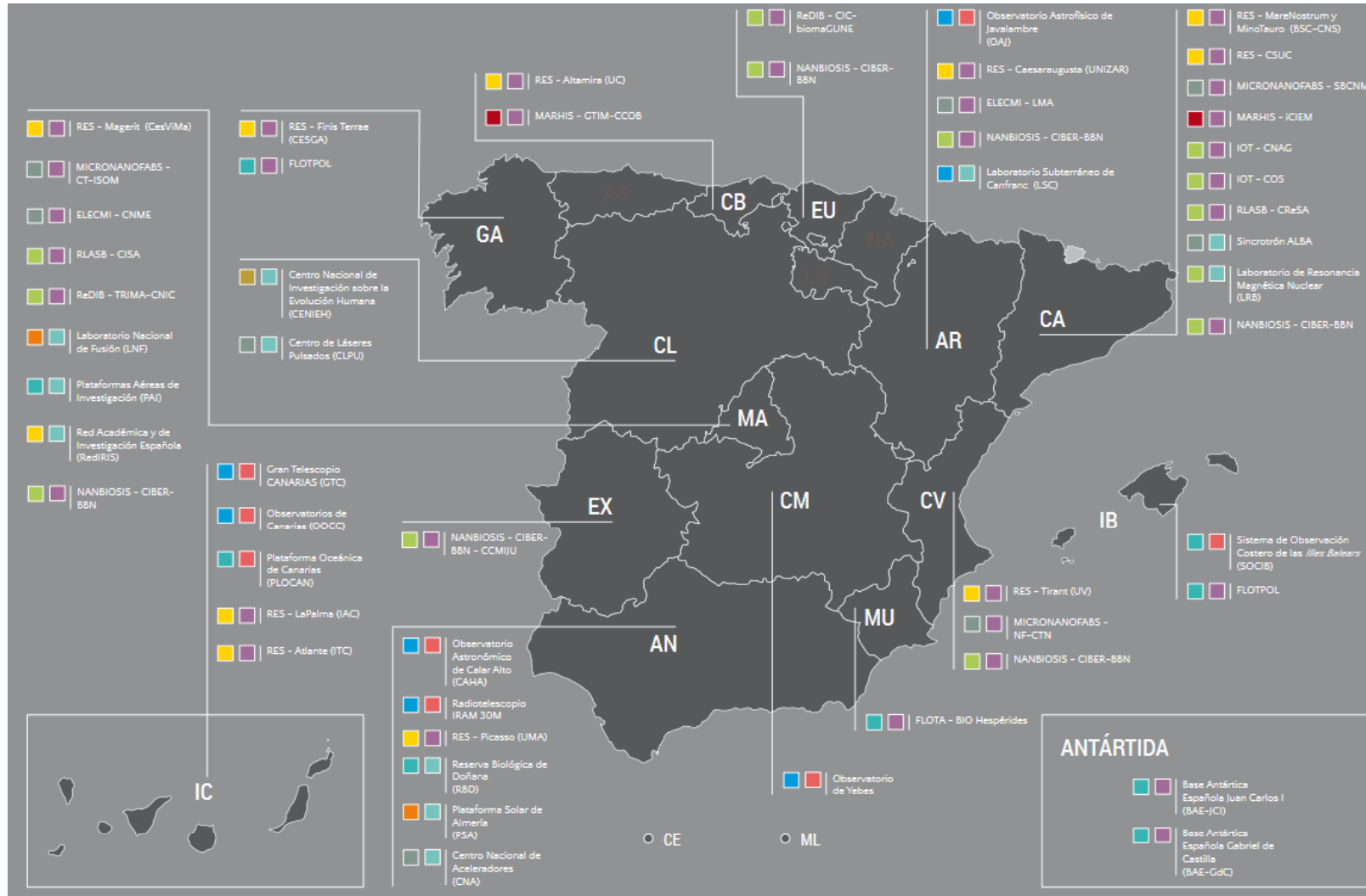
- ✓ **Infraestructuras científico técnicas singulares (ICTS)**
- ✓ **Grandes instalaciones científicas españolas**
- ✓ **Red de salas blancas de micro y nanofabricación**
- ✓ **Nanoestructuración: Litografía por nanoimpresión (NIL)**
- ✓ **Sincrotrones ALBA y ESRF**
- ✓ **¿Qué es la luz sincrotrón?**
- ✓ **Líneas experimentales**
- ✓ **Aplicación de técnicas de sincrotrón en Nanotecnología**
- ✓ **Asociación de usuarios españoles de sincrotrón (AUSE)**

# Instalaciones científico-técnicas singulares (ICTS)

El término Instalación Científico-Técnica Singular (ICTS) corresponde a la anterior nomenclatura de "Gran Instalación Científica" (GIC).

- Instalaciones científicas únicas y excepcionales
- Abiertas al acceso competitivo de usuarios de toda la comunidad científica
- Afrontan retos científicos que requieren un alto esfuerzo tecnológico
- Se estimula la colaboración internacional
- Se requiere una alta inversión: dinamizadores de la economía

# Grandes instalaciones científicas españolas



# Red de salas blancas de micro y nanofabricación

MICRONANOFABS es una **red distribuida de tres nodos** cuyas instalaciones están situadas en:

- Sala blanca integrada de micro y nanofabricación del Centro Nacional de Microelectrónica del CSIC (CNM-CSIC), localizada en Barcelona.
- Central de tecnología del Instituto de Sistemas Opto-electrónicos de la Universidad Politécnica de Madrid (UPM).
- Infraestructura de micro y nanofabricación del Centro de Tecnología Nanofotónica de la Universidad Politécnica de Valencia (UPV).

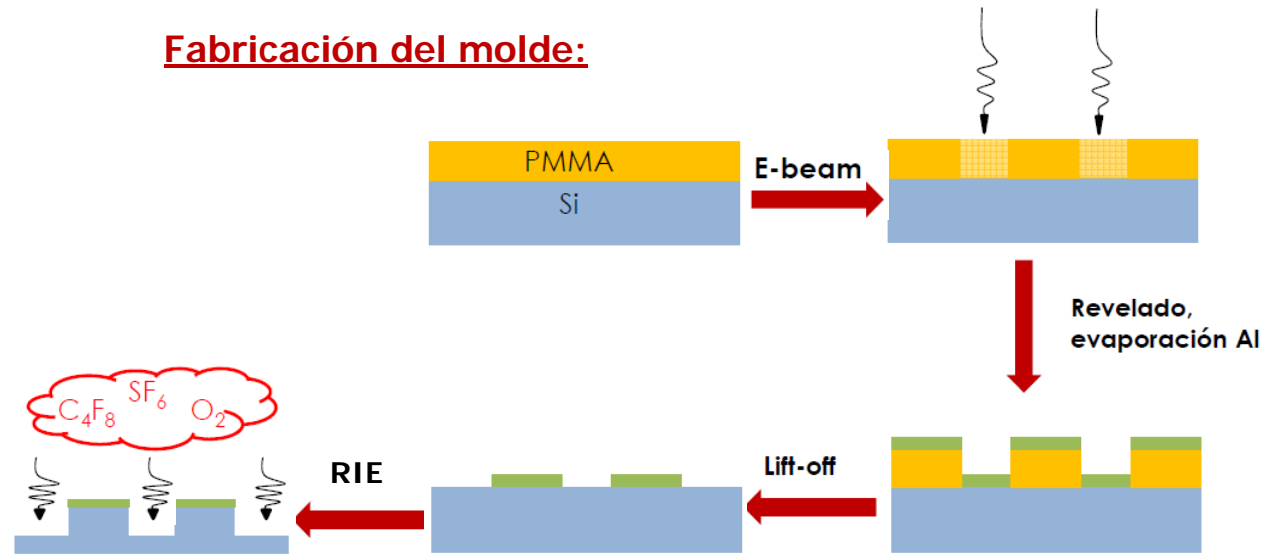


# Nanoestructuración: Litografía por nanoimpresión (NIL)

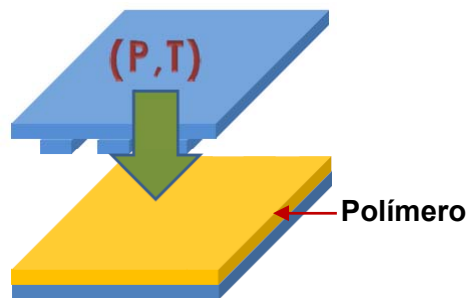
Sala blanca (CNM-  
CSIC)



