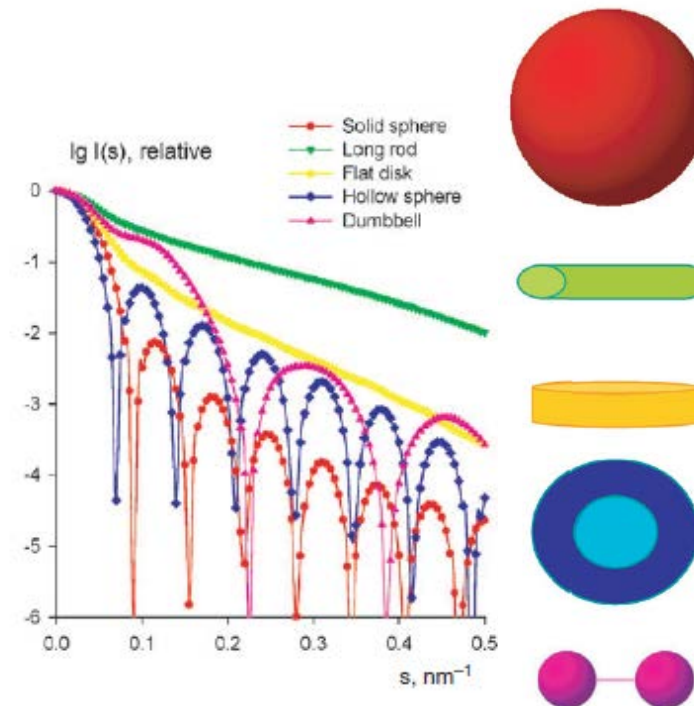


Aplicaciones de SAXS

- Materiales biológicos

Small-angle scattering studies of biological macromolecules in solution



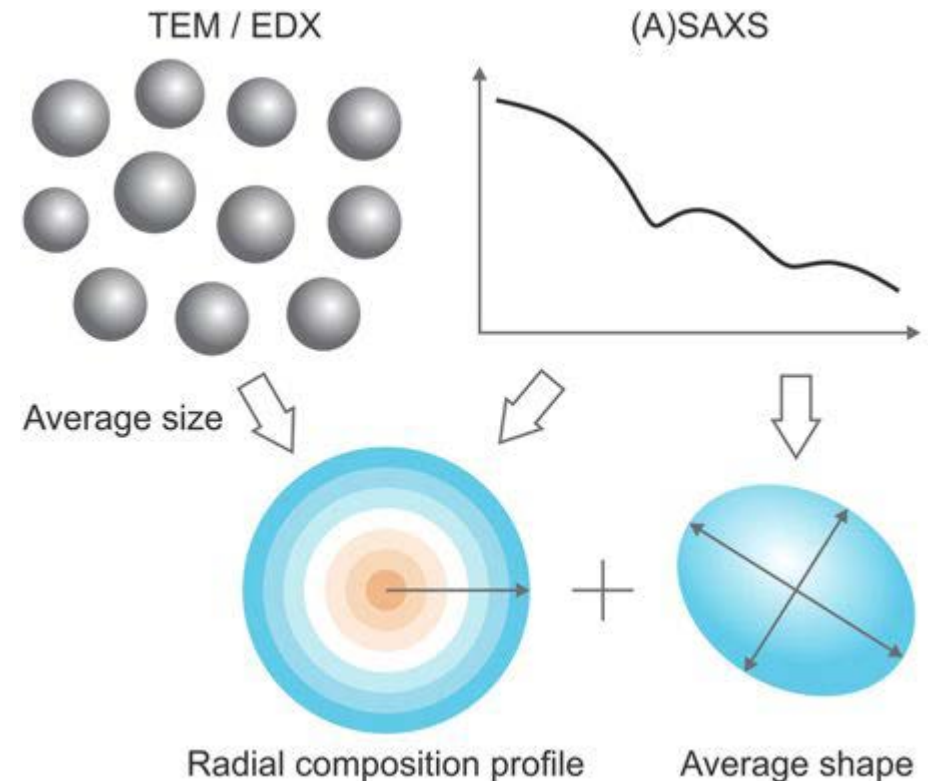
Aplicaciones de SAXS

- Materiales biológicos
- Sistemas coloidales

SCIENTIFIC REPORTS

Article | [OPEN](#) | [Published: 15 September 2017](#)

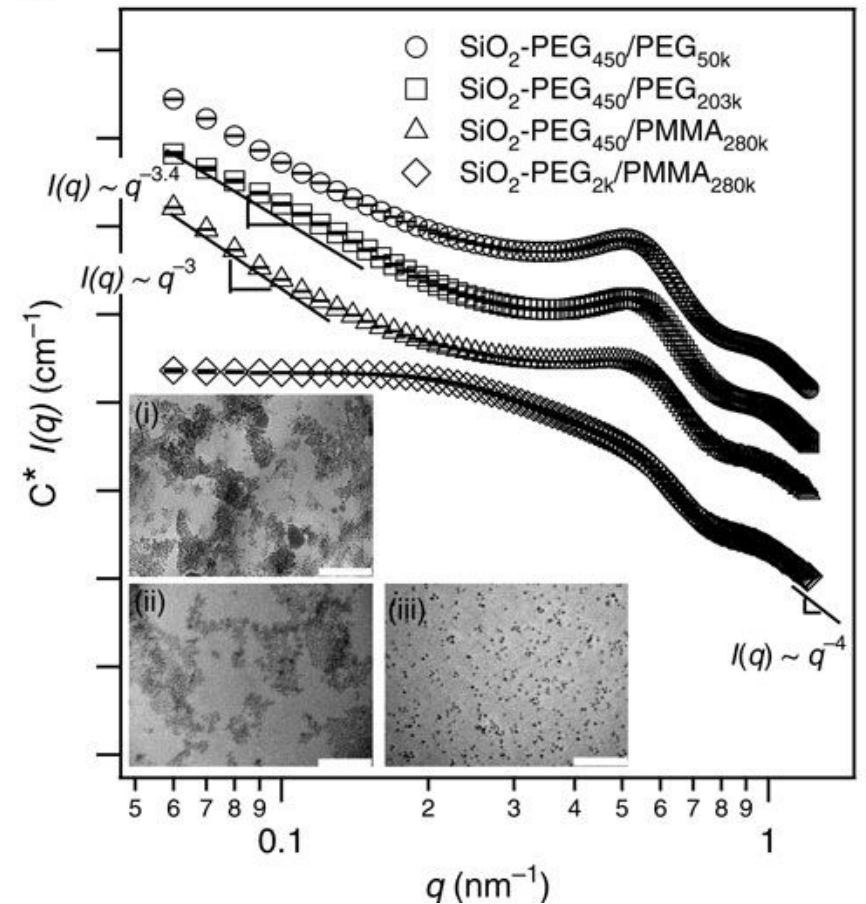
Mapping the Atomistic Structure of Graded Core/Shell Colloidal Nanocrystals



Aplicaciones de SAXS

- Materiales biológicos
- Sistemas coloidales
- Sistemas poliméricos

Phase stability and dynamics of entangled polymer-nanoparticle composites

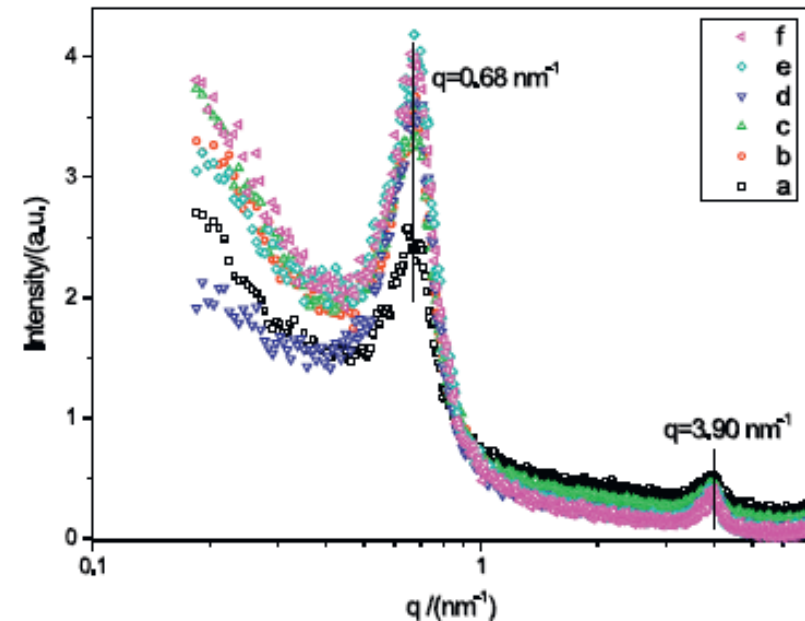


Aplicaciones de SAXS

- Materiales biológicos
- Sistemas coloidales
- Sistemas poliméricos
- Tecnología de los alimentos



Effect of pulsed electric fields treatment on the nanostructure of esterified potato starch and their potential glyceimic digestibility



