

Curso de Posgrado:

“Métodos avanzados de SAXS aplicados al estudio de nanomateriales.
Experiencias y análisis de datos”

Profesores :

Aldo F. Craievich: 20 horas (Universidad de San Pablo, Brasil)

Guinther Kellermann: 20 horas (Universidad Federal Do Paraná, Brasil)

Coordinadores:

CONICET – UAT: Ing. Marta Dailoff

Duración: 2 semanas - 40 horas

Fecha: 8 a 12 de septiembre de 2014

Lugar: CCT CONOCET Bahia Blanca, Con La Carrindanga km 7.

Introducción y Propósito:

Las caracterizaciones estructurales mediante el método de dispersión de rayos X a pequeños ángulo (SAXS) y los procedimientos asociados son indispensables para la comprensión de las propiedades físicas y químicas de los sistemas nanoestructurados, como partículas coloidales en solución sólida y líquida, materiales fractales, materiales nanoporosos, polímeros nanoestructurados, películas delgadas nanoestructuradas, etc. El curso permitirá a alumnos, con formación básica sobre el método experimental de SAXS, profundizar sus conocimientos sobre investigaciones de la características estructurales relevantes de materiales en escala nanométrica. Será demostrada la utilidad de este método para la investigación de procesos de formación de materiales nanoestructurados mediante la descripción de una serie de resultados publicados en la literatura. Por otro lado, los alumnos realizarán ejercicios y aplicarán programas de análisis en ejercicios relacionados con cada uno de los temas presentados. Además de tratar sobre los diferentes aspectos relacionados con el método clásico de SAXS por transmisión, se expondrán también los relacionados con SAXS anómalo (ASAXS), SAXS en incidencia rasante (GISAXS) y reflectometría de rayos X (XR). Los diversos temas a ser desarrollados están relacionados con los contenidos de los artículos mencionados.

Objetivos:

El curso permitirá a alumnos, con formación básica sobre el método experimental de SAXS, profundizar sus conocimientos sobre investigaciones de las características estructurales relevantes de materiales en escala nanométrica.

Contenidos:

1. Introducción: Revisión de conceptos básicos del método de SAXS. Sistemas particulados diluidos. Ley de Guinier. Sistemas de dos densidades electrónicas. Ley de Porod. Sistemas concentrados. Sistemas bicontinuos. Ejemplos de aplicación en sistemas diluidos y concentrados. Ejercicios básicos [1].
2. Conceptos básicos sobre los efectos instrumentales en las experiencias de SAXS. Correcciones de curvas de SAXS por efectos de "smearing" asociados a la geometría del haz de rayos X, a la dispersión de longitudes de onda del haz y a la geometría del detector. Procedimiento inverso, a partir de modelos teóricos incluyendo efectos de "smearing". Medición de la intensidad de SAXS en escala absoluta. Criterios para la construcción de celdas de altas temperaturas para estudios de SAXS in situ. Criterios para la definición de la longitud de onda y del espesor de muestras para estudios de SAXS: minimización de fluorescencia y maximización de la intensidad de SAXS. Ejercicios [2].
3. Mecanismos de formación de nanopartículas en matriz homogénea. Caracterización mediante SAXS de mecanismos de nucleación y crecimiento y de "coarsening". Estudios cinéticos de SAXS "in situ". Ejemplos de investigaciones. Ejercicios de análisis de datos experimentales [3].
4. Determinación de temperaturas de transición de nanomateriales en función del tamaño mediante SAXS. Sistemas particulados monodispersos. Sistemas particulados polidispersos. Ejemplos de investigaciones y de análisis de datos referentes a sistemas monodispersos y polidispersos. Ejercicios de aplicación [4].
5. Determinación de los mecanismos de agregación de soluciones coloidales en medios líquidos y en materiales híbridos. Ejemplos de investigaciones de cinética de agregación en soluciones líquidas con nanopartículas coloidales y de materiales híbridos. Ejercicios de análisis de datos experimentales [5].
6. Aplicaciones de ASAXS (SAXS anómalo) al estudio de materiales. Ejemplos de investigaciones mediante ASAXS. Ejercicios de análisis de datos experimentales [6].
7. Estudios de los mecanismos de separación de fases en materiales vítreos y poliméricos. Ejemplos de investigaciones de la literatura. Ejercicios de análisis de datos experimentales [7].
8. Aplicaciones de GISAXS (SAXS en incidencia rasante) y XR (reflectometría de rayos X) al estudio de películas delgadas y de superficies nanoestructuradas. Ejemplos de investigaciones sobre procesos de formación de estructuras superficiales. Ejercicios de análisis de datos experimentales [8].
9. Aplicaciones de SAXS con nuevas fuentes de radiación sincrotrón y de neutrones. El nuevo sincrotrón Sirius. El futuro reactor de neutrones RMP. Características y nuevas aplicaciones de SAXS y SANS. Revisión general del programa.
10. Prueba final escrita.