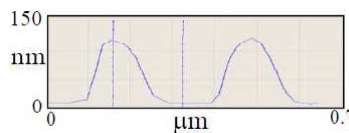
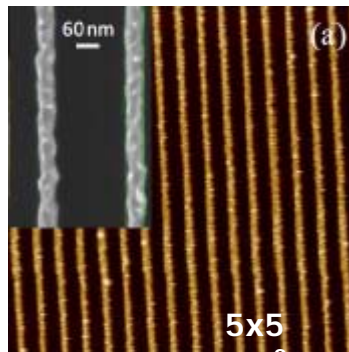
Fabricación del molde:



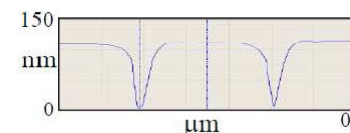
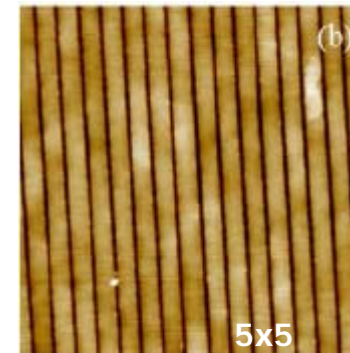
Nanoimpresión:



Molde



NIL





# Sincrotrones ALBA y ESRF

El **sincrotrón español ALBA** es una infraestructura científica de tercera generación situada en Cerdanyola del Vallès (Barcelona). En 2003 El proyecto del Sincrotrón ALBA fue aprobado y financiado a partes iguales entre la administración catalana y española. Se inaugura en 2010 y actualmente están operativas 9 líneas experimentales y 5 en construcción.



El **sincrotrón europeo ESRF** es la fuente de rayos X más intensa del mundo. Está situado en Grenoble, Francia y lo constituyen 13 países miembros y 8 países asociados. España es miembro fundador y participa con un 4% del coste y una línea experimental (SpLine). El ESRF empezó a funcionar en 1994 y consta de 43 líneas experimentales.



# ¿Qué es la luz sincrotrón?

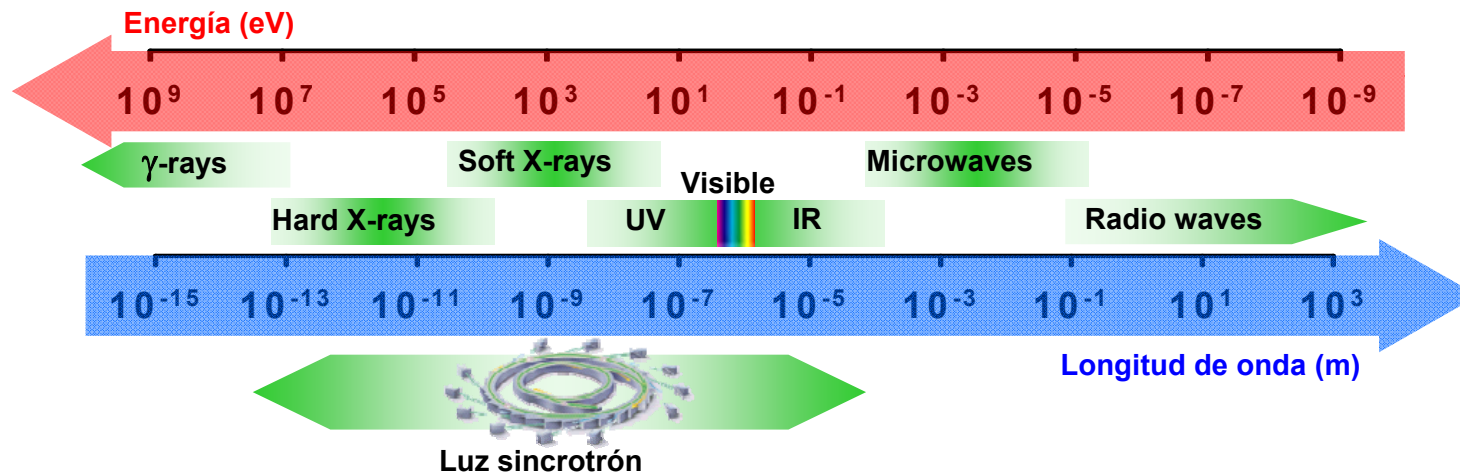
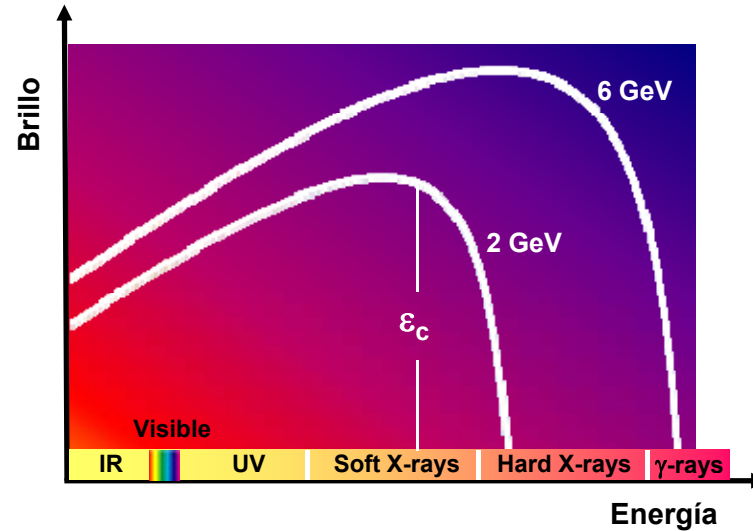
- Acelerador lineal (16 m de longitud): lleva los  $e^-$  a una  $E= 200 \text{ MeV}$  (ALBA 100 MeV)
- Sincrotrón (300 m de circunferencia): acelera los  $e^-$  hasta una  $E= 6 \text{ GeV}$  (ALBA 3 GeV)
- Anillo de almacenamiento (844 m de circunferencia): mantiene el haz de  $e^-$  a la  $E= 6 \text{ GeV}$  y se genera la radiación sincrotrón.