Aplicaciones de SAXS

- Materiales biológicos
- Sistemas coloidales
- Sistemas poliméricos
- Tecnología de los alimentos
- **Ensamblajes densos de nanopartículas**

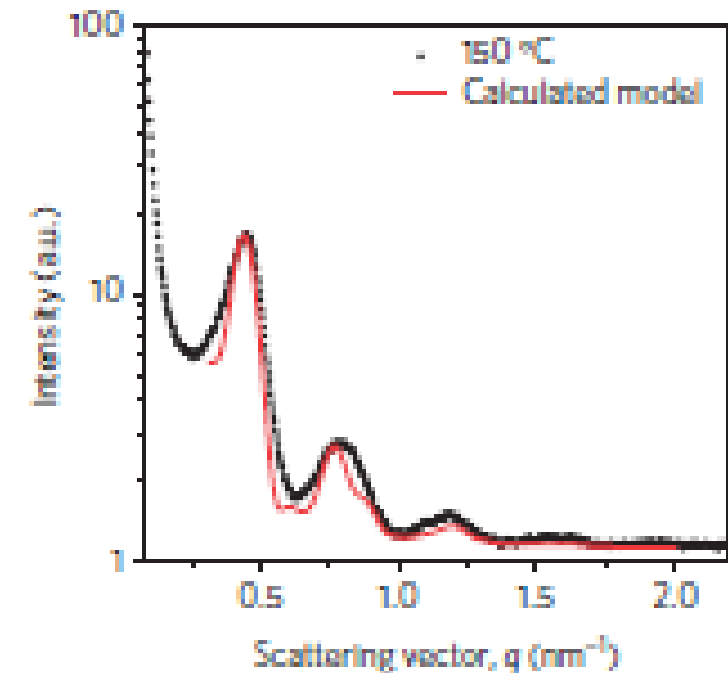
Interés de nuestro grupo ApNano

nature
materials

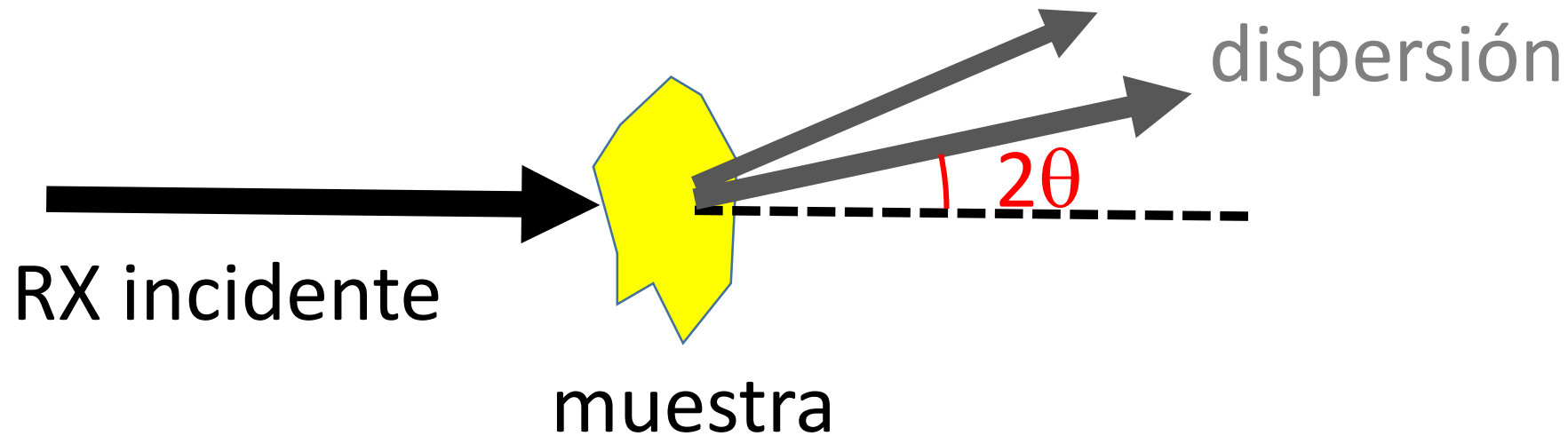
LETTERS

PUBLISHED ONLINE: 1 FEBRUARY 2016 | DOI: 10.1038/NMAT4553

Organically linked iron oxide nanoparticle supercrystals with exceptional isotropic mechanical properties



Small-Angle X-ray Scattering (SAXS)



Valores bajos de ángulo de dispersión (scattering angle) $2\theta < 15^\circ$

INFORMACIÓN: - tamaño y forma de “partículas”

(1 nm - 1 μ m en los mejores equipos de SAXS)

- estructuras formadas (interacciones)

Ley de Bragg

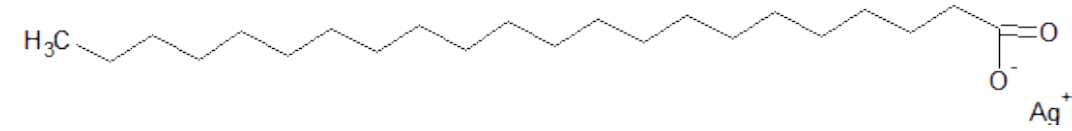
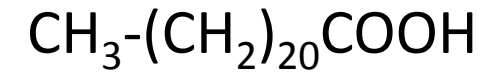
$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

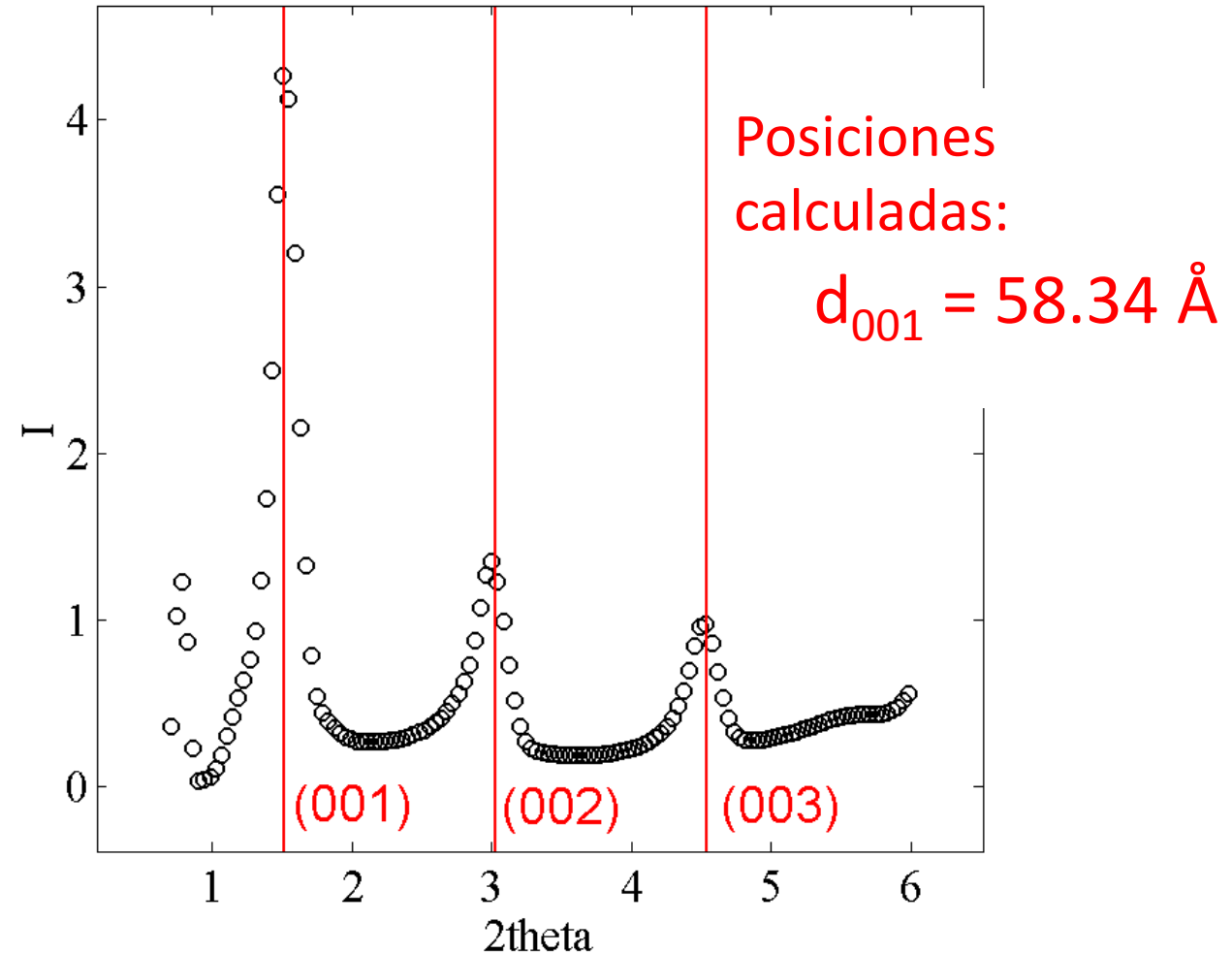
SAXS: ángulos bajos \rightarrow distancias “largas”