Actividades prácticas y de laboratorio:

Durante el curso se discutirán problemas para comprensión de las aplicaciones de las distintas técnicas y se presentarán programas de análisis de datos. Se verán ejemplos concretos del uso de estos programas con datos tomados con equipos de laboratorio o en facilidades de luz sincrotrón. Se realizarán experiencias empleando el equipamiento existente.

Aprobación del curso:

Para la aprobación del curso, a la finalización del mismo se tomará un examen escrito.

Bibliografía principal:

[1] Small-Angle X-ray Scattering, O. Glatter and O. Kratky. Pergamon Press (1982). Small-angle X-ray scattering by nanostructured materials. A.F. Craievich. Handbook of Sol-Gel Science and Technology. A Sakka, Editor. Chapter 8, pages 161-189. Kluwer Academic Publishers (2005). "Shape changes of Pt nanoparticles induced by deposition on mesoporous silica". L.J. Giovanetti, J.M. Ramallo-López, M. Foxe, L.C. Jones, M.M. Koebel, G.A. Somorjai, A.F. Craievich, M.B. Salmeron, F.G. Requejo. Small, 8, 468-473 (2012).

[2] "Setup for in situ WAXS and SAXS studies of the formation and growth of Bi nanodroplets and the melting of Bi nanocrystals using synchrotron radiation". G. Kellermann, A.F. Craievich, R. Neuenschwander and T. S. Plivelic. Nuclear Instruments and Methods in Physical Research B. 199,117-22 (2003).

[3] "Isothermal aggregation of Bi atoms embedded in a soda-borate glass. Coarsening of liquid droplets and atomic diffusion". G. Kellermann and A.F. Craievich. Physical Review B. 67, 085405 (2003). "Isothermal aggregation of Ag atoms in sodium borate glass". G. Kellermann, A.F. Craievich. Physical Review B 70 (5): Art. No. 054106 (2004).

[4] "Melting and freezing of spherical bismuth nanoparticles confined in a homogeneous sodium borate glass". G. Kellermann and A.F. Craievich. Physical Review B, 78, 054106 (2008).

[5] "Synchrotron SAXS study of the mechanisms of aggregation of sulphate zirconia sols". P. Riello, A. Minesso, A.F. Craievich and A. Benedetti. Journal of Physical Chemistry B. 107, 3390-9 (2003). Small-angle X-ray scattering study of sol-gel-derived siloxane-PEG and siloxane-PPG hybrid materials". K. Dahmouche, C.V. Santilli, S.H. Pulcinelli and A.F. Craievich. Journal of Physical Chemistry B 103, (24) 4937-42 (1999).

[6] "Difração e espalhamento de raios X por nanomateriais". D.G. Lamas, M. de Oliveira Neto, G. Kellermann, A.F. Craievich. Capítulo do livro "Nanotecnologia e Nanociência". A ser publicado pela Editora da UFSCar. En impresión (2014).

[7] "Small angle x-ray scattering study of phase separation in a B_2O_3 -PbO- Al_2O_3 glass". A.F. Craievich. Physics and Chemistry of Glasses, 16, 133-8 (1975). "Spinodal decomposition of vitreous systems with relaxing structure". A.F. Craievich. Physica Status Solidi A, 28, 609-12 (1975). - "Dynamical scaling in the glass system B_2O_3 -PbO- Al_2O_3 ". A.F. Craievich and J. M. Sanchez. Physical Review Letters, 47, 1308-11 (1981).

[8] "X-ray reflectivity analysis of titanium dioxide thin films grown by cathodic arc deposition". D.G. Kleiman, D.G. Lamas, A.F. Craievich, A. Márquez. Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 13, 1-8 (2013). "Formation of an extended $CoSi_2$ thin nanohexagons array coherently buried in silicon single crystal". G. Kellermann, L.A. Montoro, L.J. Giovanetti, P.C. dos Santos Claro, L. Zhang, A.J. Ramirez, F.G. Requejo, A. F. Craievich. Applied Physics Letters. 100, 063116 (2012).