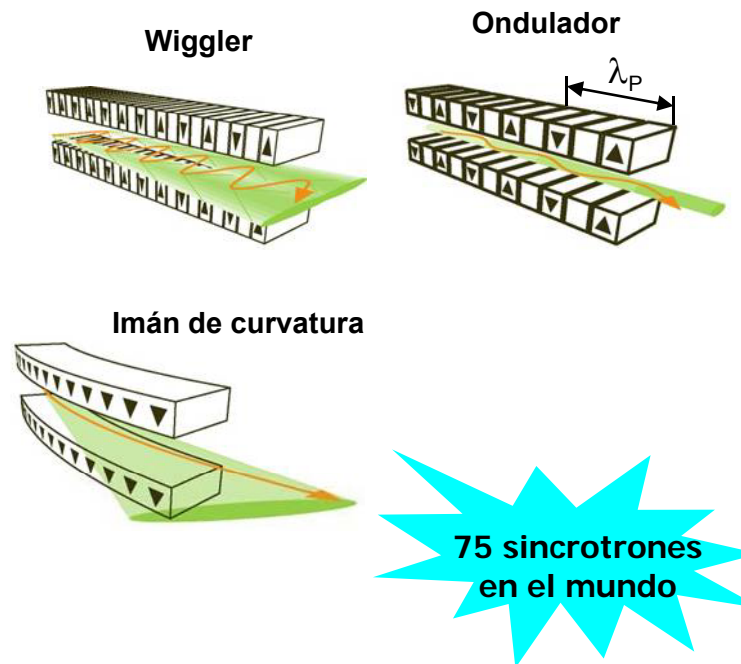
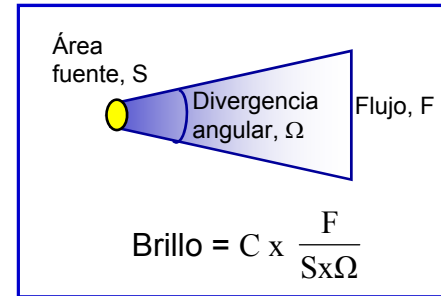
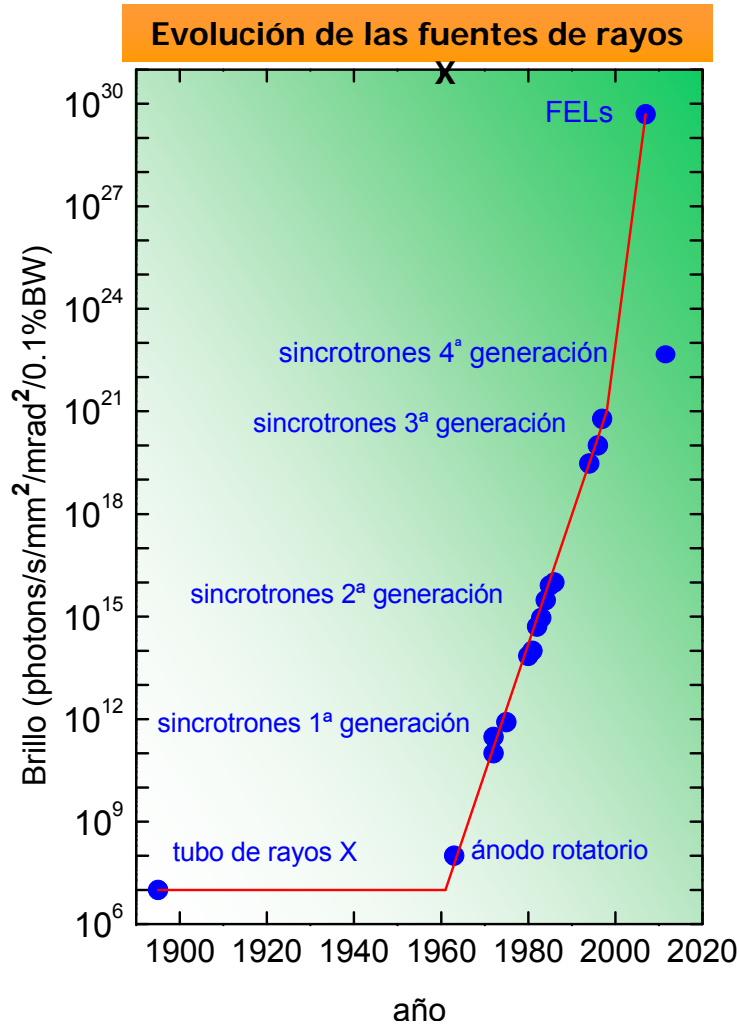
# ¿Qué es la luz sincrotrón?

- Espectro continuo desde el infrarrojo hasta los rayos X duros.
- Alta colimación o pequeña divergencia.
- Polarización lineal en el plano de la órbita.
- Precisa estructura temporal pulsada.



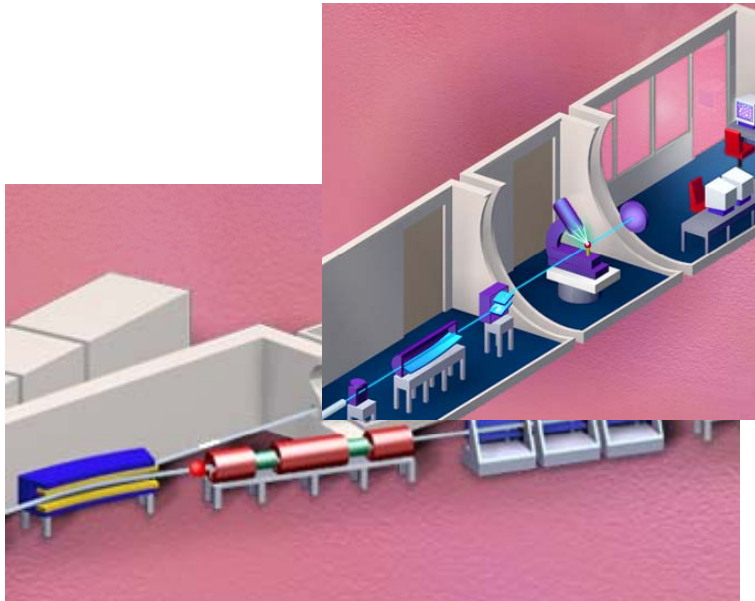
# ¿Qué es la luz sincrotrón?

➤ Gran "brillo" → experimentos en tiempo real



# ¿Qué es la luz sincrotrón?

## Estación experimental: Técnicas



### Espectroscopías

- Espectroscopía IR
- Espectroscopía de absorción de rayos X (EXAFS, XANES)
- Espectroscopía de emisión de rayos X (fluorescencia)
- Fotoemisión
- Espectroscopía de correlación de rayos X (XPCS)

### Imagen

- Radiografía
- Tomografía
- Microscopía de rayos X

### Difracción de rayos X

- Difracción de monocristal
- Difracción de polvo
- Difracción de superficies

### Dispersión de rayos X

- Dispersión a ángulos pequeños y grandes (SAXS, WAXS)
- Microfoco ( $\mu$ SAXS,  $\mu$ WAXS)
- Dispersión con incidencia rasante (GISAXS, GIWAXS)
- Dispersión inelástica (IXS)

# Líneas experimentales

## Sincrotrón español ALBA

### Fase I: 7 Líneas experimentales operativas

- BL04 – MSPD: Difracción de polvo
- BL09 – MISTRAL: Microscopía de rayos X blandos
- BL11 – NCD: Difracción no cristalina, SAXS
- BL13 – XALOC: Cristalografía de macromoléculas
- BL22 – CLAEISS: Espectroscopía de absorción y emisión
- BL24 – CIRCE: Espectroscopía y Microscopía de fotoemisión
- BL29 – BOREAS: Dispersión y absorción resonante

### Fase II: 2 Líneas experimentales

- MIRAS: Microespectroscopía infrarroja (operativa)
- LOREA: Fotoemisión de baja energía con alta resolución angular (operativa)

### Fase III: Líneas experimentales en fase de construcción

- XAIRA - Microfocus beamline for Macromolecular Crystallography at ALBA (en construcción)
- NOTOS - Instrument Development and Innovation beamline (en construcción)
- FaX-Tor - Fast X-ray Tomography & Radioscopy Beamline for ALBA (en construcción)

### Fase IV: 1 Línea experimental en fase de financiación

- 3Sbar - Surface Structure and Spectroscopy at 1 bar

# Líneas experimentales

## Sincrotrón europeo ESRF

### Línea española en el ESRF



### Beamlines

ID01	ID20	BM01
ID02	ID21	BM02
ID03	ID22	BM05
ID06-HXM	ID23-1	BM07
ID06-LVP	ID23-2	BM08
ID09	ID24	BM14
ID10	ID26	BM16
ID11	ID27	BM20
ID12	ID28	BM23
ID13	ID29	<b><u>BM25</u></b>
ID15A	ID30A-1	BM26
ID15B	ID30A-2	BM28
ID16A	ID30A-3	BM29
ID16B	ID30B	BM30
ID17	ID31	BM31
ID18	ID32	BM32
ID19		CM01