DRX de Behenato de plata

(material de calibración para SAXS)



Bruker D8 (“reflectometro”) instalado en la politécnica



Ley de Bragg

$$\lambda = 2 d \sin \theta$$

d = longitud de “correlación”

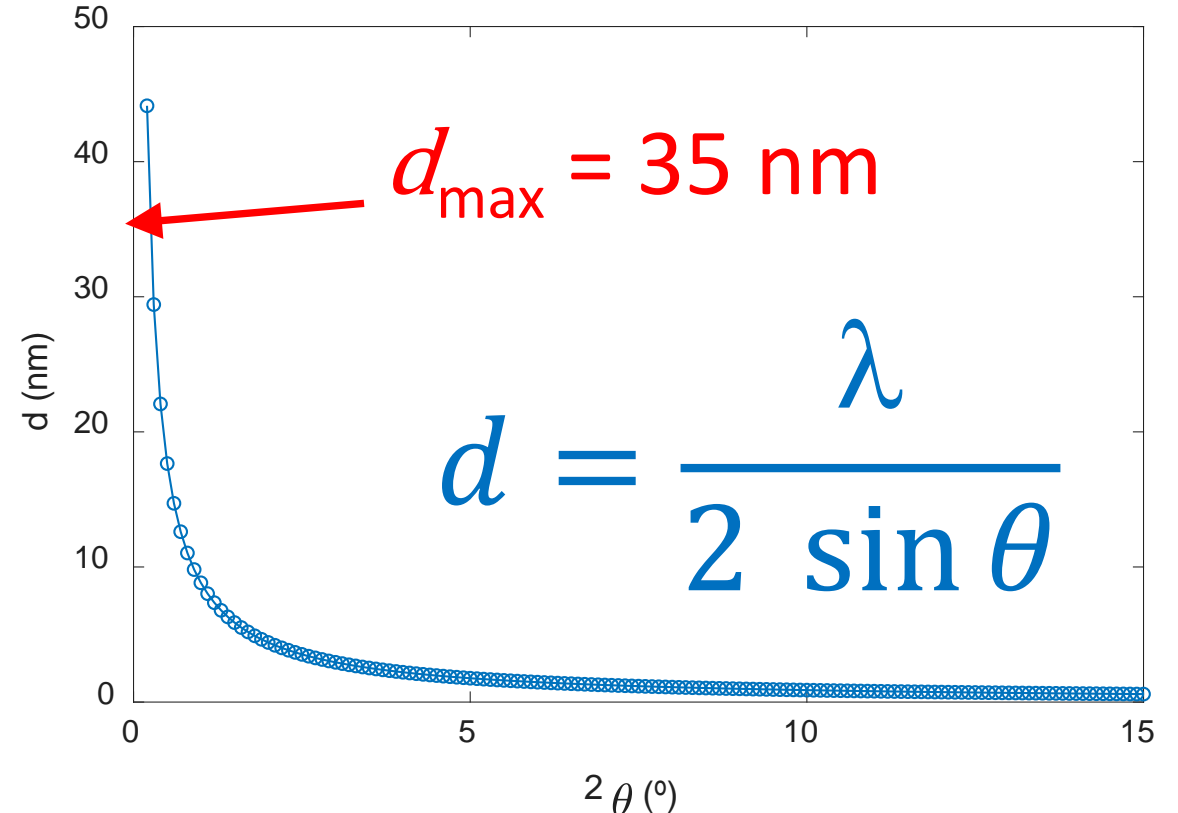
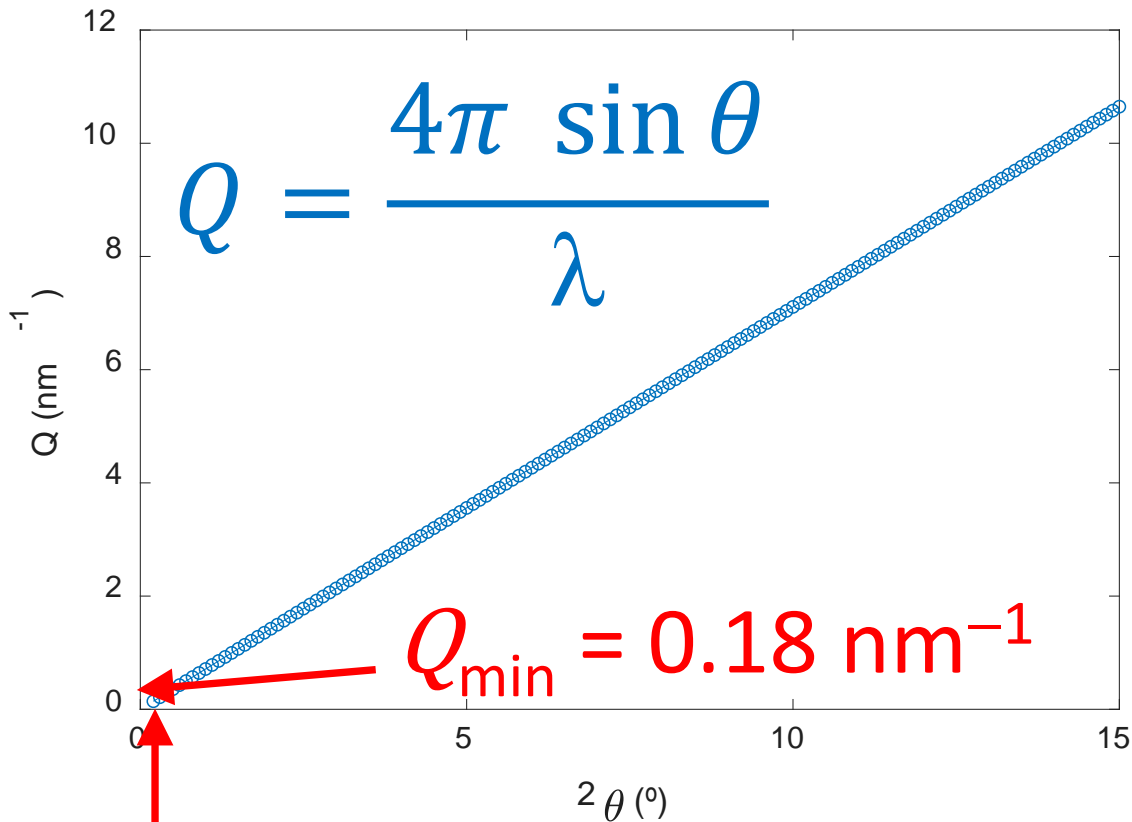
$$\frac{1}{d} = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$$

$$\frac{2\pi}{d} = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$$

vector de dispersión
(scattering vector), Q

Medidas de SAXS en el Bruker D8 (“reflectometro”) de la politécnica

$\lambda = 0.15406 \text{ nm}$ (Cu K_{α})