### Técnicas:

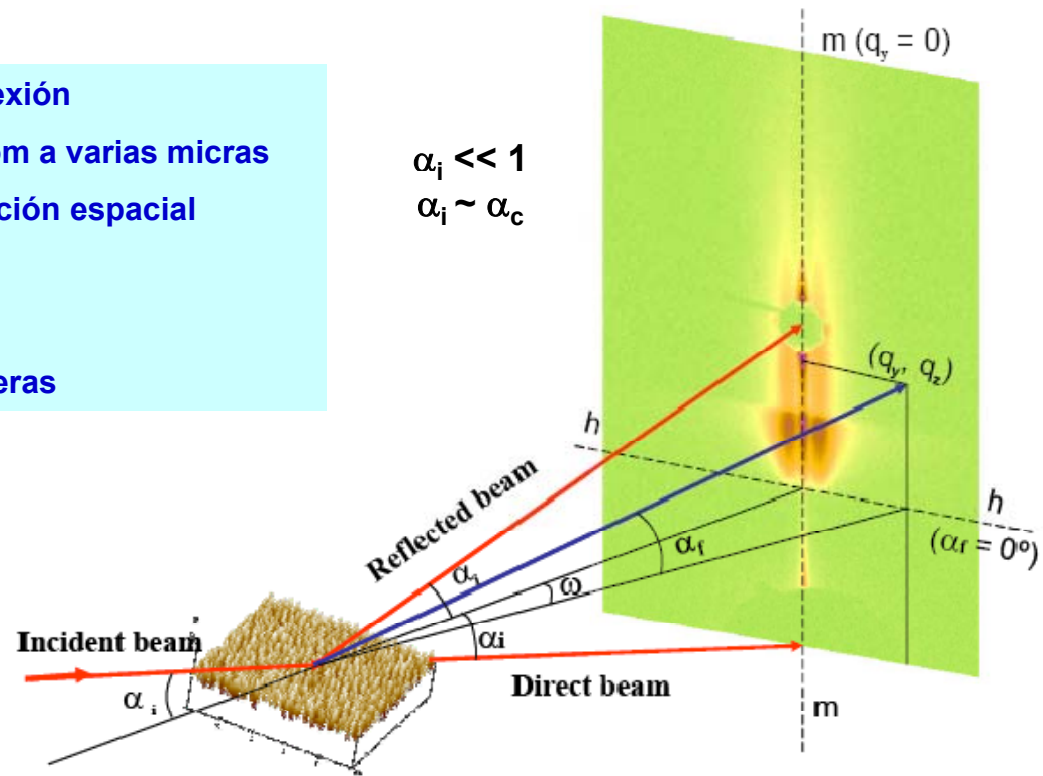
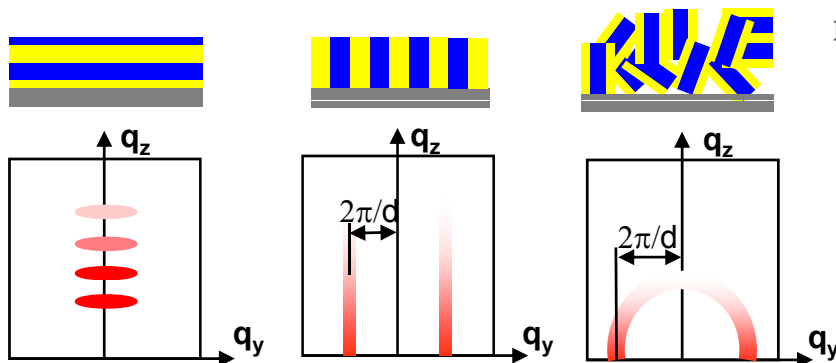
- Difracción de monocristal.
- Difracción de rayos X con incidencia rasante.
- Difracción de superficies y espectroscopia de fotoelectrones.



# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

## Dispersión de rayos X con incidencia rasante: Películas delgadas

- GIWAXS/GISAXS → análogo WAXS/SAXS en reflexión
- Rango de escalas de longitud: desde los Angstrom a varias micras
- Estructura y morfología: tamaño, forma y ordenación espacial
- Sensibilidad en profundidad (estructura interna)
- Información promedio del área iluminada ( $\sim \text{cm}^2$ )
- Experimentos en tiempo real y diferentes atmósferas



$$\alpha_i \ll 1$$
$$\alpha_i \sim \alpha_c$$

$$q_z = 2\pi/\lambda \sin(\alpha_i + \alpha_r)$$
$$q_y = 2\pi/\lambda \sin(\omega) \cos(\alpha_r)$$

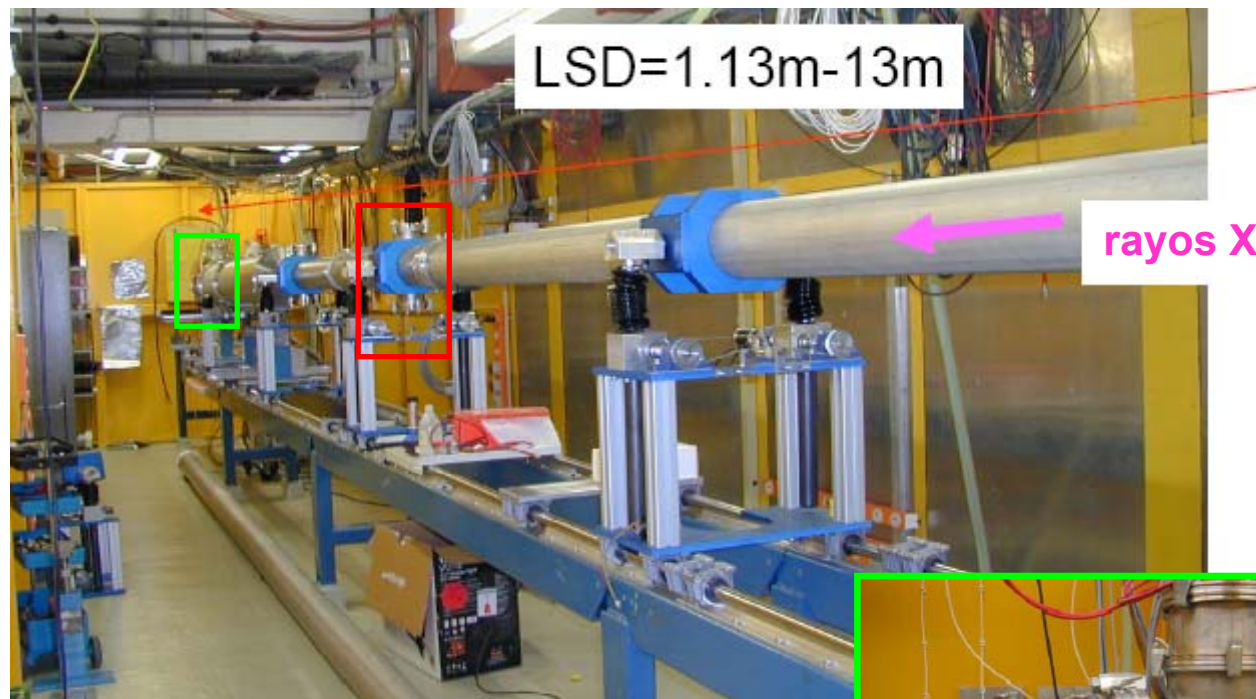


# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

## Dispersión de rayos X con incidencia rasante

- ✓ BM26 – ESRF
- ✓ P03 – PETRA

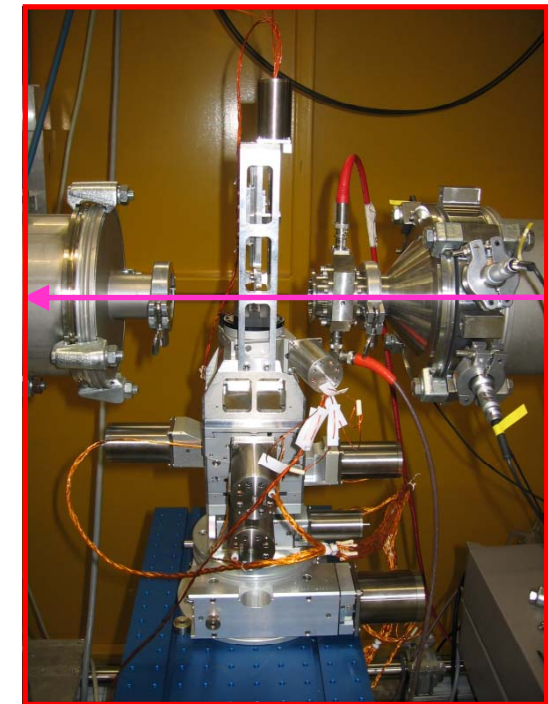
- ✓ NCD – ALABA
- ✓ I22 – Diamond



Detector



## Entorno de muestra

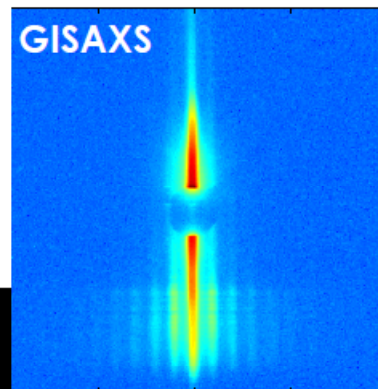


# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

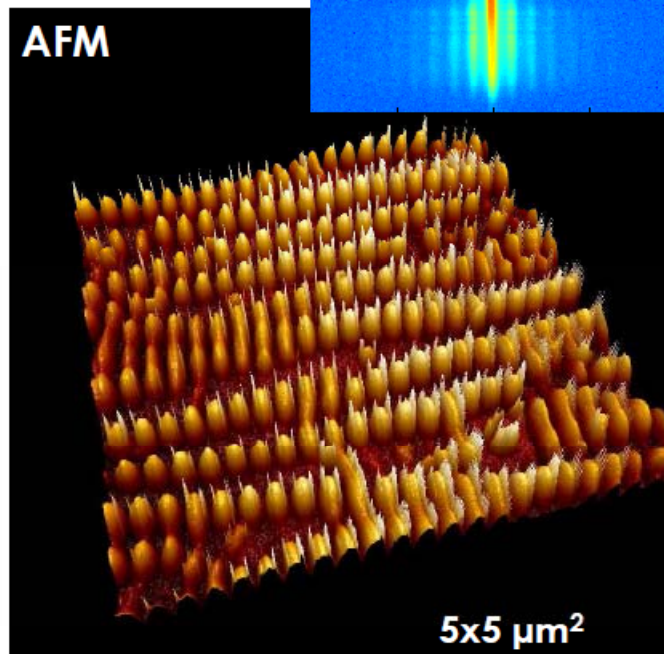
## Estructuras periódicas inducidas por láser (LIPSS)