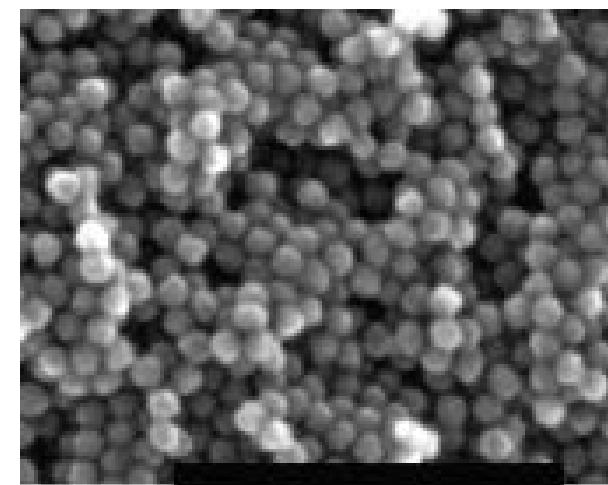
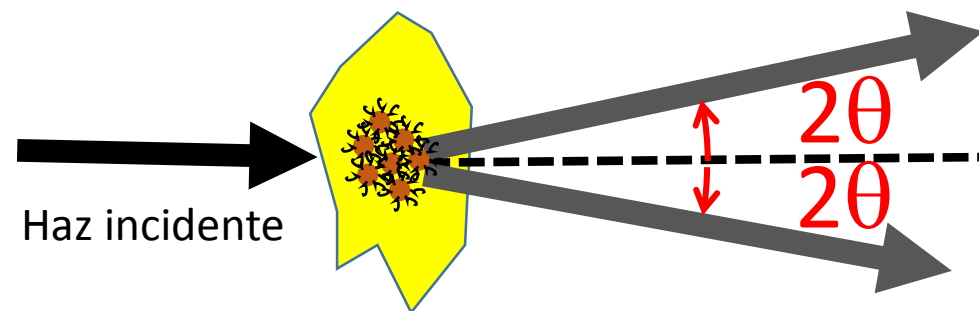
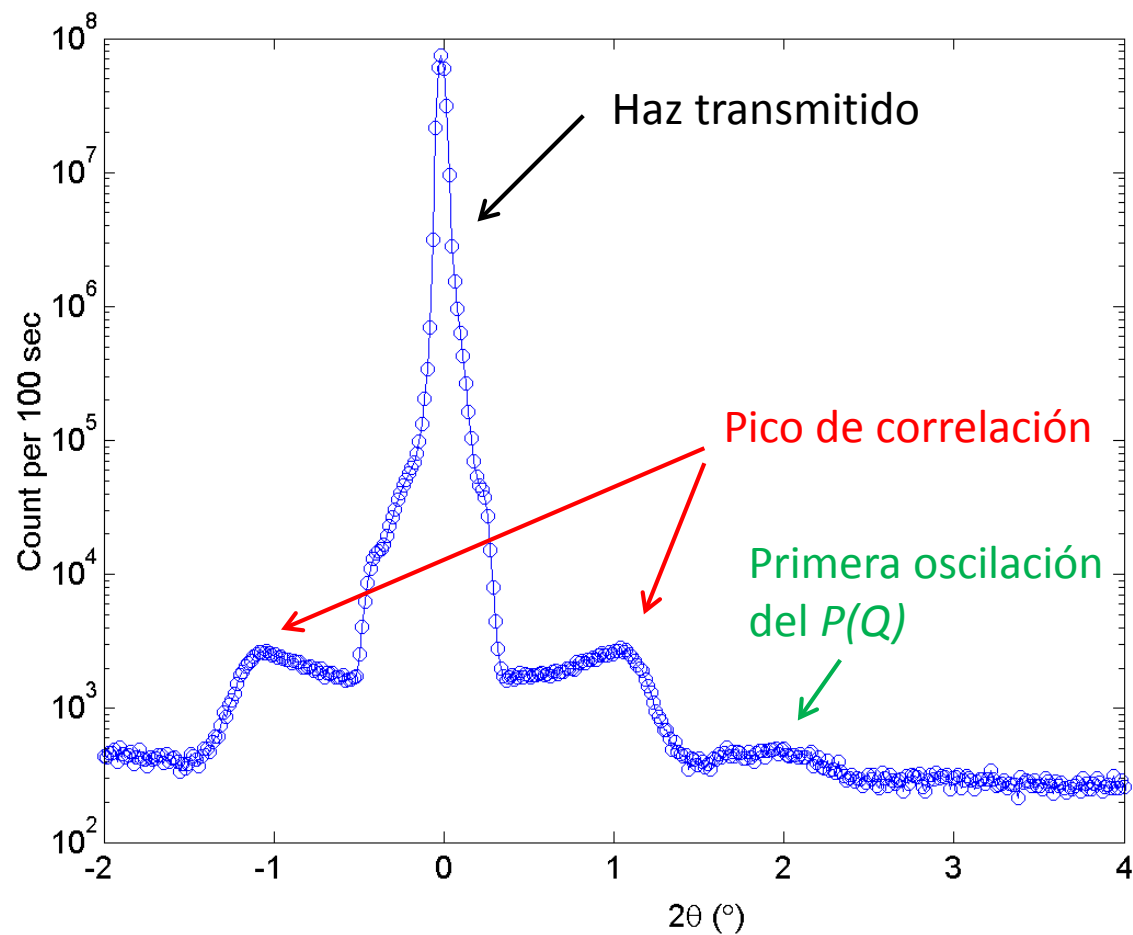


$2\theta_{\min} = 0.25^{\circ}$

SAXS \rightarrow “Small Q ” X-ray scattering

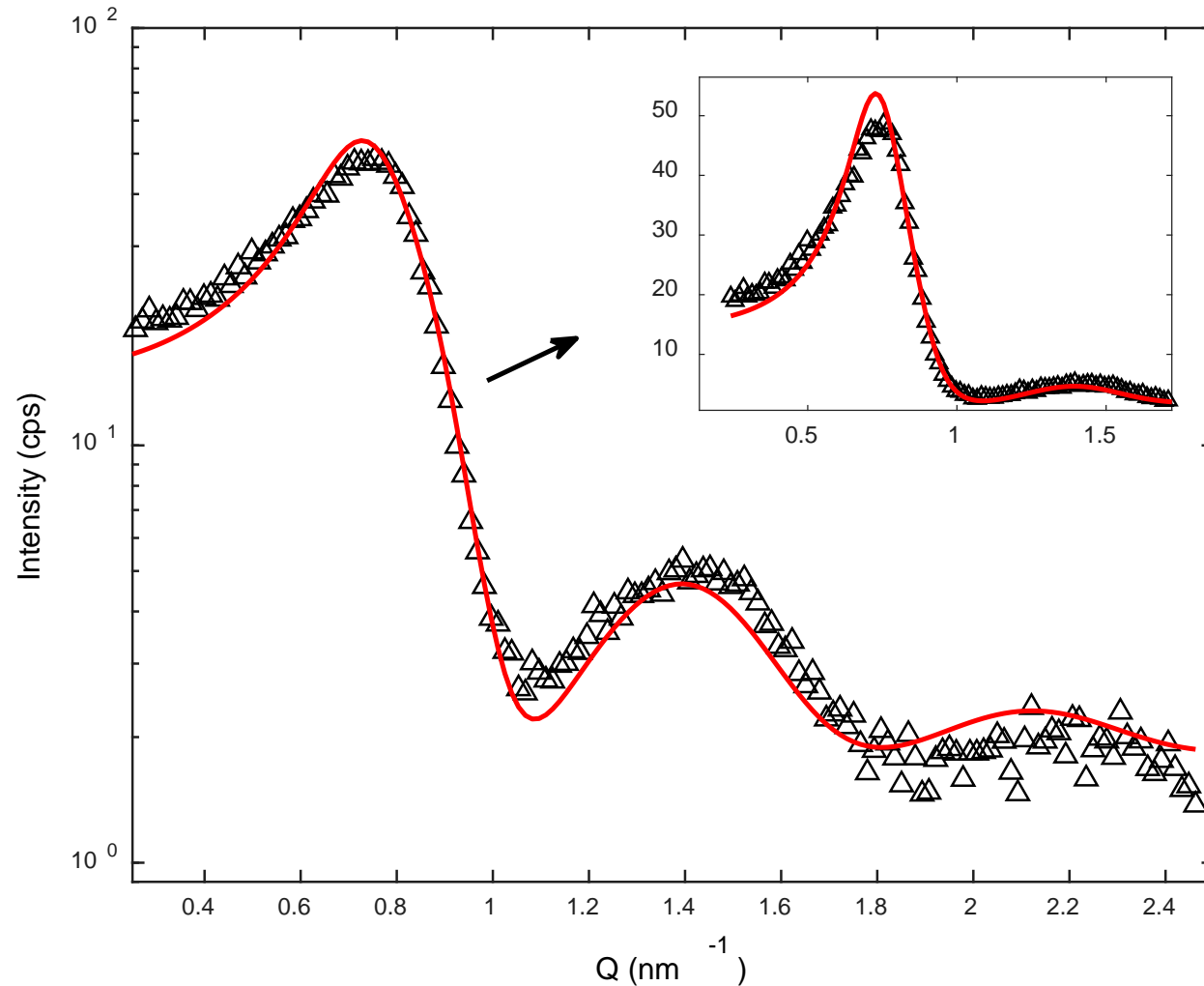
Medidas de SAXS en el Bruker D8 (“reflectometro”) de la politécnica

Ensamblaje denso de nanopartículas tipo nucleo/corteza de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ /ácido-oleico montado en Kapton