600 pulsos

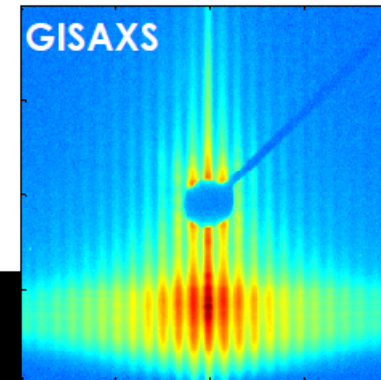
Fluencia  
5 mJ/cm<sup>2</sup>



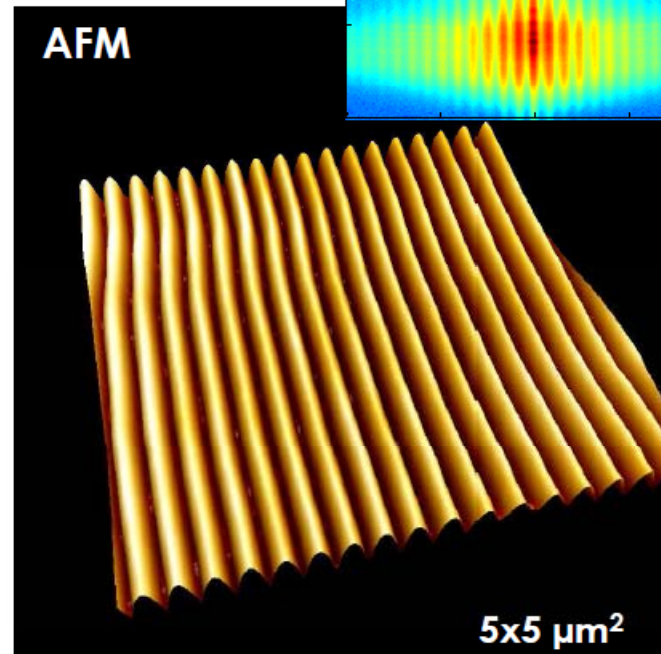
AFM



Fluencia  
13 mJ/cm<sup>2</sup>



AFM



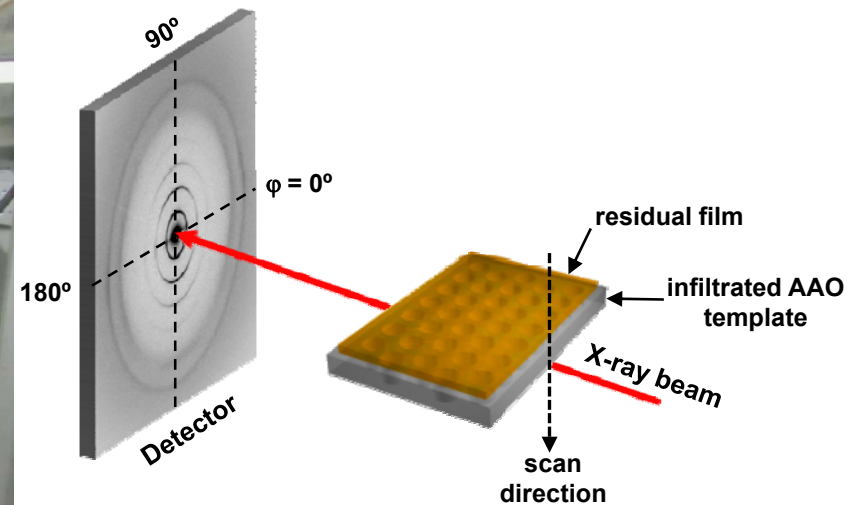
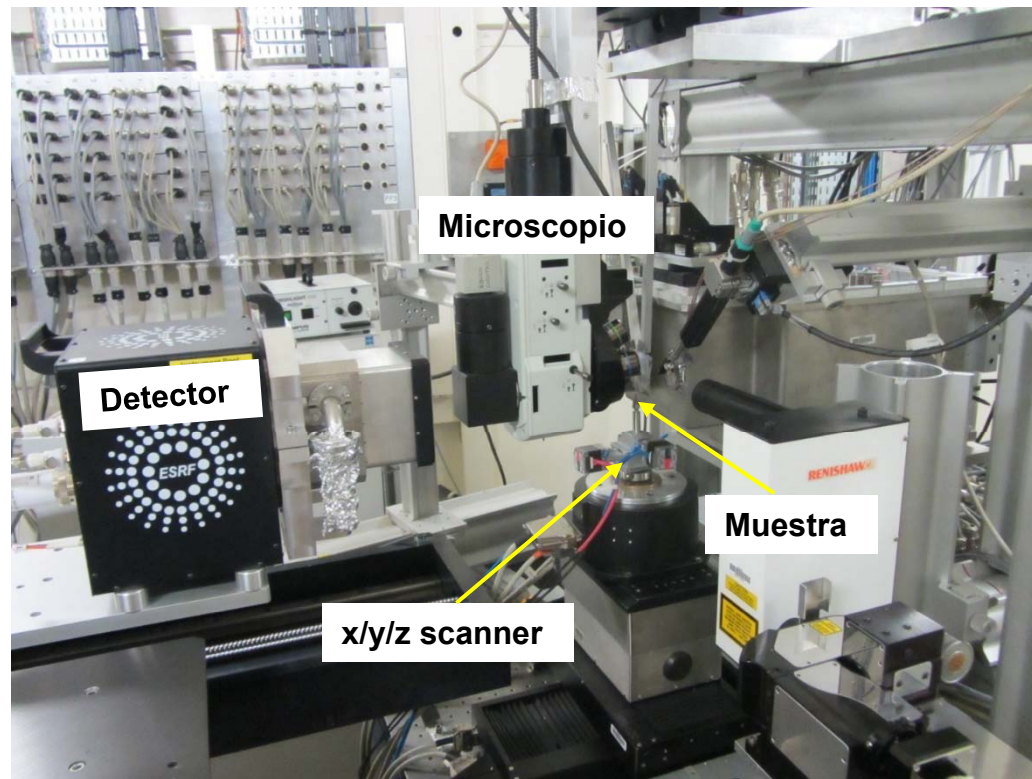
I. Martín-Fabiani, *et al.*; *Langmuir* 28, 7938 (2012)

# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

## Micro/Nano-difracción de rayos

X Scanning set-up @ ID13 (ESRF)

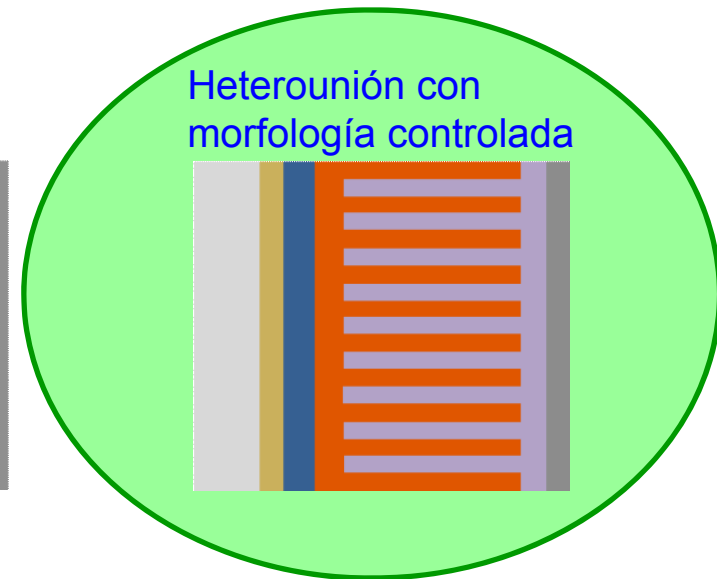
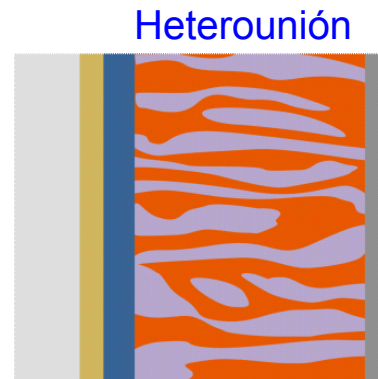
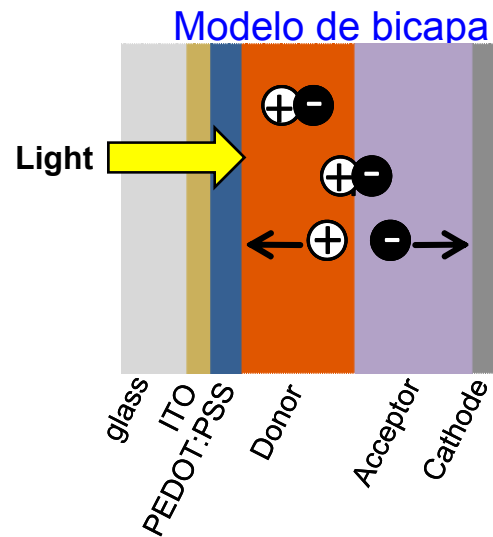
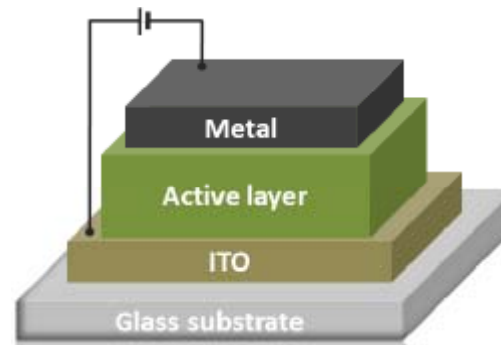
tamaño de haz ~ 100 nm





# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

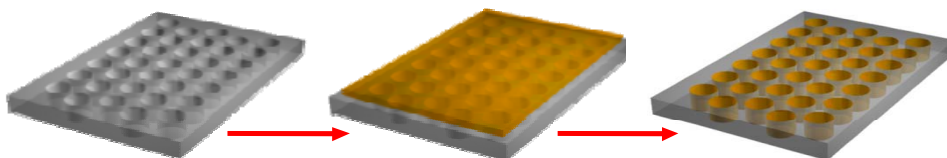
## Celdas solares orgánicas



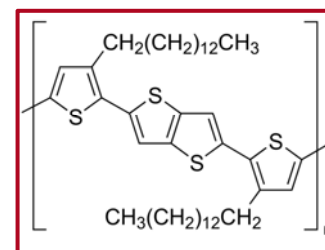
# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

## Efectos de confinamiento en nanohilos poliméricos

Membrana (AAO) + disolución del polímero

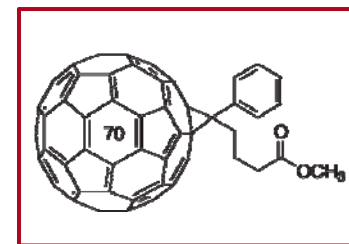


Poly(2,5-bis(3-hexadecylthiophen-2-yl)thieno[3,2-b]thiophene) → PBT TT



Donor

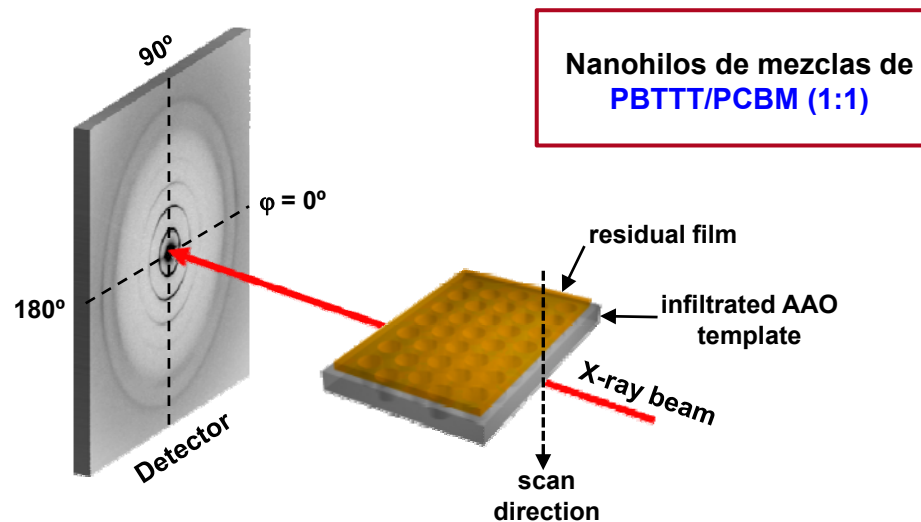
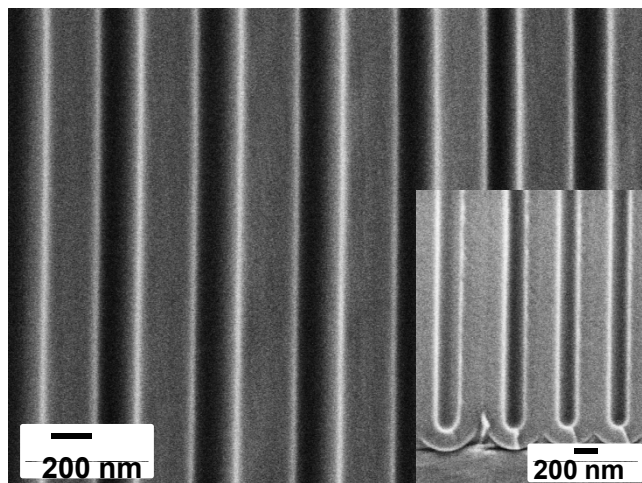
[6,6]-Phenyl-C71-butyric acid methyl ester (PCBM)



Accepter

SEM

AAO membrane pore diameters:  
180, 40, 25 nm



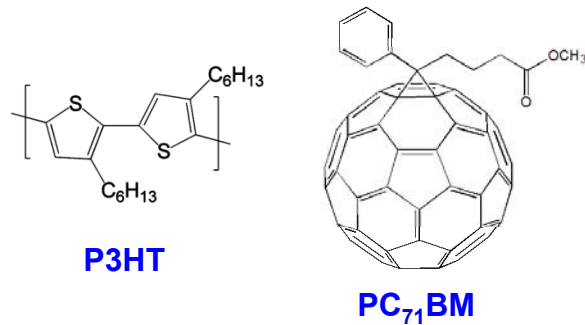
Jaime J. Hernández, *et al.*; *Polymer* 163, 13-19 (2019)

# Aplicación de técnicas de sincrotrón en nanotecnología

## Celdas solares orgánicas

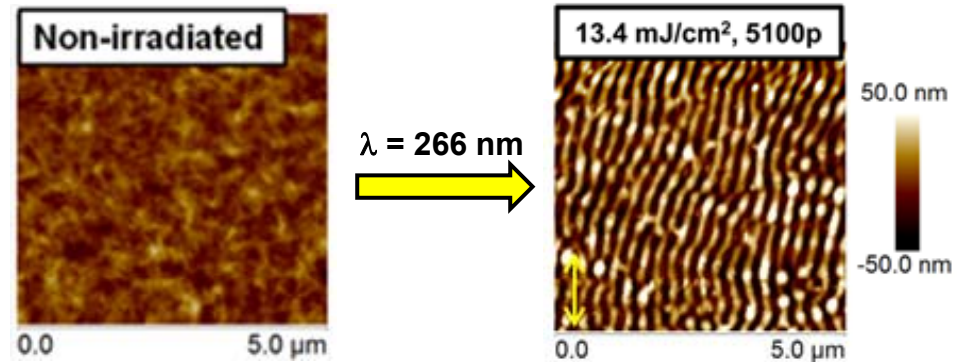
Capa activa: películas delgadas P3HT/PC<sub>71</sub>BM (1:1)