100 nm

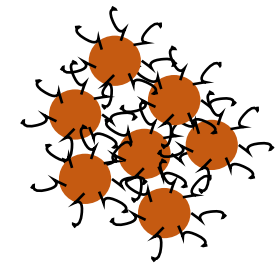
Datos (corregidos) con ajuste



$$I(Q) \sim P(Q) S(Q)$$

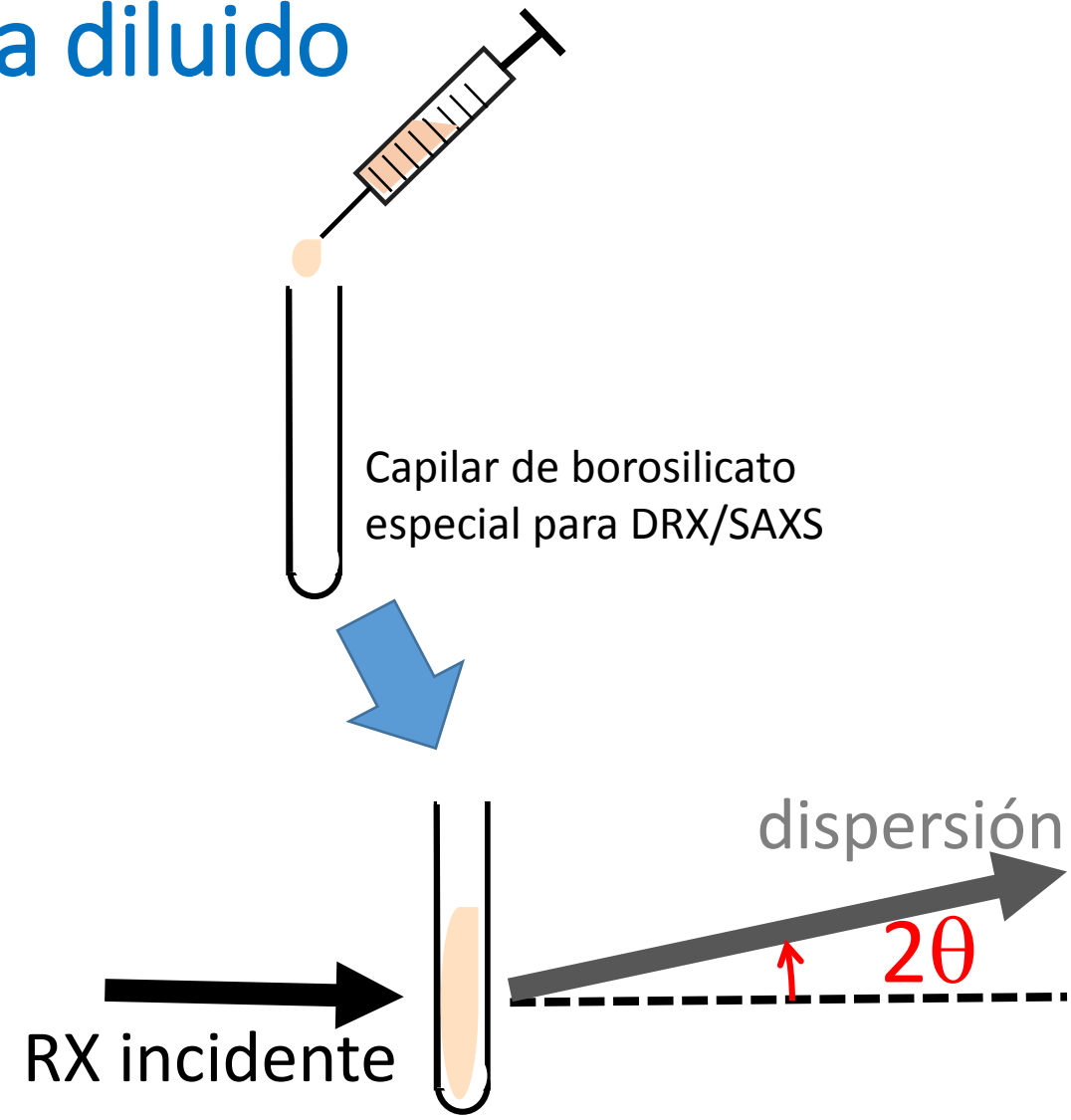
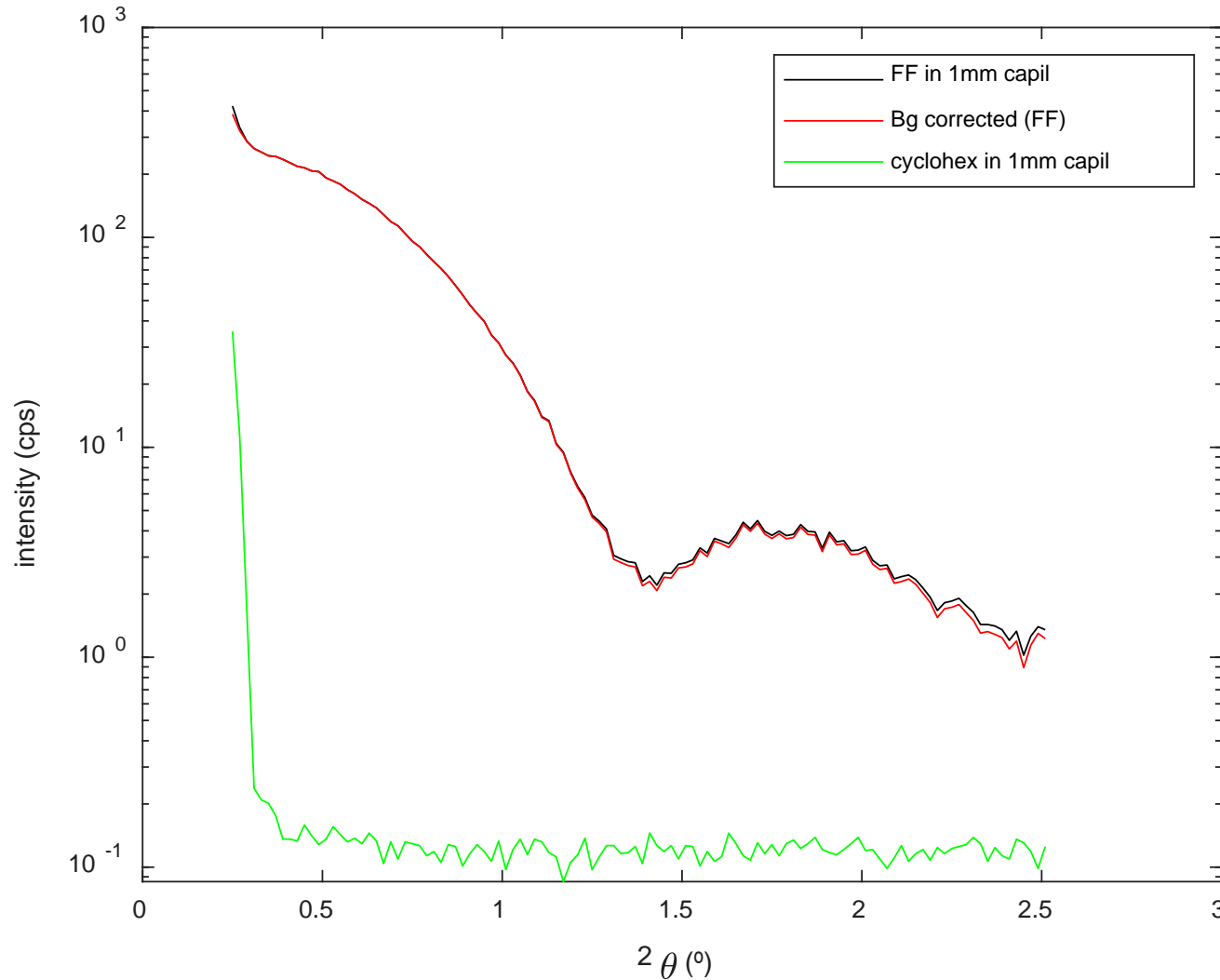
“Form factor”

“Structure factor”



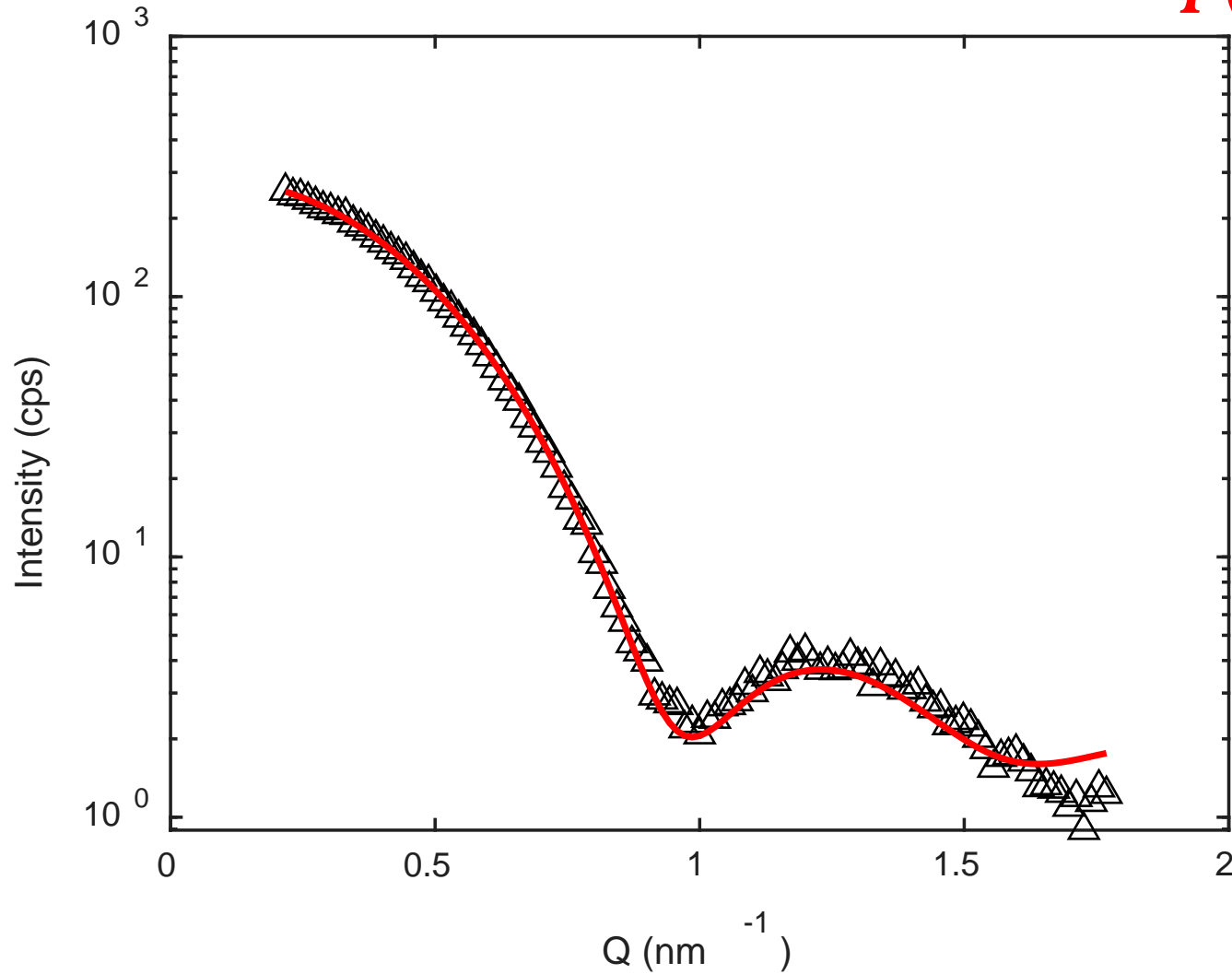
Medidas de SAXS en el Bruker D8 (“reflectometro”) de la politécnica