Spin coating: Disolución (mezcla-CB)



Estructuración por láser (LIPSS):

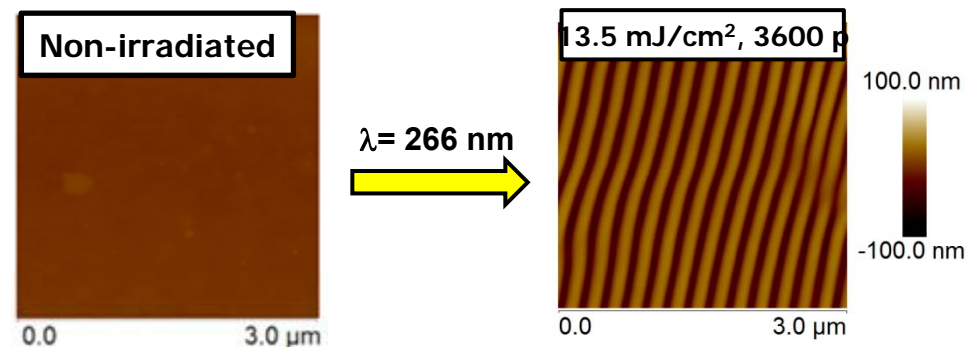
P3HT



$L = 220 \text{ nm}$

LIPSS produce separación de fase extra entre los componentes?

P3HT/PC<sub>71</sub>BM (1:1)



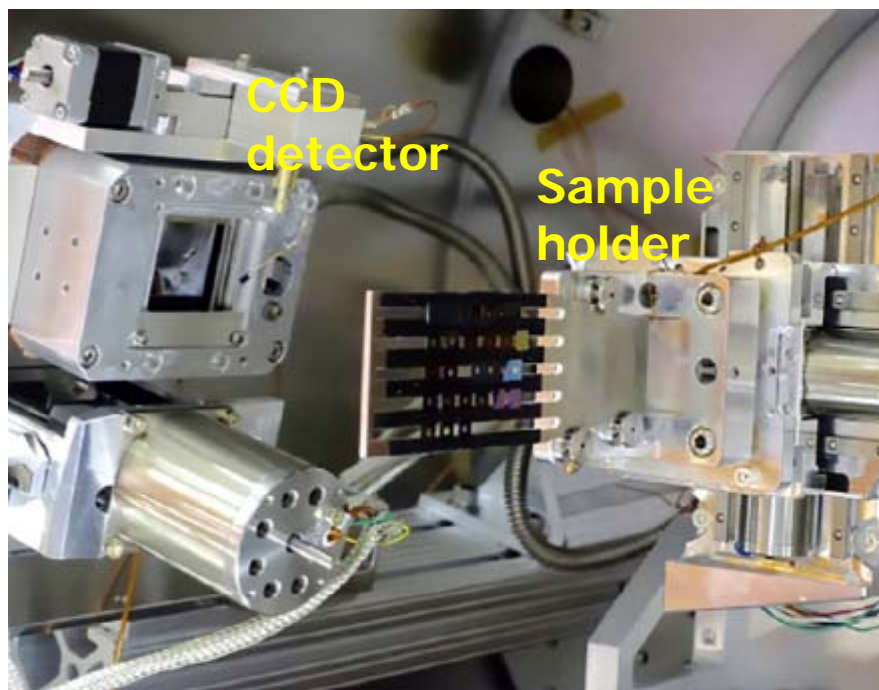
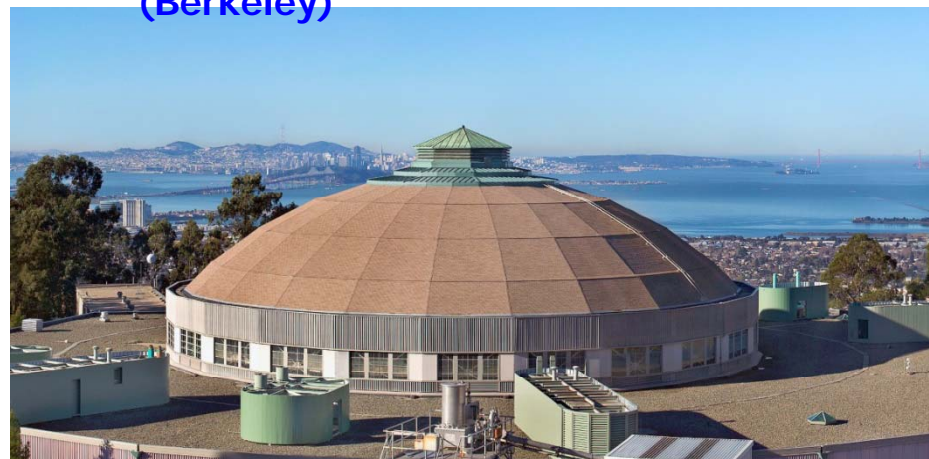
Álvaro Rodríguez-Rodríguez, *et al.*; *Physical Review Materials* 2, 066003 (2018)



# Dispersión resonante de rayos X (RSoXS)



Advanced Light Source  
(Berkeley)



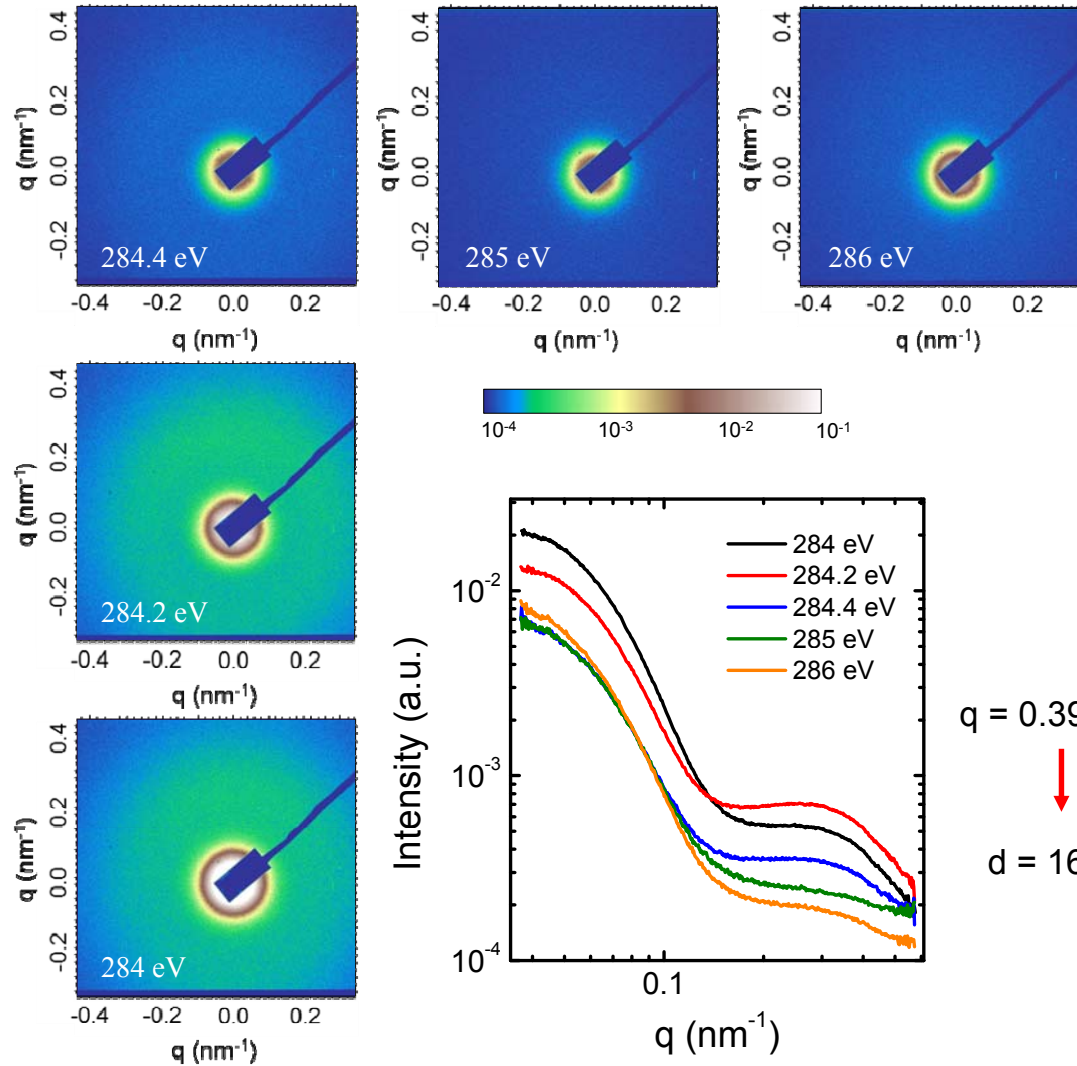
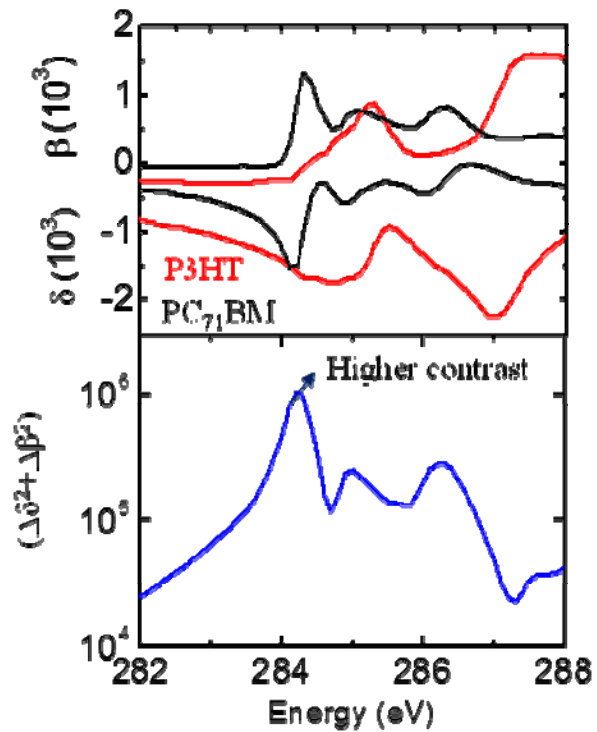
Línea de rayos X blandos

Feng Liu *et al.*; *European Polymer Journal* 81, 555–568 (2016)

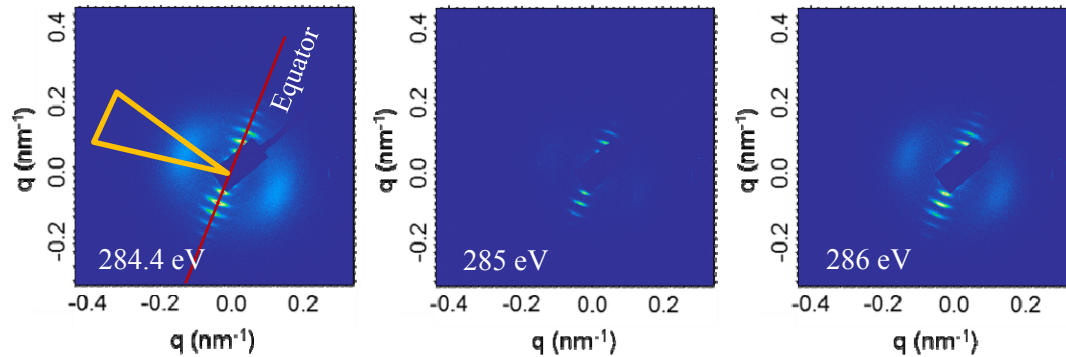
# Dispersión resonante de rayos X (RSoXS)

Películas delgadas de  
P3HT/PC<sub>71</sub>BM (1:1)

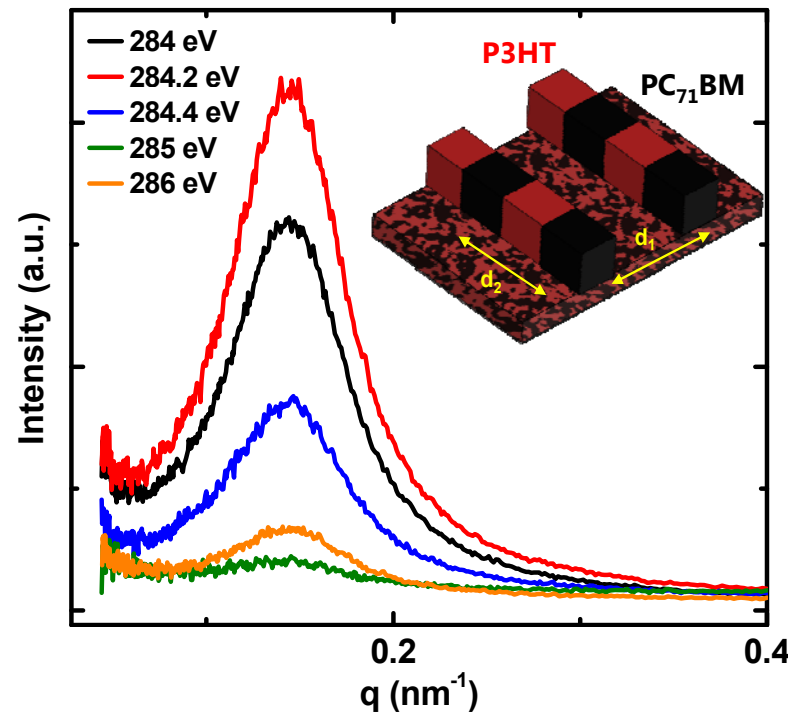
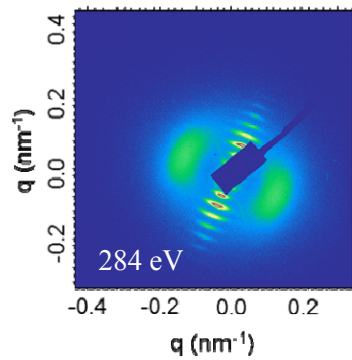
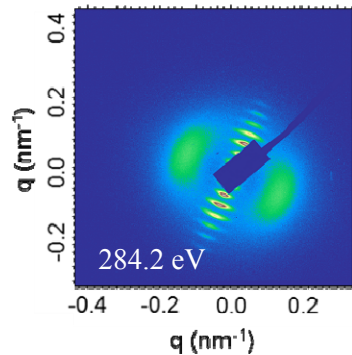
Scattering contrast



# Dispersión resonante de rayos X (RSoXS)



P3HT/PC<sub>71</sub>BM (1:1) LIPSS on Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membranes



$d_1 = 210 \text{ nm}$   
 $d_2 = 40 \text{ nm}$

# Asociación de usuarios españoles de sincrotrón (AUSE)



<https://ause.es>

AUSE ▾ Sincrotrones ▾ Usuarios ▾ Educacion ▾ Noticias ▾

## Asociación de Usuarios de Sincrotrón de España

AUSE es una ASOCIACION que tiene por objeto:

1. Impulsar el empleo de la radiación sincrotrón para el estudio de la materia en cualquiera de sus estados.
2. Contribuir a desarrollar y perfeccionar todos los aspectos referentes a la instrumentación, generación y manipulación de este tipo de instalaciones.
3. Aunar y defender los intereses comunes de los usuarios de estas grandes instalaciones, con especial atención a los usuarios del estado español.

- ✓ Organización de un congreso bianual.
- ✓ Premio a la mejor tesis en luz sincrotrón.



<https://ause.es/congreso10/>



# Bibliografía

- ✓ Condensed Matter Physics, G. Strobl, Springer.
- ✓ Neutrons, X-rays and Light: Scattering Methods Applied to Soft Condensed Matter P. Lindner, T. Zemb Ed., Elsevier: 2002.
- ✓ Small Angle X-ray Scattering, O. Glatter, O. Kratky Ed., Academic Press, London (1982).
- ✓ Synchrotron Light to Explore Matter, ISBN 3-540-14888-4 © Copyright IMediaSoft® (Bucharest and Meylan) ESRF (Grenoble) and Springer-Verlag (Berlin, Heidelberg) 2001.
- ✓ Applications of Synchrotron Light to Scattering and Diffraction in Materials and Life Sciences, T.A. Ezquerra, M.C. García-Gutiérrez, A. Nogales, M.A. Gómez Ed., Lect. Notes Phys. 776 Springer, (Berlin, Heidelberg) 2009.
- ✓ Grandes instalaciones científicas: Sincrotrón, en: *La Escena de Anaximandro: Encuentros de Teatro y Ciencia*. Ed. CSIC y Punto de vista editores, 2021.
- ✓ AUSE: <https://ause.es>