SAXS de un coloide de las mismas nanopartículas (disolvente: ciclohexano): sistema diluido

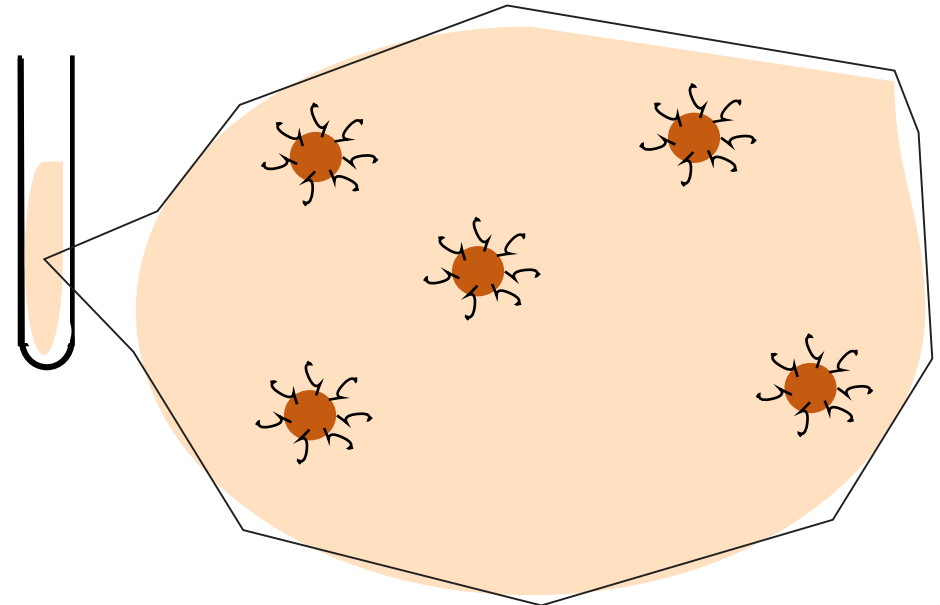


Datos (corregidos) con ajuste

$$I(Q) \sim P(Q) S(Q) = P(Q)$$

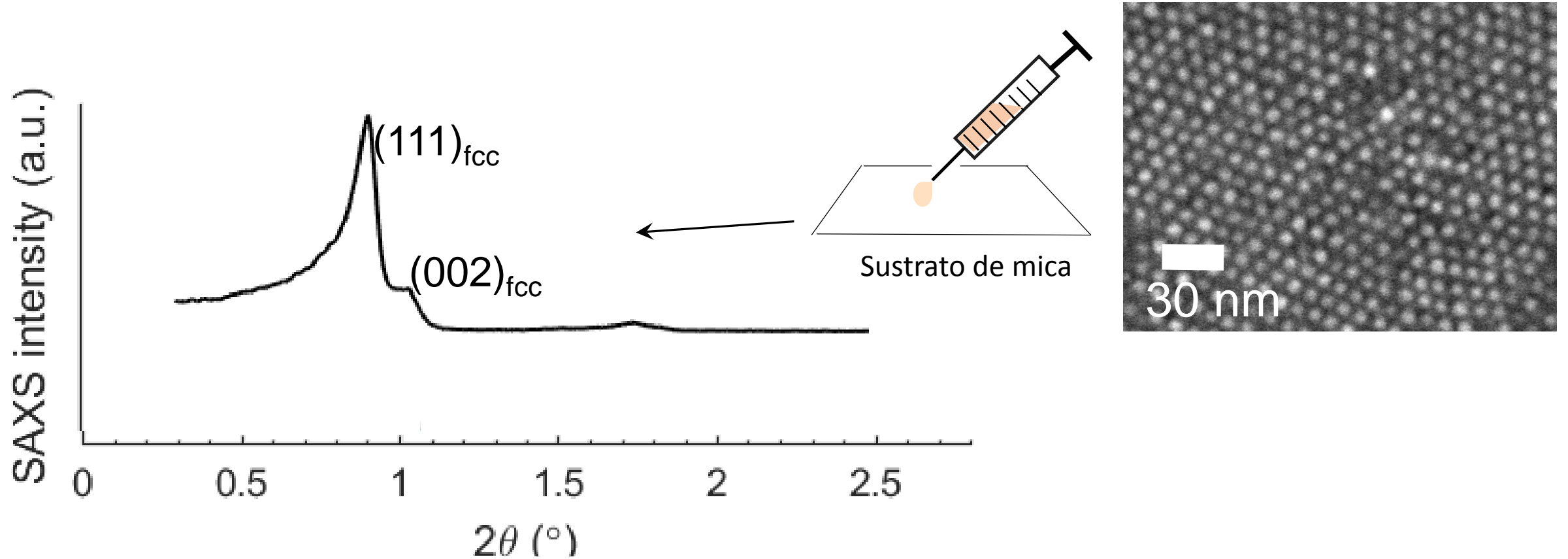


Porque $S(Q) = 1$ en sistema diluido de interacciones despreciables

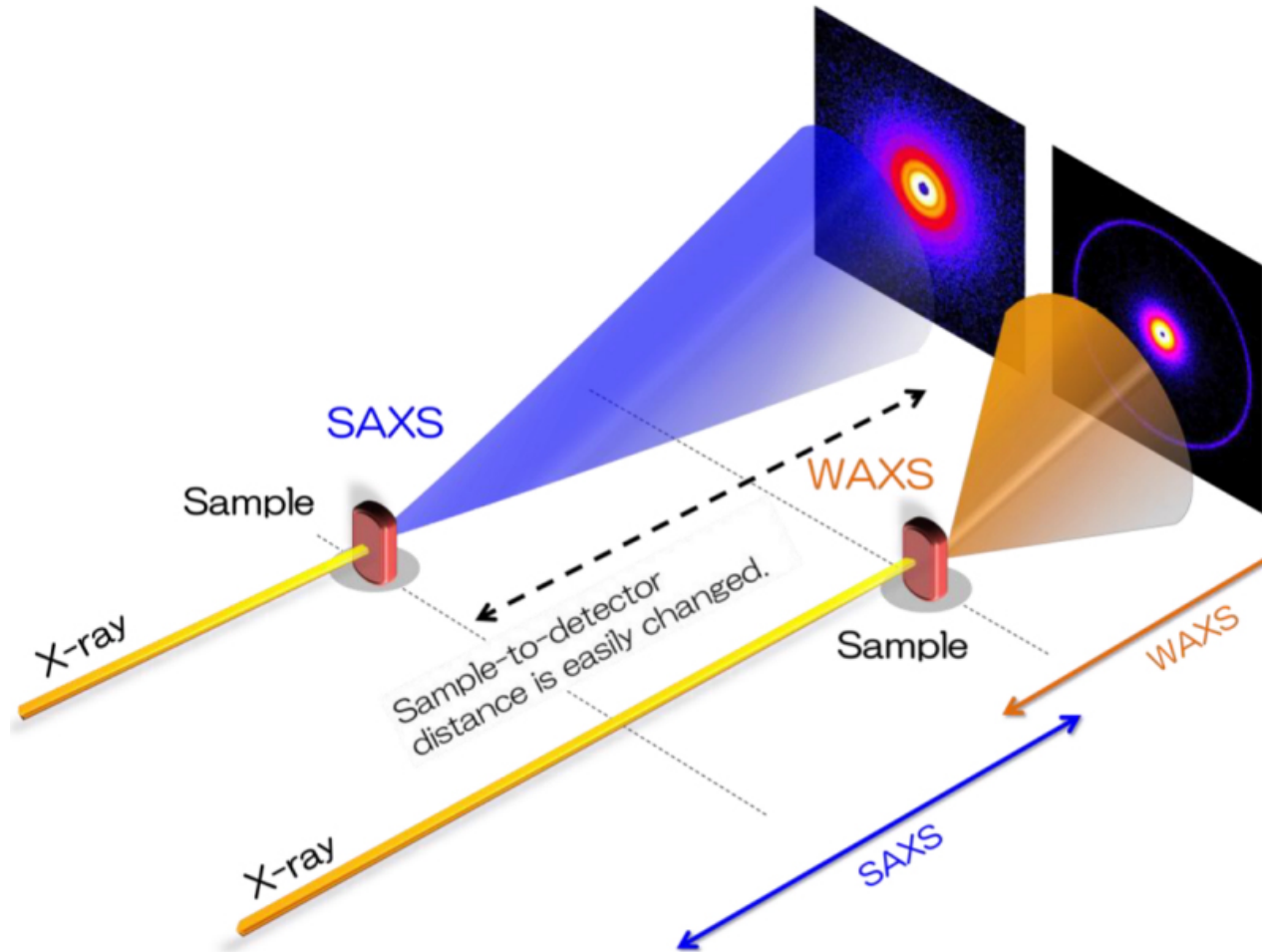


Medidas de SAXS en el Bruker D8 (“reflectometro”) de la politécnica

Autoensamblaje (self-assembly) de estas NPs



Idealmente se realiza SAXS con un detector 2D

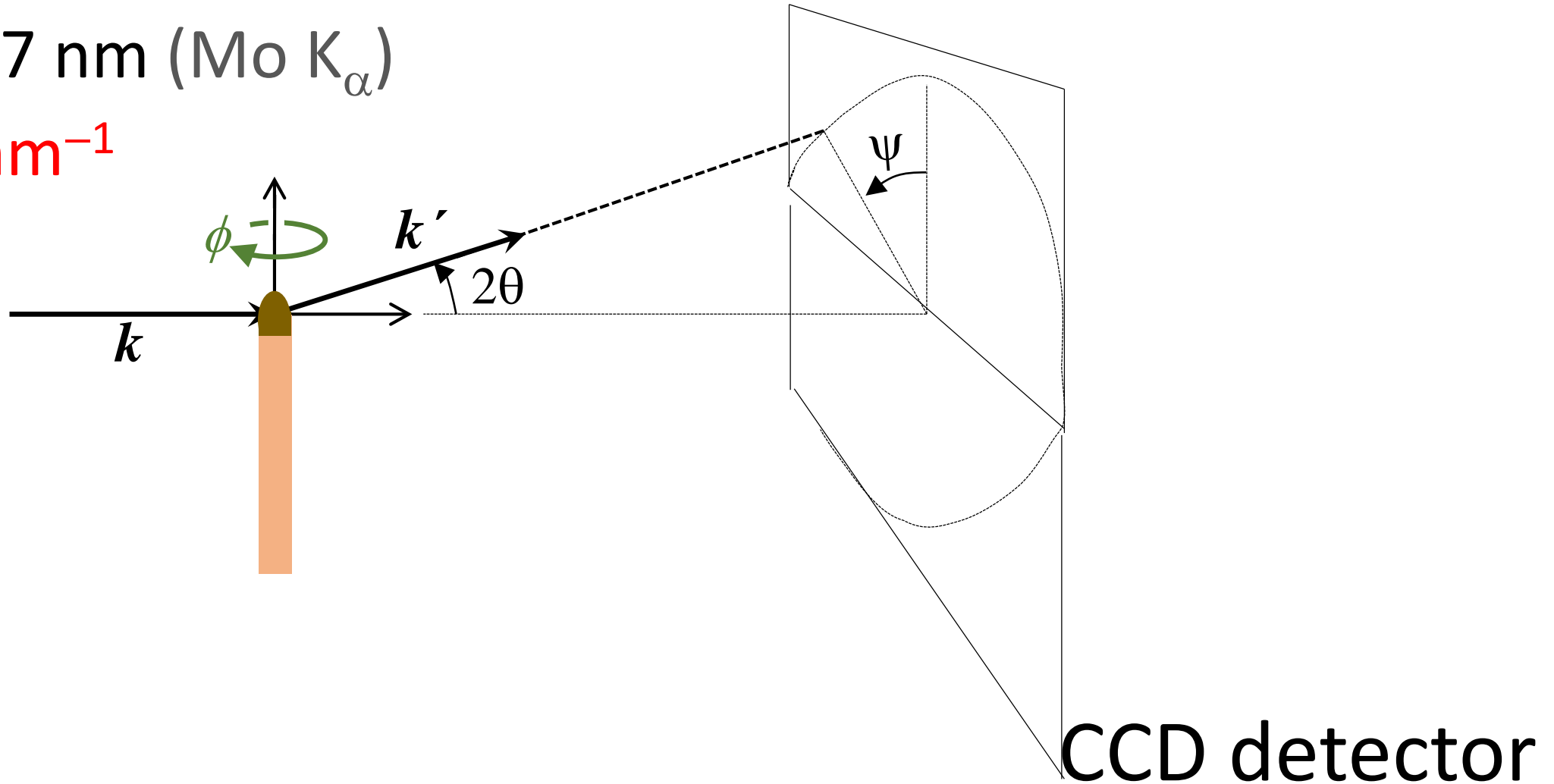


... Pero en el equipo Bruker en la Politecnica solo tenemos detectores 1D y 0D

Prueba de SAXS de un self-assembly realizado en el equipo de DRX de monocristal (Fac. Quimicas)

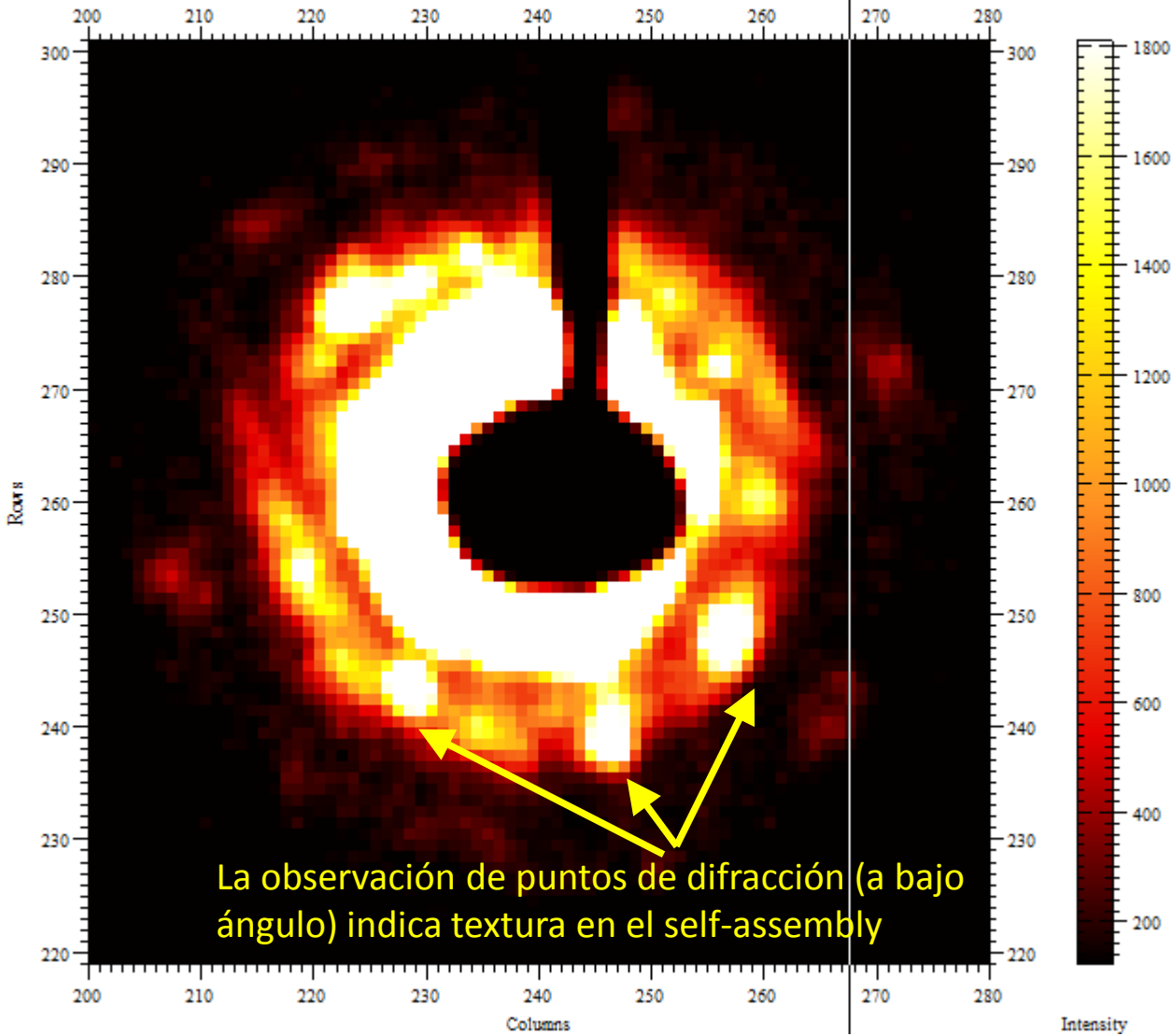
$\lambda = 0.07107 \text{ nm (Mo K}_\alpha)$

$Q_{\min} \approx 1.5 \text{ nm}^{-1}$



ϕ fjio

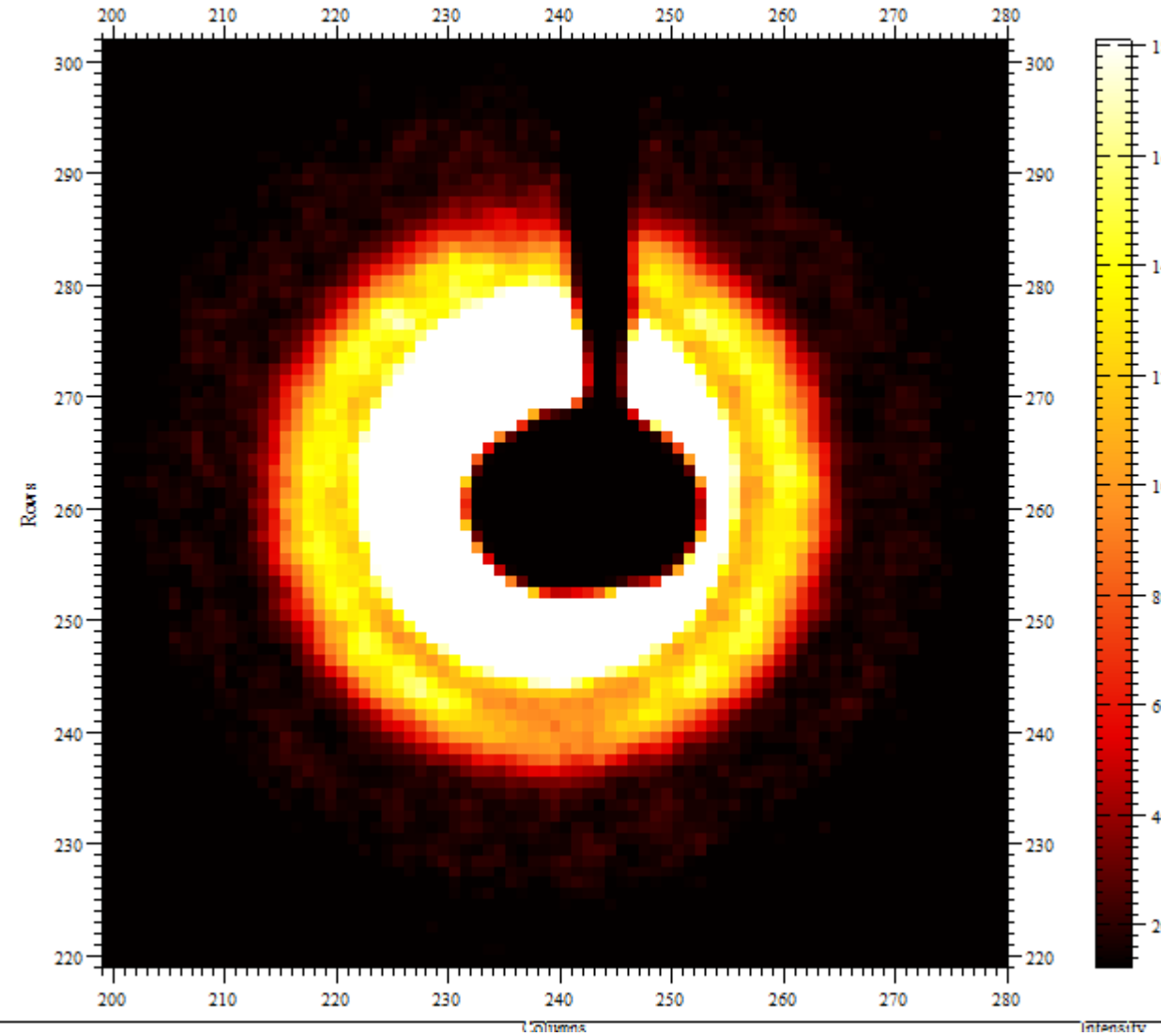
SA_original_60seg.sfrm



La observación de puntos de difracción (a bajo ángulo) indica textura en el self-assembly

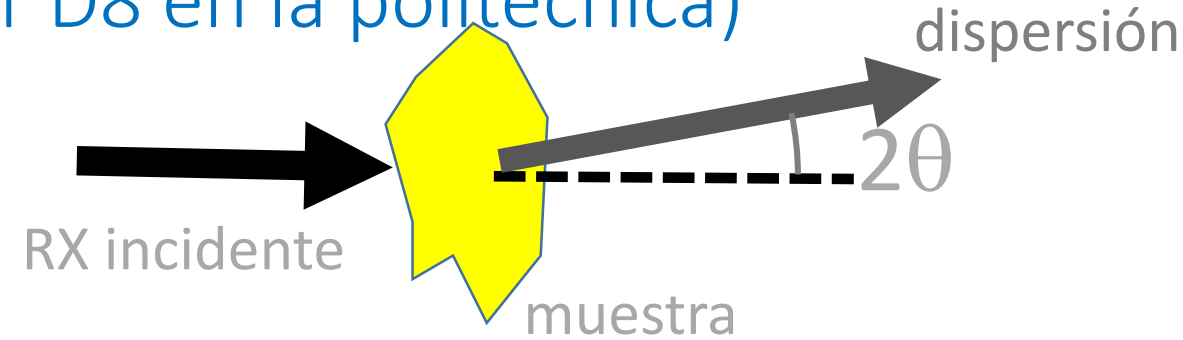
ϕ girando

SA_original_60seg_360grad_phi.sfrm



Resumen técnico (SAXS en Bruker D8 en la politécnica)

- Estudiamos SAXS en transmisión
- $Q_{\min} = 0.18 \text{ nm}^{-1} \rightarrow d_{\max} \approx 40 \text{ nm}$
- La muestra puede ser, por ej.
 - un coloide (en un capilar de borosilicato)... 0.5 mL suficiente
 - polvo sobre un sustrato transparente (kapton o mica)... ~ 1 mg suficiente, distribuido sobre un área de diámetro $\geq 3\text{mm}$
 - sin sustrato si es mecánicamente estable y suficientemente delgada



← → http://henke.lbl.gov/optical_constants/filter2.html Filter Transmission

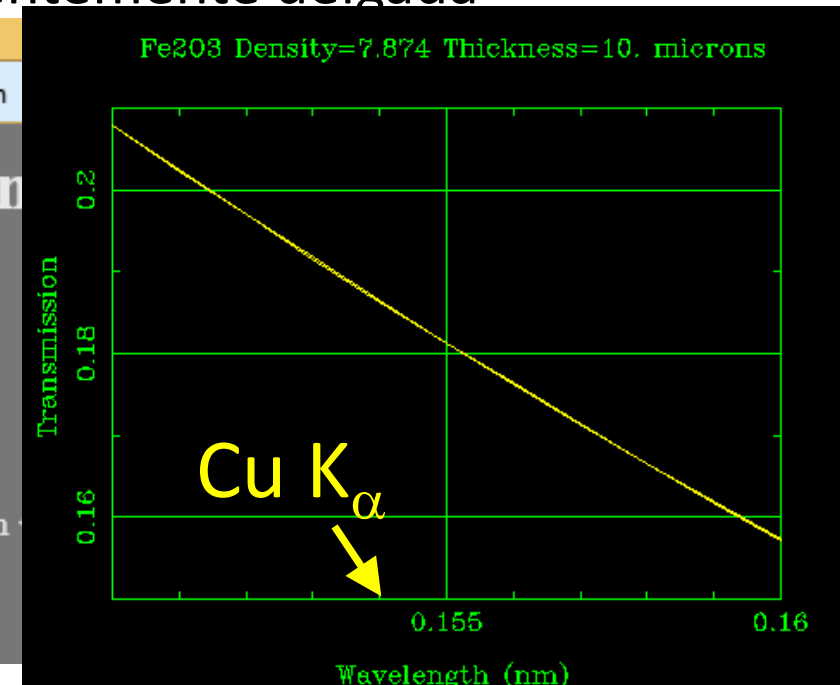
Página web para determinar grosor necesario; lo ideal es que la muestra tenga un factor de transmisión de entre 0.1 y 0.9

Filter Transmission

- Choose from a list of common materials:
- Chemical Formula:
- Density: gm/cm³ (enter negative number to use tabulated values.)
- Thickness: microns
- Wavelength (nm) to in steps (< 500).

(NOTE: Photon Energy must be in the range $10 \text{ eV} < E < 30,000 \text{ eV}$ and Wavelengths in the range of .041 nm)

To request a Plot



Resumen científica

- De *nuestros* patrones de SAXS, podemos obtener información sobre, por ej.
 - forma geométrica de partículas o macromoléculas de tamaños de 1 a ≈ 40 nm.... $P(Q)$ particle form factor
... Y la distribución de tamaños (ponderada en volumen)
 - “estructura” en sistema denso de NPs.... $S(Q)$ structure factor
... que nos puede aportar, a su vez, información sobre las interacciones entre partículas

Para más información: peter.normile@uclm.es